



307120

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

PATENTE DE INVENCION

EN

ESPAÑA

por veinte años

a favor de REXALL DRUG AND CHEMICAL COMPANY

con domicilio en 8480 Beverly Boulevard - LOS ANGELES 54  
(California) U.S.A.

de nacionalidad Norteamericana

por "UN METODO DE PREPARACION DE HIPURATO DE HEXA-  
METILENTETRAMINA".

de la que es inventor, los Sres. Thomas Nitta y Akimitsu  
Shimamura.

Reivindicándose la prioridad de la Patente depositada  
en Estados Unidos el 17 de Diciembre de 1.963 bajo el  
número 331.120.

307120



La invención está relacionada con un proceso suave y reproducible, para la preparación del compuesto químico hipurato de hexametilentetramina que se caracteriza por sus excelentes rendimientos de un producto cristalino de gran pureza idealmente adecuado para su uso farmacéutico como antiséptico del tracto urinario.

De acuerdo con la invención, la hexametilentetramina y el ácido hipúrico se hierven a reflujo en las proporciones molares relativas a 0.8 a 1.0 moles de hexametilentetramina por cada mol de ácido hipúrico en presencia de n-propanol e isopropanol, preferiblemente en la cantidad de unos 6 a 12 litros por kilogramo de hexametilentetramina, durante un tiempo suficiente para asegurar la solución de los reactivos en el solvente seguido por la recuperación del producto hipurato de hexametilentetramina de la mezcla de reacción, por enfriamiento.

El exceso de hexametilentetramina debe evitarse puesto que tiende a precipitar con el producto deseado durante el paso subsiguiente de enfriamiento. En consecuencia, una razón molar de 0.85 a 0.95 moles de hexametilentetramina por cada mol de ácido hipúrico es preferible con una razón de 0,9 a 1 siendo particularmente efectiva. Se ha encontrado además que el n-propanol o isopropanol a la razón volumétrica ajustada más arriba y que debe estar presente en la mezcla de reacción con isopropanol siendo un disolvente particularmente

30 7120



efectivo.

La mezcla de reacción caliente sobre una solución de los reactivos está sujeta a enfriamiento para recobrar el producto deseado, Se ha encontrado que se obtienen óptimos resultados en lo que se refiere a la pureza del producto cuando la mezcla de reacción caliente se trata con carbón activo, u otros agentes decolorantes adecuados, filtrados en caliente y filtrado y enfriado este para separar el producto por cristalización.

El siguiente ejemplo es ilustrativo:

EJEMPLO.

Se disuelven ácido hipúrico (114.0 grs.) y hexametilentetramina (79.7 Grs.), en razón molar de 0.9 a 1, con agitación vigorosa y calefacción todo a reflujo en alcohol isopropílico (660 ml.). Se continúa con el reflujo hasta disolución completa. Se añaden 5 grs. de carbón activo y se agita durante 15 minutos. Se filtra la solución, se lava la torta filtrada con alcohol isopropílico caliente (60 ml.) y se combina el licor de lavado con el filtrado. Hellar la solución caliente y se agita durante la noche. Recobrar el producto cristalino por centrifugación y secar al vacío durante 12 horas a 70°C. Rendimiento: 136.2 grs. (74.4%) de hipurato de hexametilentetramina.

N O T A

Se reivindican como propios y nuevos para que sean objeto de una Patente de Invención en España, por veinte años, reivindicándose la prioridad de la



307120

Patente depositada en Estados Unidos el 17 de Diciembre de 1.963, bajo el nº 331.120, los puntos siguientes:

1.- Un método de preparación de hipurato de  
5 hexametilentetramina, que comprende el reflujo de la hexametilentetramina con ácido hipúrico en las proporciones molares relativas de entre 0.8 y 1 mol de hexametilentetramina a cada mol de ácido hipúrico en presencia de un miembro seleccionado del  
10 grupo de n-propanol e isopropanol y recobrando la citada hexametilentetramina (hipurato de) de la solución por enfriamiento.

2.- Un método de preparación de hipurato de hexametilentetramina, de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la mezcla de reacción contenga  
15 de 6 a 12 litros del citado miembro por cada kilogramo de hexametilentetramina.

3.- Un método de preparación de hipurato de hexametilentetramina, de acuerdo con la reivindicación 2, en la que el miembro citado sea el isopropanol.  
20

4.- Un método de preparación de hipurato de hexametilentetramina, de acuerdo con la reivindicación 2, en el que las citadas proporciones molares sean de 0.85 a 0.95 moles de hexametilentetramina, por cada mol de ácido hipúrico.  
25

5.- Un método de preparación de hipurato de hexametilentetramina que comprenda el reflujo de hexametilentetramina con ácido hipúrico en las proporciones molares relativas de 0.9 moles de hexameti-  
30

307720



5 lentetramina por cada mol de ácido hipúrico en presencia de 6 a 12 litros de isopropanol por cada kilogramo de hexametilentetramina, agitando la solución con un agente decolorante, filtrando la suspensión resultante, y recobrando dicho hipurato de hexametilentetramina del filtrado, por enfriamiento.

10 6.- Un método de preparación de hipurato de hexametilentetramina, de acuerdo con la reivindicación 5, en el que dicho decolorante sea carbón activo.

7.- UN METODO DE PREPARACION DE HIPURATO DE HEXAMETILENTETRAMINA.

15 Todo conforme se describe en la memoria que antecede, y se reivindica en su Nota.

Esta memoria consta de cinco hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 14 de Diciembre de 1.964

REXALL DRUG AND CHEMICAL COMPANY

P. A.

ERNESTO BOTELLA MONTOYA  
P. P.