

331098



P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE años

en España, a favor de Don ALBERTO PALOMO COLL, de nacionalidad española, residente en BARCELONA, Avda. Príncipe de Asturias nº 5, pral. 1ª, cuya Patente se refiere a:

"PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE N-ALQUILIDEN-AMINO-ETILENCAR\_BAMATOS CICLICOS".

-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

El objeto de la presente invención lo constituye - un proceso de obtención de N-alquiliden-amino-etilencarbama\_ tos cíclicos, siendo principalmente la 3-amino-2 oxazolidona 5.- y sus alquiliden derivados, productos importantes en la preparación del conocido coeccioestático, la furazolidona.

Es sabido que la oxazolidona por acción del ácido nítrico se transforma en 3-nitro-2-oxazolidona (Franchimont y Lublín Rec. trav. Chim 31-46-1912).

10.- Se ha descubierto ahora que tanto si se realiza la nitración con ácido nítrico, o bien con mezola sulfo-nítrico utilizando ácidos industriales, no existe reproducibilidad - en los rendimientos y gran disminución de los mismos siendo el procedimiento únicamente practicable a escala de laborato\_ 15.- rio con ácidos muy puros. Se ha resuelto la importante difi-



cultad anterior, tratando previamente los agentes nitrantes - con sustancias nitrosantes causantes de reacciones incontrolables y grandes pérdidas de rendimiento.

Son productos adecuados para los fines de la invención la urea, ácido sulfámico o sus sales y carbamatos, los cuales añadidos al agente nitrante en cantidades del 0,5 al 5% aseguran el control de la operación y rendimientos del 90-98%, totalmente reproducibles a escala industrial.

Por la secuencia del proceso, la 3-nitro-2-oxazolidona es reducida a 3-amino-2-oxazolidona y por adición de aldehidos a la solución precipitan las 3-alquiliden amino-2-oxazolidonas.

Si el aldehido adicionado es el 5-nitro-2-furfuraldehido, el producto que se aísla lo constituye el conocido coeccidiostático, furazolidona.

La reducción de la 3-nitro-2-oxazolidona ha sido efectuada electrolíticamente y por hidrogenación catalítica con rendimientos respectivamente del 20% y 55% (Patente Americana nº 2.652.402).

La gran reaccionabilidad de la nitro-oxazolidona con apertura del anillo, frente a agentes reductores alcalinos y la facilidad con que se reduce a nitroso compuesto con reductores débiles en medio ácido, descomponiéndose, son dificultades que han sido resueltas en el proceso descrito por la presente invención, al hallar que el aluminio o el magnesio sus amalgamas y aleaciones son excelentes reductores en medio ácido, consiguiéndose rendimientos del 75-98%, más bajos resultan si son utilizados el cinc y estaño 55%.



EJEMPLOS

- 1º) A 250 ml. de ácido nítrico concentrado se le adi  
cionan a temperatura ambiente, en porciones, 3 gramos de urea  
y con agitación en el transcurso de una hora. A continuación
- 5.- se añaden 87 g. de oxazolidona y calienta durante 0,5 h. a -  
principio de ebullición, luego se destila hasta que no se re-  
coge más ácido nítrico y el residuo se vierte sobre 200 ml. de  
agua filtra y lava obteniendo 126,7 g. de 3-nitro-2-oxazolidona  
con rendimiento del 96%.
- 10.- Se suspenden 132 g. de 3-nitro-2-oxazolidona en una  
mezcla de 2,5 litros de ácido clorhídrico concentrado y 1,250 l.  
de agua, se enfría a -15°C. y adicionan en porciones 120 g. de  
aluminio activado, controlando la reacción entre -15 y -7°C.  
Se filtra obteniendo una solución que contiene 76,5, 3-amino-
- 15.- 2-oxazolidona con un rendimiento del 75%.
- A la solución anterior se adiciona otra solución de  
80 g. de benzaldehido en 70 c.c. de etanol precipitando casi  
inmediatamente la benciliden 3-amino-2-oxazolidona con un rendi  
mimiento del 95%.
- 20.- 2º) Se añaden 132 g. de 3-nitro-2-oxazolidona obte-  
nidos según el ejemplo anterior sobre una mezcla de 2 litros  
de ácido clorhídrico concentrado y 1 litro de agua, se enfría  
a -10°C. y añaden 125 g. de magnesio en pequeñas porciones.
- Terminada la adición, se filtra resultando una solulu
- 25.- ción que contiene 100 g. de 3-amino-2-oxazolidona, con un rendi  
mimiento del 98%.
- A la solución anterior se adicionan 140 g. de 5-nini
- 30.- tro-2-furfuraldehido disueltos en 100 ml. de etanol e instan-  
táneamente precipita la 5-nitro-2-furfuriliden-3-amino-2-oxaxa  
zolidona con rendimiento prácticamente cuantitativo.



3º) A una mezcla de ácido sulfúrico y ácido nítrico, conteniendo 85 g. de este último, se añaden 0,5 g. de ácido sulfámico y agita durante 0,5 h. seguidamente se adicionan en porciones 87 g. de oxazolidona y agita 1 h. a temperatura ambiente, se vierte sobre agua-hielo y filtra obteniendo una vez lavados y secos 121 g. de 3-nitro-2-oxazolidona con rendimiento del 92%.

Se suspenden 132 g. de 3-nitro-2-oxazolidona en 2 litros de ácido sulfúrico al 40% y enfriando a  $-10^{\circ}\text{C}$ , se añaden en porciones 250 g. de cinc amalgamado en el transcurso de seis horas. Se filtra y la solución obtenida contiene 56 g. de 3-amino-2-oxazolidona, con un rendimiento del 55%.

A la solución anterior se le adicionan 60 g. de furfuraldehído disueltos en 40 ml. de metanol, agita precipitando la furfuriliden-3-amino-2-oxazolidona con un rendimiento del 97%.

Descrita convenientemente la naturaleza de la actual Patente de Invención, como asimismo la forma de poderla llevar a la práctica para convertirla en una realidad industrializable, se hace constar que en la misma, serán susceptibles de introducir todas aquellas modificaciones de detalle que las circunstancias y la práctica pudieran aconsejar, siempre y cuando que con las variantes que se introduzcan no se cambie, altere o modifique la esencialidad del objeto descrito.

25.-

#### N O T A

Se declara como de novedad y propiedad para todo el territorio español el contenido de las siguientes

#### R E I V I N D I C A C I O N E S

1º.- "Procedimiento de obtención de N-alquiliden-amino-etilencarbamatos cíclicos", caracterizado por hacer re-

30.-



accionar oxazolidona con agentes nitrantes y el producto de la reaccion, la 3-nitro-2-oxazolidona, reducida con agentes reductores en medio ácido y tratamiento de la solucion resultante con aldehidos.

- 5.-                   2ª.- "Procedimiento de obtencion de N-alkiliden-amino-etilencarbamatos colicos;" segun la anterior nota caracterizado por adicionar a los agentes nitrantes sustancias como el ácido sulfámico, urea alkil o arilureas y carbamatos en proporcion del 0,5-5%.
- 10.-                   3ª.- "Procedimiento de obtencion de N-alkiliden-amino-etilencarbamatos colicos;" segun la nota 1ª, caracterizado por utilizar como agentes reductores en medio ácido el magnesio o el aluminio o el cinc y estaoño, sus amalgamas o aleaciones, operando a temperaturas de -15 a 15°C.
- 15.-                   4ª.- "Procedimiento de obtencion de N-alkiliden-amino-etilencarbamatos colicos;" segun la nota anterior caracterizado por utilizar como medio ácido los ácidos inorgánicos o sus soluciones acuosas.
- 5ª.- "Procedimiento de obtencion de N-alkiliden-
- 20.- amino-etilencarbamatos colicos;" segun la nota 1ª caracterizaodo por adicionar a la solucion reducida, aldehidos como el furfuraldehido, benzaldehido 5-nitro-2-furfuraldehido.
- 6ª.- "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE N-ALKILIDEN-AMINO-ETILENCARBAMATOS CICLICOS".



Todo ello, conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de SEIS hojas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 10 de Septiembre de 1.966

**E. GONZALEZ VACA**  
**P.P.**