

337091



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

a favor de Don William ALCALAY MADJAR, de nacionalidad española, residente en Barcelona, calle Balmes, 358, por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE SALES ORGANICAS ESTABLES Y POCO SOLUBLES EN AGUA DE MENADIONA BISULFITICA".

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de sales orgánicas estables y poco solubles de menadiona bisulfítica.

5. En la patente española nº 327.127, del propio solicitante se describen una serie de sales orgánicas de Menadiona-Bisulfito y entre ellas la sal de 4,6-Dimetil-2-Piriminol.

10. Hasta la fecha, esta sal se obtenía como las demás esencialmente por doble descomposición, mezclando una solución acuosa de menadiona-bisulfito sódico con una sal (por

337091



ejemplo el sulfato), de 4,6-dimetil-2-Pirimidol. Esta reacción requiere la fabricación previa del 4,6-dimetil-2-pirimidol y su aislamiento (en forma de sulfato o de clorhidrato), empleándose para ello cantidades importantes de etanol o isopropanol como disolvente.

5.

La presente invención permite simplificar notablemente la obtención de dicha sal de menadiona-bisulfito y consiste esencialmente en hacer reaccionar directamente entre sí, acetilacetona(pentano-2,4-diona), urea y menadiona-bisulfito sódico. De esta forma se evita el empleo de 4,6-dimetil-2-pirimidol como materia prima, consiguiéndose una gran simplificación en las manipulaciones y un ahorro de materias primas y, con ello, un precio de coste más bajo.

10.

Otra ventaja de la invención consiste en poder combinar la acetilacetona con la urea y la menadiona-bisulfito sódico en medio acuoso, obteniéndose directamente la menadiona-bisulfito de 4,6-dimetil-2-pirimidol. La reacción se realiza preferentemente en presencia de un ácido mineral (por ejemplo sulfúrico o clorhídrico), pero también puede efectuarse en presencia de un ácido orgánico como el acético. En este caso, no obstante, la reacción es bastante más lenta. Como medio de disolución puede utilizarse también, en vez de agua, alcohol diluido o isopropanol, e incluso ácido acético puro. Sustituyendo la acetilacetona por otras 1,3-beta-dicetonas adecuadas, pueden obtenerse otras sales de homólogos del 2-pirimidol con menadiona-bisulfito.

15.

20.

25.

Para la mejor comprensión del procedimiento descri

337091

9 FEB



to, se detallan a continuación unos ejemplos ilustrativos del alcance de la invención, los cuales no tienen carácter limitativo alguno.

EJEMPLO I

5. Se disuelven 10 g. de urea y 10 g. de ácido sulfúrico concentrado técnico en 20 cc. de agua y se añaden 10 g. de acetilacetona. Se agita mecánicamente hasta disolución de la dicetona, y se agrega una disolución de 30 g. de menadiona-bisulfito sódico en 2 partes de agua. Al cabo de unas horas empieza ya a cristalizar la menadiona-bisulfito de 4,6-dimetil-2-pirimidol. Se filtra al día siguiente, se lava con un poco de agua y se deseca a 50°. El producto corresponde a la fórmula empírica C17H18O6N2S y contiene un 45% de menadiona.

15. EJEMPLO II

20. Se disuelven 10 g. de urea y 10 g. de ácido sulfúrico concentrado en 20 cc. de agua y se añaden 10 g. de acetilacetona y 10 cc. de isopropanol para disolver la dicetona. Se deja reposar hasta el día siguiente, neutralizando seguidamente en parte con carbonato sódico al 20% hasta un pH de 2 aproximadamente. Se mezcla luego con una disolución de 30 g. de menadiona-bisulfito sódico en 2 a 3 partes de agua. Se separa casi inmediatamente y con buen rendimiento la menadiona bisulfito de 4,6-dimetil-2-pirimidol.

25. Se comprende que serán independientes del objeto de la invención el orden de operaciones y fases del proceso, cantidades y disolventes empleados, dispositivos y aparatos utilizados y en general, todos cuantos detalles accesorios



puedan presentarse, siempre que no aparten al conjunto de su esencialidad.

- . -

N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente de invención :

5. 1. Procedimiento para la obtención de sales orgánicas estables y poco solubles en agua de menadiona bisulfúrica, que consiste esencialmente en hacer reaccionar entre sí directamente una 1,3-Betadicetona, urea y menadiona bisulfito sódico en medio acuoso, en frío a temperatura moderada
10. y en presencia de un ácido mineral u orgánico, tales como el sulfúrico, clorhídrico, acético o análogos.
15. 2. Procedimiento para la obtención de sales orgánicas poco solubles en agua y estables de menadiona bisulfúrica, según la reivindicación anterior, caracterizado por el hecho de utilizar como 1,3-betadicetona la acetilacetona (o pentano-2,4-diona), resultando como producto de reacción la menadiona-bisulfito de 4,6-dimetil-2-pirimidol.
20. 3. Procedimiento para la obtención de sales orgánicas estables y pocas solubles en agua de menadiona bisulfúrica, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que el medio disolvente es agua, etanol, isopropanol o ácido acético más o menos diluidos.
25. 4. Procedimiento para la obtención de sales orgánicas estables y poco solubles en agua de menadiona bisulfúrica.



337091

La presente memoria consta de cinco hojas foliadas escritas a máquina por una sola cara.

Barcelona, 9 de febrero de 1967.

William ALCALAY MADJAR

p.a.