



ESPAÑA

19 ES	21 480515	10 A1
22	FECHA DE PRESENTACION 12 MAR 1979	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

90 PRIORIDADES:		
21 NUMERO	22 FECHA	23 PAIS
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07C 153/09	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
84 TITULO DE LA INVENCION "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE ESTERES DE UN DERIVADO DEL 3,3'-DITIO BISPROPANOL"		
71 SOLICITANTE (ES) FABRICA ESPAÑOLA DE PRODUCTOS QUIMICOS Y FARMACEUTICOS, S.A. (FAES)		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE LEJONA-LAMIACO/Vizcaya.-		
72 INVENTOR (ES) D. Aurelio ORJALES VENERO D. Ramón MOSQUERA PESTAÑA, que han cedido sus derechos a la firma solicitante. y D. Angel RUIZ NOVAL		
73 TITULAR (ES) FABRICA ESPAÑOLA DE PRODUCTOS QUIMICOS Y FARMACEUTICOS, S.A. (FAES)		
74 REPRESENTANTE D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial.-		

POOR
QUALITY

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. Los ácidos carboxílicos pueden ser considerados como un reactivo adecuado para la formación de ésteres, -- aunque generalmente se prefiere el empleo de derivados -- de los mismos cuya mayor reactividad frente a los alcoho les permite llevar a cabo el proceso en condiciones más ventajosas.

10. Entre los derivados de los ácidos carbóxicos son especialmente útiles para la formación de los ésteres -- los anhídridos de ácido y los cloruros de ácido, con los cuales la reacción usualmente debe transcurrir en presen cia de una base capaz de fijar el ácido orgánico o incor gánico, respectivamente, que se genera durante el proce so. En algunos casos, el mismo ácido orgánico sirve de -- diluyente de la mezcla de reacción, presentando entonces 15. ventajas el empleo del anhídrido de ácido. La presencia de un catalizador puede ser necesaria para que el proce so evolucione en la forma deseada.

20. Por otra parte, la naturaleza del alcohol influye -- lógicamente en las condiciones bajo las cuales debe desa rrollarse la reacción, principalmente cuando posee otros grupos funcionales sensibles a la temperatura o que pre sentan una cierta reactividad frente al derivado del áci do. Unas condiciones de operación poco ajustadas darían lugar a un producto dife.ente al deseado o altamente im purificado por productos secundarios, que sería necesario 25. eliminar, lo cual no siempre es sencillo, teniendo además una incidencia notable en el rendimiento final.

30. Una etapa que debe cuidarse mucho en la prepración de un éster, es la de aislamiento del mismo una vez for-

5. mado, ya que este tipo de compuestos es relativamente --
sensible a los procesos de hidrólisis cuando el medio es
acuoso, sobre todo existen en él trazas de ácidos o álca
lis. En el procedimiento de preparación de ésteres de un
derivado del 3,3'-ditio-bispropanol, al que se refiere --
la presente invención, son críticas las condiciones en --
que se desarrolla la etapa final del proceso, aunque, --
por otra parte, presenta una indudable ventaja en cuanto
no requiere el empleo de disolventes especiales ni opera
10. ciones complicadas, que a menudo son limitativas para la
viabilidad de una fabricación a escala industrial.

El empleo de agua abarata sensiblemente la forma de
aislar el éster y al mismo tiempo la temperatura a la --
cual se realiza la operación evita que el producto sufra
15. alteraciones que pudieran afectar a sus características
físico-químicas.

Los siguientes ejemplos se ofrecen a título ilustra
tivo y no han de ser interpretados como limitativos de --
la presente invención, ya que son posibles muchas varia
20. ciones de los mismos, sin apartarse del espíritu del al
cance de la invención.

EJEMPLO 1

En un matraz de vidrio de 200 litros, provisto de --
agitación, sistema de calefacción y refrigerante con un
25. cierre que evite la entrada de humedad, se colocan 75 li
tros de piridina y 40 litros de anhídrido iso-butírico.
Se pone en marcha la agitación y se agregan entonces 50
Kg. de N,N'- [ditiobis [2-(2-hidroxietil)-1-metilvinilén]]
bis [N-[(4-amino-2-metil-5-pirimidínil) metil] formamida].
30. La temperatura dentro del matraz se regula de forma que

5. nunca sea superior a 60°C. Al cabo de 4 horas, se vierte la mezcla de reacción sobre una cuba provista de agitación conteniendo agua, enfriada exteriormente. Se para la agitación al cabo de 2 horas. Los cristales del éster formado se separan al día siguiente mediante centrifugación. El producto formado, que cristaliza como monohidrato, presenta un punto de fusión de 82-87°C y su espectro IR muestra bandas características centradas a 3330, — 1780, 1710 y 1425 cm^{-1} . El monohidrato se transforma fácilmente en el producto anhidro si se recrystaliza de un disolvente orgánico, como el acetato de etilo, fundiendo entonces a 143-4°C.
- 10.

EJEMPLO 2

15. En un matraz de vidrio de 100 litros, provisto de agitación, baño de aceite y un sistema adición de líquidos, se colocan 50 litros de piridina anhidra y 25 Kg. — de N,N'- [ditiobis [2-(2-hidroxietil)-1-metilvinilén]] bis [N- [(4-amino-2-metil-5-pirimidinil) metil] formamida].
20. Con el agitador en marcha se van añadiendo en forma de chorro fino 20 litros de anhídrido butírico. Se regula la temperatura del baño de modo que dentro del matraz — sea de 50°C y se mantiene en estas condiciones durante 3 horas. Al cabo de este tiempo se deja enfriar la mezcla de reacción. Una vez alcanzada la temperatura ambiente,
25. se vierte sobre 800 litros de una mezcla de hielo y agua, agitando enérgicamente durante media hora. Se deja que — cristalice el producto durante 48 horas y al cabo de dicho tiempo se separa el sólido formado mediante centrifugación. El éster, cristalizado como hidrato, tiene un —
30. punto de fusión de 83-89°C.

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones en detalle, en --
10. cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo -- que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre "Procedimiento de preparación de ésteres de un derivado del 3,3'-ditio bispropanol", caracterizándose -- por la siguiente

N O T A

15. Hecha la descripción del presente invento lo que -- se declara como nuevo y de propia invención comprende -- las reivindicaciones siguientes:

20. 1.- Procedimiento de preparación de ésteres de un -- derivado del 3,3'-ditio bispropanol, caracterizado porque en un disolvente orgánico se hace reaccionar un anhídrido de ácido con el derivado del 3,3'-ditio bispropanol, aislando el producto resultante por vertido de la mezcla de reacción en el seno de un disolvente polar, manteniend -- do la temperatura constante.

25. 2.- Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado porque el derivado del 3,3'-ditio bispropa -- nol es la N,N'-[ditio bis[2-(2-hidroxietil)-1-metilvini-- lén]] bis [N-[4-amino-2-metil-5-pirimidinil) metil] for-- mamida].

30. 3.- Procedimiento, según las reivindicaciones ante-- riores, caracterizado porque el disolvente orgánico don--

de se lleva a cabo la reacción es piridina o una amina -
alifática terciaria

5. 4.- Procedimiento, según las reivindicaciones ante-
riores, caracterizado porque el anhídrido de ácido es el
anhídrido del ácido isobutírico.

5.- Procedimiento, según las reivindicaciones ante-
riores, caracterizado porque el disolvente polar sobre -
el que se vierte la mezcla de reacción es agua.

10. 6.- Procedimiento, según las reivindicaciones ante-
riores, caracterizado porque la temperatura a la cual se
aislan los ésteres está comprendida entre 0 y 30°C.

7.- PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE ESTERES DE UN -
DERIVADO DEL 3,3'-DITIO BISPROPANOL.

15. Según se describe y reivindica en la presente Memo-
ria que consta de 6 hojas foliadas y mecanografiadas por
una sola cara.

Madrid, a 12 Mayo 1979

FABRICA ESPAÑOLA DE PRODUCTOS QUIMICOS Y FARMACEUTI
COS, S.A. (FAES)

20. p.a.

