



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA



00 82901

CIT
ENT
EN

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO

Solicitud : 00082901 00082901

Folios: 45

Fecha (VEN): 2009-10-31 16:23:44

Tramite : 632 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESTAC

Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

DATOS DEL SOLICITANTE

(71) Nombres y Apellidos o Razón Social

Aventis CropScience GmbH

WO- 0123368- 05/04/01
EP- 122.9846

No. de Identificación

Representante Legal (Persona Jurídica)

País de Domicilio

ALEMANIA

Departamento o Estado

Dirección

Ciudad

FRANKFURT

Teléfono

(74) DATOS DEL APODERADO

Nombre

GUSTAVO HOLLMANN RESTREPO

Dirección y Domicilio

Carrera 11A No. 94-76 - Of. 403

Ciudad

Bogotá, D.C.

Teléfono 6161948

DATOS DEL INVENTOR

(72) Nombre del Inventor (es)

1. Dr. Jan VERMEHREN, 2. Dr. Ernst SCHMIDT, 3. Dr. Mark
James FORD, 4. Dr. Richard W.G. FOSTER y 5. Dr. Ian A.
BOURNE.

Identificación

Dirección

1. Idstein, Alemania, 2. Kastl, Alemania, 3. Bad Soden, Ale-
mania, 4. Cambridge, Gran Bretaña y 5. Cambridge, Gran
Bretaña.

Ciudad

Teléfono

DATOS DE LA PATENTE DE INVENCION

(54) Título de la Invención "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE FENIL-SULFONIL-UREAS SUSTITUIDAS
A PARTIR DE SULFO-HALOGENUROS".

PRIORIDAD REIVINDICADA

SI ☐ NO ☒

TIPO DE PRIORIDAD

ANDINA ☐UNIONISTA ☒

(33) País

(32) Fecha

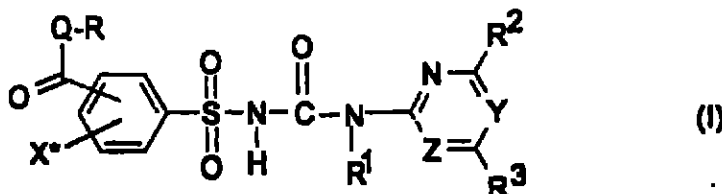
(31) No. Solicitud

Para Publicar a los

☐ 6 meses☐ 12 meses☐ 18 meses a partir de la fecha de la presente solicitud

(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL

RESUMEN CON EL OBJETO Y LA FINALIDAD DE LA PATENTE DE MODELO DE UTILIDAD
El invento se refiere a un procedimiento para la preparación del compuesto (I) o sus sales



en la que Q, X*, Y, Z, R¹, R² y R³ estén definidos como en la reivindicación 1.

ANEXOS DE LA SOLICITUD

Certificado de Existencia y Representación Legal cuando el solicitante sea Persona Jurídica

☐

Los poderes debidamente otorgados, o mención de su protocolización ante la SIC

☐

Recibo de la tasa respectiva

☒

Recibo de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación

☐

Si se reivindica prioridad Andina:

Copia de la primera solicitud

☐

Traducción oficial

☐

Si se reivindica prioridad Unionista:

Copia certificada primera solicitud:

☐

Nota: Debe presentarse dentro de los tres (3) meses, contados a partir de la fecha de radicación de la solicitud posterior

Traducción simple

☐

Capítulo descriptivo

☒

Dibujos, planos necesarios

☐

Capítulo reivindicatorio

☒

Tarjeta archivo propietarios según formato

☒

Tarjeta archivo temático según formato

☒

Extracto para publicación según formato

☒

Arte final 12 x 12 cms y 6x6 cms

☒

Otros Documentos

☐

SOLICITO LA CONCESION DE LA PATENTE DE MODELO DE UTILIDAD Y DECLARO
QUE LA INVENCION ES NUEVA Y DE MI PROPIEDAD

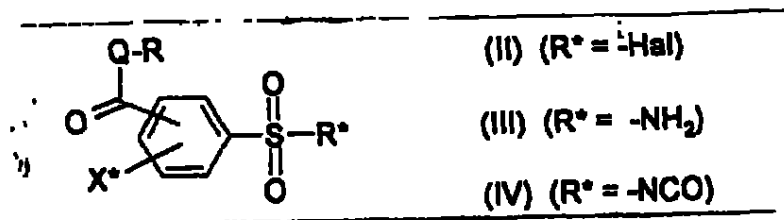
FIRMA

NOMBRE GUSTAVO HOLLMANN RESTREPO

CC. 2.878.023 de Bogotá

T.P.No. 5903

Continuación Resumen con el objeto y finalidad de la invención:



caracterizado porque

a) se amonoliza un compuesto (II) en el que Hal = un átomo de halógeno, para formar el compuesto (III), preferiblemente

(a1) la reacción se lleva a cabo en el seno de una mezcla de disolventes orgánicos (mezcla de disolventes orgánicos) que consta de (1) hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados disolvente (1) y (2) disolventes apróticos apolares disolvente (2) en la relación en peso del disolvente (1) al disolvente (2) de 20:1 a 1:1,

(b) el compuesto (III) se somete a fosgenación con un fenil-sulfonil-isocianato de la fórmula (IV),

preferiblemente (b1) en el caso de que X^* sea = halógeno la reacción con fosgeno se lleva a cabo en el seno de un disolvente orgánico en presencia de isocianatos $R'-\text{NCO}$ como catalizador, siendo R' = hidrocarburo (sustituido), con o sin adición de una base amínica,

(c) el compuesto (IV) obtenido se hace reaccionar en el seno de un disolvente orgánico con un amino-heterociclo $\text{H}_2\text{N-Het}$ (Het) = heterociclo como en (I) para formar el compuesto (I) o sus sales, preferiblemente (c1) la reacción se lleva a cabo en una mezcla de disolventes a base de hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados con un punto de ebullición de más de 110°C en un disolvente aprótico polar, llevándose a cabo en el procedimiento por lo menos una de las etapas parciales (a1) hasta (c1) preferidas.



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
 Radicación: 03382951 (00000000) Folios: 45
 NIT: 8001760 Fecha (CERO): 2000-10-31 16:23:44
 Asunto: C32 PATENTES D I REGISTRO/ 411 PRESENTAC
 Dependencia: 2828 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 67,769
 FECHA : OCTUBRE 30 DE 2000

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	SUCURSAL	CUENTA	No. PAGO	Vr. PAGO
GUSTAVO HOLLMAN	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	BOGOTA	050-00110-6	2881943	1,824,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	608,000.00
	TOTAL :	\$ 608,000.00

SON: SEISCIENTOS OCHO MIL PEROS



RESPONSABLE : _____

Ref. 11133

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

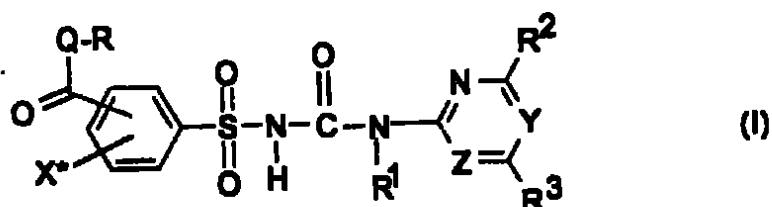
Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
 Conmutador: 334 12 21
 Fax: 281 31 25
 e-mail: Info@sic.gov.co
 Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia

**Procedimiento para la preparación de fenil-sulfonil-ureas sustituidas
a partir de sulfo-halogenuros**

El invento se refiere al sector técnico de los procedimientos químicos para la
5 preparación de compuestos tomados entre la serie de las fenil-sulfonil-ureas
herbicidas y sus productos intermedios.

Se han descrito una serie de fenil-ureas sustituidas como agentes herbicidas
y reguladores del crecimiento de las plantas. Dentro del grupo de las fenil-sulfonil-
ureas, las que tienen un grupo carboxi o un grupo derivado de un ácido carboxílico
10 en el anillo de fenilo plantean problemas especiales en cuanto a su síntesis. Presentan
interés los compuestos, conocidos por los documentos de solicitud de patente
europea EP-A-007687 o de solicitud de patente internacional WO-A-92/13845, de la
fórmula (I) y sus sales,

15



20 en la que

Q significa oxígeno, azufre o -N(R⁴)-,

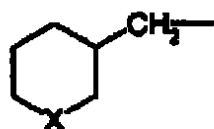
X* significa hidrógeno, halógeno, ciano, nitro, alquilo (C₁-C₃) o metoxi,
preferiblemente hidrógeno o yodo, particularmente yodo,

Y, Z independientemente uno de otro, significan CH ó N, no siendo Y y Z
25 simultáneamente CH,

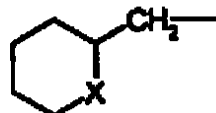
R significa hidrógeno, alquilo (C₁-C₁₂); alquenilo (C₂-C₁₀); alquinilo (C₂-C₁₀);
alquilo (C₁-C₆), que está sustituido de una a cuatro veces con radicales
tomados entre el grupo formado por halógeno, alcoxi (C₁-C₄), alquil (C₁-C₄)-tio,
CN, [alcoxi (C₁-C₄)]-carbonilo y alquenilo (C₂-C₆); o cicloalquilo (C₃-C₆), que
30 está sin sustituir o sustituido con radicales tomados entre el grupo formado
por alquilo (C₁-C₄), alcoxi (C₁-C₄), alquil (C₁-C₄)-tio y halógeno;
cicloalquenilo (C₅-C₆); fenil-alquilo (C₁-C₄), que en el radical fenilo está sin
sustituir o sustituido con uno o varios radicales tomados entre el grupo
formado por halógeno, alquilo (C₁-C₄), alcoxi (C₁-C₄), halo-alquilo (C₁-C₄),

alquil (C₁-C₄)-tio, [alcoxi (C₁-C₄)]-carbonilo, [alquil (C₁-C₄)]-carbonil-oxi, carboxamido, [alquil (C₁-C₄)]-carbonil-amino, [alquil (C₁-C₄)]-amino-carbonilo, di-[alquil (C₁-C₄)]-amino-carbonilo y nitro; o un radical de las fórmulas A-1 hasta A-10

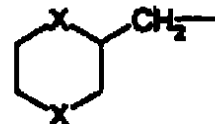
5



A-1



A-2

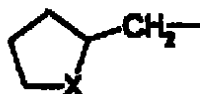


A-3

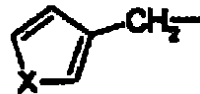
10



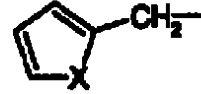
A-4



A-5

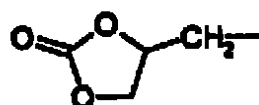


A-6

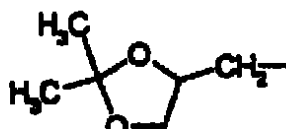


A-7

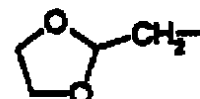
15



A-8



A-9



A-10

en las que

20

X significa O, S, S(O) ó SO₂;

R¹ significa hidrógeno o alquilo (C₁-C₃);

R² significa hidrógeno, halógeno, alquilo (C₁-C₃) o alcoxi (C₁-C₃), estando cada uno de los dos radicales mencionados en último término sin sustituir o sustituido una vez o múltiples veces con halógeno o alcoxi (C₁-C₃);

25

R³ significa hidrógeno, halógeno, alquilo (C₁-C₃), alcoxi (C₁-C₃) o alquil (C₁-C₃)-tio, estando cada uno de los tres radicales mencionados en último término sin sustituir o sustituido una vez o múltiples veces con halógeno o una vez o dos veces con alcoxi (C₁-C₃) o alquil (C₁-C₃)-tio; o un radical de la fórmula NR⁵R⁶, cicloalquilo (C₃-C₆), alquenilo (C₂-C₄), alquinilo (C₂-C₄), alquenil (C₃-C₄)-oxi o alquinil (C₃-C₄)-oxi;

30

R⁴ significa hidrógeno, alquilo (C₁-C₄) o alcoxi (C₁-C₄), y

R⁵ y **R⁶** independientemente uno de otro, significan hidrógeno, alquilo (C₁-C₄), alquenilo (C₃-C₄), halo-alquilo (C₁-C₄) o alcoxi (C₁-C₄).

Las sales de los compuestos (I) son preferiblemente compuestos, en los que

el átomo de hidrógeno existente en el grupo SO_2NH de la sulfonil-urea ha sido reemplazado por un catión, preferiblemente un catión fisiológicamente compatible y que se puede emplear en la protección de plantas (= fitoprotección), particularmente un catión de un metal alcalino o metal alcalino-terreo o un ion de amonio eventualmente sustituido, inclusive iones de amonio cuaternarios. Ejemplos de cationes son los iones de sodio, potasio y amonio.

Las sales de los compuestos de la fórmula (I) se pueden formar mediante reacción por adición de un ácido inorgánico u orgánico apropiado, tal como por ejemplo HCl , HBr , H_2SO_4 ó HNO_3 , pero también ácido oxálico o ácidos sulfónicos, con un grupo básico, tal como p.ej. amino o alquil-amino. Apropriados sustituyentes, que se presentan en forma desprotonada, tales como p.ej. ácidos sulfónicos o ácidos carboxílicos, pueden formar sales internas con grupos a su vez protonables, tales como grupos amino.

Se pueden formar sales también reemplazando el hidrógeno en un apropiado grupo funcional, tal como p.ej. el grupo carboxi, por un catión apropiado para la agricultura. Estas sales son por ejemplo sales de metales, especialmente sales de metales alcalinos o sales de metales alcalino-térreos, particularmente sales de sodio y potasio, o también sales de amonio, sales con aminas orgánicas o sales de amonio cuaternarias.

Presentan interés particular los compuestos de la fórmula (I) o sus sales, en la que el grupo de la fórmula $-\text{CO}-\text{Q}-\text{R}$ está situado en posición orto con relación al grupo sulfonilo de la sulfonil-urea (I). Se prefieren los compuestos (I) o sus sales, en los que significan: Q = un átomo de oxígeno, X^* = hidrógeno o halógeno, preferiblemente yodo, R = alquilo (C_1-C_4); alquenilo (C_2-C_4); alquinilo (C_2-C_4); halo-alquilo (C_1-C_4) o alcoxi (C_1-C_4)-alquilo (C_1-C_4), preferiblemente metilo o etilo, particularmente metilo. Se prefieren aún más los compuestos (I) y sus sales, en los que el grupo de la fórmula $-\text{CO}-\text{Q}-\text{R}$ está situado en posición orto con relación al grupo sulfonilo de la sulfonil-urea; X^* es = halógeno, preferiblemente yodo, y X^* está situado en posición para con relación al grupo de la fórmula $-\text{CO}-\text{Q}-\text{R}$.

Según el documento WO-A-92/13845, es conocido preparar los compuestos (I) o sus sales a partir de fenil-sulfonil-isocianatos correspondientemente sustituidos, por reacción con aminas heterocíclicas, por ejemplo 2-amino-4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazina o 2-amino-4,6-dimetoxi-pirimidina. Los fenil-sulfonil-isocianatos, por otro lado, son accesibles por ejemplo a partir de los correspondientes fenil-sulfo-cloruros

después de amonólisis para formar sulfonamidas y de reacción de las sulfonamidas para formar los sulfonil-isocianatos de acuerdo con métodos clásicos.

Para la realización de la amonólisis, por ejemplo, el cloruro de sulfonilo se puede disolver en un disolvente orgánico, tal como tetrahidrofurano (THF), e introducir amoníaco (compárese el documento WO-A-92/13845).

Como método clásico para la preparación del fenil-sulfonil-isocianato sustituido a partir de la fenil-sulfonamida obtenida, entra en consideración el tratamiento consecutivo de la fenil-sulfonamida con cloruro de tionilo y fosgeno, eventualmente en presencia de cantidades catalíticas de una base tal como piridina; compárese el documento WO-A-92/13845, Ejemplo 11. Alternativamente, la fenil-sulfonamida se puede hacer reaccionar también con un alquil-isocianato, mediando utilización de bases amínicas impedidas estéricamente como catalizadores, para formar la N-alquil-N'-(fenil-sulfonil)-urea correspondientemente sustituida, que luego se somete a fosgenación para formar el fenil-sulfonil-isocianato sustituido; compárese también el documento WO-A-92/13845, Ejemplo 12. Se han descrito reacciones comparables también para otras fenil-heteroaril-sulfonamidas estructuralmente distintas con el fin de preparar los sulfonil-isocianatos; véanse p.ej. los documentos de patentes de los Estados Unidos de América US-A-4.647.303, US-A-4.602.942 y los de solicitudes de patentes europeas EP-A-0184385 y EP-A-0727423.

Se conoce también la reacción directa de aril- o heteroaril-sulfonamidas con fosgeno en presencia de alquil- o cicloalquil-isocianatos y eventualmente en presencia de bases amínicas impedidas estéricamente (documentos US-A-4.647.303, EP-A-0584043, EP-A-0030138 y EP-A-0184385).

El documento WO-A-96/06826 describe un procedimiento para la fosgenación de fenil-sulfonamidas, algunas de las cuales tienen también grupos carbo-alcoxi situados en posición orto en el anillo de fenilo, para formar el fenil-sulfonil-isocianato correspondientemente sustituido, por reacción con fosgeno en presencia de un catalizador, que consta de un butil-isocianato y aminas terciarias tales como DABCO, y/o a partir de sulfonil-isocianatos sustituidos. En un Ejemplo, se utiliza como catalizador el n-butil-isocianato en combinación con una pequeña cantidad del producto final (como un sulfonil-isocianato sustituido) procedente de una tanda anterior como co-catalizador. En el modo de procedimiento allí preferido, el fosgeno es mantenido constantemente en exceso referido a la sulfonamida empleada.

Los procedimientos conocidos mencionados para la preparación de las fenil-

sulfonamidas, de los fenil-sulfonil-isocianatos y de los compuestos de la fórmula (I) son sin embargo insatisfactorios en lo que se refiere a los rendimientos químicos, a los rendimientos espacio-temporales y/o al esfuerzo y gasto técnico en aparatos. Por ejemplo, en el caso de fenil-sulfonil-ureas con grupos carbo-alcoxi en posición 2 del radical fenilo, se forman durante la amonólisis productos secundarios, tales como el correspondiente derivado de sacarina.

Al realizar la fosgenación de la N-alkil-N'-(fenil-sulfonil)-urea correspondientemente sustituida aparecen con frecuencia cantidades significativas de una N,N'-bis-(fenil-sulfonil)-urea sustituida como producto secundario. Este método de fosgenación necesita además de ello unos períodos de tiempo de reacción comparativamente largos, particularmente para la fase inicial (comienzo de la fosgenación). La preparación de la N-alkil-N'-(fenil-sulfonil)-urea exige, de acuerdo con el método conocido, bases amínicas impedidas estéricamente, cuyo empleo y cuya separación se vinculan con esfuerzos y gastos técnicos y económicos.

Para los fenil-sulfonil-isocianatos que se han de preparar preferiblemente, los cuales están sustituidos en el radical fenilo con $X^* =$ halógeno, preferiblemente yodo, se conocen hasta el momento actual solamente pocos métodos (compárese el documento WO-A-92/13845). No se ha conocido hasta ahora cuál de los métodos podría hacer posible para tales compuestos un mejoramiento adicional de la preparación. Sobre todo a causa de las particularidades estructurales, tales como p.ej. el impedimento estérico y la reactividad en el radical fenilo sustituido de estos compuestos, se pueden esperar análogamente sólo pocos resultados de los procedimientos realizados con aril- o heteroaril-sulfonamidas estructuralmente distintas.

La reacción de los obtenidos sulfonil-isocianatos con aminas heterocíclicas para formar compuestos de la fórmula (I) se puede efectuar de diversa manera de acuerdo con métodos conocidos.

De modo clásico, las reacciones de fenil-sulfonil-isocianatos con aminopirimidinas o amino-triazinas se pueden efectuar en el seno de un disolvente orgánico. Como disolventes se recomiendan en tales casos disolventes apróticos polares tales como THF y acetonitrilo (véase p.ej. el documento EP-A-0030138, páginas 14-15).

A partir del documento de patente de Unión Soviética SU-1233456 (1996) se conoce la utilización de N-metil-pirrolidona (NMP) en un disolvente orgánico aprótico para el acoplamiento de amino-triazinas con aril-sulfonil-isocianatos. En el caso de una

- 6 -

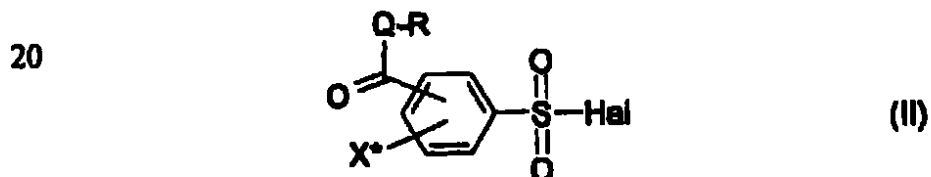
proporción de 1 a 20 % de NMP en el disolvente xileno, se consiguen unos rendimientos de aproximadamente 80 a 82 % en el transcurso de un período de tiempo de reacción de 2 a 4 horas. Los rendimientos no son satisfactorios para la realización a la escala técnica.

5 De acuerdo con los documentos US-A-4.647.303 y US-A-4.602.942, con el fin de acelerar la reacción de acoplamiento se emplea DABCO. La utilización del 1,4-diaza-biciclo[2.2.2]octano (= DABCO) resulta desventajosa a escala técnica, puesto que este compuesto se emplea adicionalmente y posteriormente ha de ser separado de nuevo con un gasto especial.

10 Subsiste por lo tanto la misión de poner a disposición un procedimiento alternativo, que se pueda llevar a cabo de manera ventajosa en comparación con los procedimientos conocidos en que se refiere a un aspecto, y preferiblemente a varios aspectos.

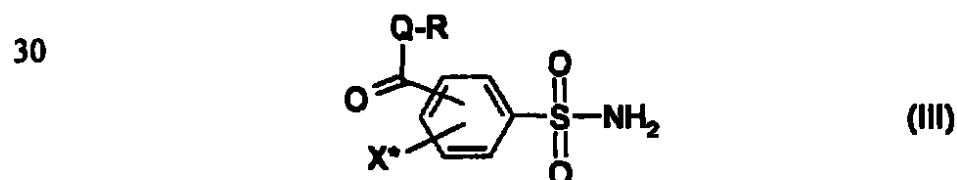
Es objeto del invento un procedimiento para la preparación de las mencionadas
15 fenil-sulfonil-ureas de la fórmula (I) y sus sales,
caracterizado porque

a) se hace reaccionar un compuesto de la fórmula (II)



25 en la que Hal significa un átomo de halógeno, preferiblemente de cloro, bromo o yodo, particularmente de cloro, y R, Q y X* están definidos como en la fórmula (I),

por amonólisis con amoníaco para formar el compuesto de la fórmula (III)



en la que R, Q y X* están definidos como en la fórmula (I),

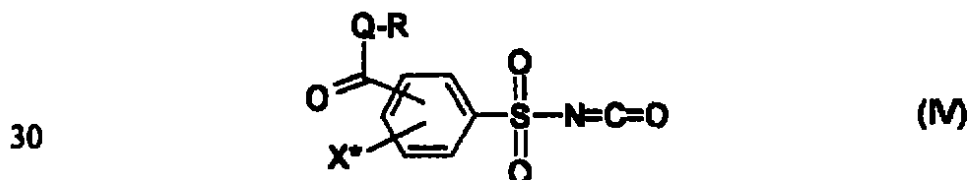
- 7 -

preferiblemente

(a1) la reacción se lleva a cabo en el seno de una mezcla de disolventes orgánicos, que consta de

- 5 (1) uno o varios hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados, por ejemplo xileno, tolueno, cloro-benceno o dicloro-benceno, [disolvente (1)] y
- 10 (2) uno o varios disolventes apróticos polares [disolvente (2)], tomados preferiblemente entre el grupo que consta de nitrilos, tales como acetonitrilo, y de ésteres, preferiblemente ésteres alquílicos (C₁-C₆) de ácidos alcano (C₁-C₂)-carboxílicos, tales como éster etílico de ácido acético, éster isopropílico de ácido acético, éster n-butílico de ácido acético, éster n-pentílico de ácido acético y otros ésteres amílicos de ácido acético, así como de éteres tales como tetrahidrofurano (THF) o
- 15 1,2-dimetoxi-etano (DME), tales como dimetil-formamida (DMF), cetonas, tales como acetona, metil-etil-cetona o metil-isobutil-cetona (MIBK) y mezclas de dos o más de los disolventes polares,
- en la relación en peso del disolvente (1) al disolvente (2) de 20:1 a 1:1, preferiblemente de 10:1 a 1,4:1, particularmente la reacción preferida
- 20 mencionada se lleva a cabo mediando adición de una solución del compuesto (II) en un disolvente (1) o en una mezcla de los disolventes (1) y (2) a la solución concentrada de amoníaco en el disolvente (2),

- 25 (b) el compuesto (III) obtenido se hace reaccionar, con o sin aislamiento intermedio, con fosgeno para formar el fenil-sulfonil-isocianato de la fórmula (IV),

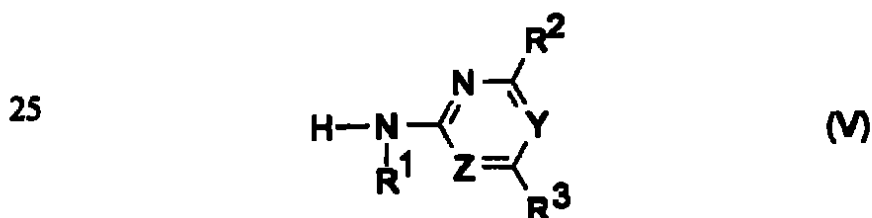


en la que R, Q y X* están definidos como en la fórmula (I),

preferiblemente

(b1) en el caso de que sea $X^* = \text{halógeno}$, especialmente $X^* = \text{yodo}$, la reacción con fosgeno se lleva a cabo en el seno de un disolvente orgánico en presencia de un isocianato de la fórmula $R'-NCO$ como catalizador, siendo R' un radical hidrocarbilo, que está sin sustituir o sustituido y que tiene preferiblemente de 1 a 20 átomos de C inclusive, particularmente 1 a 16 átomos de C, o en presencia de una mezcla de varios de estos isocianatos como catalizador, preferiblemente de uno o varios isocianatos, tomados entre el grupo formado por N-alkil-isocianatos, N-cicloalkil-isocianatos y N-aril-isocianatos, por ejemplo de un N-alkil (C_1-C_{12})-isocianato tomado entre el grupo que consta de metil-isocianato, etil-isocianato, n-propil-isocianato, isopropil-isocianato, n-, i-, sec.- o terc.-butil-isocianato, pentil-isocianato, hexil-isocianato, heptil-isocianato, ciclohexil-isocianato, particularmente n-butyl-isocianato o ciclohexil-isocianato, con o preferiblemente sin la adición de una base amónica o de otra base como co-catalizador, particularmente la reacción comienza mediando disposición previa de una cierta cantidad del sulfonyl-isocianato de la fórmula (IV),

(c) el compuesto (IV) obtenido se hace reaccionar, con o sin aislamiento intermedio, en el seno de un disolvente orgánico, con una amina de la fórmula (V)



en la que R^1 , R^2 , Y y Z están definidos como en la fórmula (I),

30

para formar la sulfonyl-urea de la fórmula (I) o sus sales,

preferiblemente

(c1) la reacción se lleva a cabo en el seno de una mezcla de disolventes

constituida por un hidrocarburo aromático eventualmente halogenado con un punto de ebullición de más que 110°C y por un disolvente aprótico polar, preferiblemente una mezcla de xileno y éster etílico de ácido acético o una mezcla de xileno u acetonitrilo,

5

llevándose a cabo en el procedimiento por lo menos una de las etapas parciales preferidas (a1), (b1) y (c1).

10 Son objeto del invento también las etapas parciales (a1) y (c1) del procedimiento conformes al invento así como la etapa parcial (b1) para el caso de que X⁺ sea = halógeno, preferiblemente yodo, y su modo de procedimiento combinado en varias etapas o correspondientes procedimientos de un solo recipiente (es decir, sin aislamiento de los productos intermedios).

15 En las definiciones de las fórmulas (I) hasta (V) y en todas las subsiguientes fórmulas, los radicales alquilo, alcoxi, halo-alquilo, halo-alcoxi, alquil-amino y alquil-tio así como los correspondientes radicales insaturados y/o sustituidos pueden ser en cada caso lineales o ramificados en el entramado de carbonos.

Cuando no se indica de modo especial, en estos radicales son preferidos los entramados de carbonos inferiores, p.ej. con 1 a 6 átomos de C, particularmente con 20 1 a 4 átomos de C o, en el caso de grupos insaturados, con 2 a 6 átomos de C, particularmente con 2 a 4 átomos de C. Los radicales alquilo, también en los significados compuestos tales como alcoxi, halo-alquilo, etc., significan p.ej. metilo, etilo, n- ó i-propilo, n-, i-, t- ó 2-butilo, pentilos, hexilos, tales como n-hexilo, i-hexilo, 1,3-dimetil-butilo, heptilos, tales como n-heptilo, 1-metil-hexilo y 1,4-dimetil-pentilo; 25 los radicales alquenilo y alquinilo tienen los significados de los radicales insaturados posibles que corresponden a los radicales alquilo, estando contenidos por lo menos un enlace doble o un enlace triple, preferiblemente un enlace doble o un enlace triple. Alquenilo significa p.ej. alilo, 1-metil-prop-2-en-1-ilo, 2-metil-prop-2-en-1-ilo, but-2-en-1-ilo, but-3-en-1-ilo, 1-metil-but-3-en-1-ilo y 1-metil-but-2-en-1-ilo; alquinilo significa 30 p.ej. propargilo, but-2-in-1-ilo, but-3-in-1-ilo y 1-metil-but-3-in-1-ilo.

Cicloalquilo significa un sistema anular saturado carbocíclico, preferiblemente con 3-8 átomos de C, más preferiblemente de 3 a 6 átomos de C, p.ej. ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo o ciclohexilo.

Halógeno significa por ejemplo fluoro, cloro, bromo o yodo. En las definiciones

de radicales se designa por "halógeno" a un radical de halógeno, es decir a un átomo de halógeno. Halo-alquilo, -alquenilo y -alquinilo significan respectivamente alquilo, alquenilo y alquinilo parcial o totalmente sustituido con halógeno, preferiblemente con fluoro, cloro y/o bromo, particularmente con fluoro o cloro, p.ej. monohalo-alquilo
 5 (=monohalógeno-alquilo), perhalo-alquilo, CF_3 , CHF_2 , CH_2F , CF_3CF_2 , CH_2FCHCl , CCl_3 , CHCl_2 , $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$; halo-alcoxi es p.ej. OCF_3 , OCHF_2 , OCH_2F , $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{O}$, OCH_2CF_3 y $\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$; lo correspondiente es válido para halo-alquenilo y otros radicales sustituidos con halógeno.

Arilo significa un sistema aromático carbocíclico, por ejemplo un sistema
 10 aromático mono-, bi- o poli-cíclico, por ejemplo fenilo, naftilo, tetrahidronaftilo, indenilo, indanilo, pentalenilo, fluorenilo y radicales similares, preferiblemente fenilo.

Un radical hidrocarbilo [véase p.ej. la definición de R' en la etapa (b1)]
 contiene exclusivamente átomos de C y átomos de H, y puede ser lineal, ramificado
 o cíclico, saturado, insaturado o aromático, o puede contener una combinación de
 15 radicales hidrocarbilo iguales a o diferentes de los mencionados más arriba. Por ejemplo, por el concepto de "radical hidrocarbilo" están abarcados los radicales alquilo, alquenilo, alquinilo, cicloalquilo, cicloalquenilo, cicloalquil-alquilo, cicloalquenil-alquilo, arilo tal como fenilo o naftilo, bencilo, fenetilo, etc. Un radical hidrocarbilo contiene preferiblemente de 1 a 30 átomos de C, particularmente de 1 a 24 átomos
 20 de C, siempre y cuando que no se defina otra cosa distinta.

Cuando una estructura fundamental está sustituida "con uno o varios radicales" tomados entre una enumeración de radicales (= grupo) o de un grupo de radicales que se define genéricamente, esto incluye en cada caso la sustitución simultánea con varios radicales iguales y/o estructuralmente diferentes.

Los radicales sustituidos, tales como un radical hidrocarbilo sustituido, p.ej.
 25 un radical alquilo, alquenilo, alquinilo, arilo, fenilo o bencilo sustituido, significan por ejemplo un radical sustituido que se deriva de la estructura fundamental sin sustituir, significando los sustituyentes por ejemplo uno o varios, preferiblemente 1, 2 ó 3, radicales tomados entre el grupo formado por halógeno, alcoxi, alquil-tio, hidroxilo, amino, nitro, carboxi, ciano, azido, alcoxi-carbonilo, alquil-carbonilo, formilo, carbamilo, mono- y di-alquil-amino-carbonilo, amino sustituido, tal como acil-amino, mono- y di-alquil-amino, alquil-sulfinilo y alquil-sulfonilo y, en el caso de radicales
 30 cíclicos, también alquilo, halo-alquilo, alquil-tio-alquilo, alcoxi-alquilo, mono- y di-(alquil-amino-alquilo) eventualmente sustituido e hidroxil-alquilo.

- 11 -

Son preferidos los sustituyentes tomados entre el grupo formado por halógeno, alcoxi, alquil-tio, hidroxí, amino, nitro, ciano, mono- y di-alquil-amino; en el caso de radicales cíclicos, también alquilo y halo-alquilo; en el concepto de "radicales sustituidos" tales como radicales hidrocarbilo sustituidos, por ejemplo alquilo sustituido, etc., están incluidos como sustituyentes, además de los mencionados radicales saturados que contienen hidrocarbilo, los correspondientes radicales alifáticos insaturados y aromáticos, tales como alquenilo, alquinilo, alquenil-oxi, alquinil-oxi, fenilo, fenoxi, etc., eventualmente sustituido. En el caso de radicales cíclicos sustituidos con porciones alifáticas en el anillo, también están abarcados los sistemas cíclicos con los sustituyentes, que están unidos al anillo con un enlace doble, p.ej. los que están sustituidos con un grupo alquilideno tal como metilideno o etilideno.

Los sustituyentes mencionados a modo de ejemplo ("primer plano de sustituyentes"), siempre y cuando que contengan porciones con contenido de hidrocarbilo, pueden estar sustituidos allí eventualmente de un modo adicional ("segundo plano de sustituyentes"), por ejemplo con uno de los sustituyentes, como los que se han definido para el primer plano de sustituyentes. Son posibles otros "planos de sustituyentes" adicionales correspondientes. Preferiblemente, por el concepto de "radical sustituido" se abarca(n) solamente uno o dos planos de sustituyentes. En el caso de los sustituyentes mencionados, son preferidos en cada caso los números de los átomos de C, tal como se han mencionado como preferidos más arriba para radicales con porciones de hidrocarbilo.

Los compuestos de la fórmula (II) son conocidos o se pueden preparar de acuerdo con métodos conocidos. A este respecto, se hace referencia particularmente al contenido de las publicaciones EP-A-007687 y WO-A-92/13845 y a la bibliografía allí citada. El contenido del documento WO-A-92/13845, por lo demás, en lo que se refiere a las prescripciones de procedimientos y a los compuestos preferidos de la fórmula (I) allí mencionados y a sus productos precursores, debe de ser una parte constituyente de la presente memoria descriptiva y del invento.

Son especialmente preferidos para el procedimiento de preparación los compuestos de la fórmula (II) en los que significan: Q = un átomo de oxígeno, X* = hidrógeno o halógeno, preferiblemente yodo, R = alquilo (C₁-C₄); alquenilo (C₂-C₄); alquinilo (C₂-C₄); halo-alquilo (C₁-C₄) o alcoxi (C₁-C₄)-alquilo (C₁-C₄), preferiblemente metilo o etilo, particularmente metilo, y Hal = cloro.

La amonólisis del sulfo-cloruro (II) se puede llevar a cabo de acuerdo con los métodos usuales para las amonólisis, por ejemplo como se han descrito en los manuales de la química o en el documento WO-A-92/13845. Un método usual implica la utilización de amoníaco gaseoso, que se introduce en una solución del sulfo-cloruro (II) en un disolvente orgánico. Como disolventes orgánicos se adecuan por ejemplo disolventes apróticos polares tales como THF o acetona. La reacción se consigue por regla general ya a la temperatura ambiente. Para el tratamiento, el cloruro de amonio resultante debe de ser separado con respecto del producto, lo cual es posible de modos diferentes y habituales para un experto en la materia.

El procedimiento para la amonólisis que se describe en el documento WO-A-92/13845 utiliza THF como disolvente único. El procedimiento no se puede llevar a cabo satisfactoriamente ni en el caso de cantidades elevadas de la tanda ni a escala técnica. Así, en tales casos se alcanzan por regla general rendimientos de menos que 80 % de los teóricos, lo cual ha de ser atribuido sobre todo a la formación de productos secundarios, p.ej. de (derivados de) sacarina, por una reacción intramolecular.

Un objeto del invento consiste en un procedimiento mejorado para la amonólisis, especialmente en el procedimiento conforme a la variante (a1) preferida que se ha mencionado. Conforme al invento, la reacción se lleva a cabo en el seno de una mezcla de disolventes constituida por el disolvente (1) y el disolvente (2) en la relación en peso del disolvente (1) al disolvente (2) de 20:1 a 1:1, preferiblemente de 10:1 a 1,4:1. Esto corresponde a una mezcla a base de un hidrocarburo aromático eventualmente halogenado, al que se le ha añadido de 5 a 100 % en peso, con preferencia de 10 - 71 por ciento en peso del disolvente polar (2). Conforme al invento, se prefiere también el procedimiento en el que la tanda de reacción comienza al principio con un disolvente (1) o (2) o con una mezcla de disolventes, en la que la proporción del disolvente (1) o (2) está situada fuera de la relación en peso conforme al invento, siempre y cuando que la adición del disolvente apolar o polar en el transcurso de la reacción proporcione una relación cuantitativa conforme al invento.

Se prefiere especialmente xileno como disolvente (1). Son preferidos como disolventes polares (2) acetonitrilo, éster etílico de ácido acético, éster isopropílico de ácido acético, ésteres de ácido propiónico, éster n-butilico de ácido acético, tetrahidrofurano, 1,2-dimetoxi-etano (DME), dimetil-formamida, metil-etil-cetona, metil-isobutil-cetona y mezclas de dos o más de los disolventes polares, particular-

mente acetonitrilo, o éster etílico de ácido acético.

El compuesto (II) se puede en tal caso disponer previamente por ejemplo en la mezcla de los disolventes (1) y (2) y se puede aportar amoníaco en forma de una solución o de un gas. Alternativamente, el compuesto (II) se puede disponer
5 previamente en un disolvente (1) y se puede añadir amoníaco en forma de una solución en el disolvente (2). Además se puede disponer previamente amoníaco en solución y añadir una solución del compuesto (II). Es conveniente en tal caso tanto una adición continua de uno de los componentes de la reacción, como una adición en porciones. Asimismo, ambos componentes de la reacción se pueden añadir al
10 recipiente de reacción paralelamente en régimen continuo o en porciones.

Preferiblemente, la reacción se lleva a cabo mediando adición de una solución del compuesto (II) en el disolvente (1), o en una mezcla de disolventes constituida por los disolventes (1) y (2), a la solución concentrada o saturada de amoníaco en el disolvente (2). De modo particularmente preferido, en este caso el consumo de
15 amoníaco se compensa durante la reacción por introducción de amoníaco gaseoso, de modo tal que la solución de reacción está siempre saturada o muy concentrada con amoníaco.

La temperatura de reacción para la amonólisis está situada por ejemplo en el margen desde -20°C hasta el punto de ebullición del respectivo disolvente o de la
20 respectiva mezcla de disolventes, preferiblemente en el margen de 0°C a +80°C, particularmente en el margen de 20°C a 60°C.

La reacción se puede llevar a cabo a presión normal, pero también con depresión o sobrepresión.

El compuesto (III) (fenil-sulfonamida), obtenido después de la amonólisis, se
25 puede hacer reaccionar, con o sin aislamiento intermedio, con fosgeno para formar el fenil-sulfonil-isocianato de la fórmula (IV). Para las condiciones de la reacción entran en consideración las condiciones que son usuales para la preparación de sulfonil-isocianatos a partir de sulfonamidas. Por ejemplo, el tratamiento consecutivo mencionado al comienzo, conocido por el documento WO-A-92/13845, de la fenil-sulfonamida con cloruro de tionilo y fosgeno en presencia de cantidades catalíticas
30 de una base tal como piridina.

Alternativamente, de acuerdo con un modo de procedimiento conocido, la fenil-sulfonamida se puede hacer reaccionar con un alquil-isocianato en presencia de una base orgánica impedida estéricamente tal como 1,8-diaza-biciclo[5.4.0]undec-7-

eno (DBU), 1,4-diaza-biciclo[2.2.2]octano (DABCO) o 1,5-diaza-biciclo[4.3.0]non-5-eno (DBN) en calidad de catalizadores, para formar una N-alkil-N'-(fenil-sulfonyl)-urea, que luego reacciona con fosgeno para formar el fenil-sulfonyl-isocianato sustituido; compárese el documento WO-A-92/13845, Ejemplo 12. La reacción directa análoga
5 según el procedimiento de un solo recipiente se ha descrito en el documento EP-A-0030138.

Para la preparación de los fenil-sulfonyl-isocianatos de la fórmula (IV), en la que X* significa = halógeno, preferiblemente yodo, con preferencia de los compuestos (IV) en los que el grupo -CO-Q-R está situado en posición orto con relación al grupo
10 de sulfonyl-isocianato, y dentro de éstos particularmente aquéllos en los que el grupo X* = halógeno está situado en posición para con relación al grupo -CO-Q-R, las mencionadas alternativas de procedimiento conocidas no proporcionan sin embargo por regla general ni los rendimientos ni las purezas que se desean.

Conforme al invento, se pueden evitar las desventajas de los métodos
15 conocidos mencionados en el caso de la preparación de los compuestos (IV) preferidos, si las fenil-sulfonamidas correspondientemente sustituidas de la fórmula (III) se hacen reaccionar, según el modo de procedimiento (b1) preferido, con fosgeno en el seno de un disolvente orgánico en presencia de un isocianato de la mencionada fórmula R'-NCO como catalizador, con o preferiblemente sin la adición de una base
20 amínica o de otra base distinta como co-catalizador, para formar los correspondientes sulfonyl-isocianatos de la fórmula (IV).

En tal caso, es preferido el procedimiento en el que no se añaden bases amínicas impedidas estéricamente, puesto que en caso contrario las bases amínicas se deben de eliminar con un esfuerzo y un gasto especiales a partir del producto.

25 Como disolventes orgánicos se adecuan para la fosgenación por ejemplo disolventes orgánicos apróticos, que son inertes en las condiciones de la reacción, preferiblemente

- un hidrocarburo aromático eventualmente halogenado, por ejemplo tolueno, xileno, mesitileno, cloro-benceno, cloro-tolueno o dicloro-benceno,
- 30 - un disolvente aprótico polar tomado entre el grupo de los ésteres alquílicos de ácidos alcano-carboxílicos, preferiblemente entre el grupo de los ésteres alquílicos (C₁-C₆) de ácidos alcano (C₁-C₂)-carboxílicos, tales como éster etílico de ácido acético, éster isopropílico de ácido acético, éster n-butílico de ácido acético, éster n-pentílico de ácido acético y otros ésteres alquílicos de ácido

acético,

y mezclas de dos o más de los disolventes mencionados.

Preferiblemente, en las etapas (a) y (b) del procedimiento global se utilizan los mismos disolventes o las mismas mezclas de disolventes.

5 La relación cuantitativa del isocianato de la fórmula $R'-NCO$ al compuesto de la fórmula (III) se puede hacer variar ampliamente. Son convenientes de 5 a 100 por ciento en moles, preferiblemente de 10 a 50 por ciento en moles de isocianato de la fórmula $R'-NCO$, referidos a la sulfonamida de la fórmula (III), que se emplea.

 Por regla general, la reacción comienza al principio de un modo retardado.
10 Sorprendentemente, se encontró que la velocidad de reacción se puede aumentar esencialmente al comienzo, si como carga previa se emplea una cierta cantidad de un sulfonyl-isocianato, preferiblemente una cantidad catalítica del sulfonyl-isocianato de la fórmula (IV), que también se tiene que preparar. La cantidad conveniente se puede
15 determinar en experimentos previos. Por regla general es suficiente de 5 a 20 por ciento en moles del compuesto (IV) como carga previa, referido a la cantidad de sulfonamida (III), a fin de evitar ampliamente un comienzo retrasado de la reacción.

 Para la fosgenación, se puede por ejemplo disponer previamente el compuesto (III) en un disolvente orgánico juntamente con el isocianato de la fórmula $R'-NCO$ e introducir fosgeno. Alternativamente, se puede disponer previamente el isocianato en
20 un disolvente orgánico e introducir fosgeno así como simultáneamente añadir la sulfonamida de la fórmula (III) en régimen continuo o en porciones. En el caso del procedimiento mencionado en último termino, la concentración de la sulfonamida durante la reacción es relativamente pequeña, lo cual reduce la proporción de productos secundarios. Es preferido el modo de procedimiento con disposición previa
25 del isocianato de la fórmula $R'-NCO$ y de una parte del sulfonyl-isocianato (IV) en un disolvente orgánico y con introducción subsiguiente de fosgeno.

 La temperatura de reacción para la fosgenación está situada por ejemplo en el margen de $50^{\circ}C$ hasta el punto de ebullición del respectivo disolvente, preferiblemente en el margen de $100^{\circ}C$ hasta el punto de ebullición del respectivo disolvente,
30 particularmente de $100^{\circ}C$ a $180^{\circ}C$, muy especialmente de 120 a $140^{\circ}C$.

 La reacción se puede llevar a cabo a presión normal, depresión o sobrepresión. Es conveniente una presión parcial de fosgeno comprendida en el margen de 0,2 a 20 bares, preferiblemente de 1 a 6 bares.

 Con el fin de conseguir un grado de conversión del compuesto (III) lo mejor

que sea posible, se emplea fosgeno preferiblemente en una cantidad de 1 a 4 moles, especialmente de 1 a 2,5 moles, por cada mol del compuesto de la fórmula (III). En tal caso, durante la reacción se emplea preferiblemente siempre un exceso de fosgeno. El contenido de fosgeno en la mezcla de reacción asciende preferiblemente a 2 por ciento en peso, particularmente a más de 5 por ciento en peso, en la mezcla de reacción.

Para el tratamiento de la mezcla de reacción, el producto (IV) se puede aislar de acuerdo con métodos usuales o por el contrario, preferiblemente, la mezcla de reacción, después de haber eliminado el exceso de fosgeno y del isocianato de la fórmula $R'-NCO$, se puede emplear directamente para la reacción con el fin de formar el compuesto (I) (reacción de acoplamiento). Una ventaja del procedimiento conforme al invento consiste en la posibilidad de un tratamiento técnicamente sencillo, es decir que mediante destilación de una parte del disolvente, eventualmente bajo presión reducida, se pueden eliminar simultáneamente el exceso de fosgeno y del isocianato de la fórmula $R'-NCO$.

Con la fosgenación (b1) conforme al invento se alcanzan por regla general unos rendimientos superiores a un 90 % del teórico del compuesto (IV), y ello sorprendentemente también para la fosgenación de compuestos (III) con radicales estéricamente exigentes ($X^* =$ cloro, bromo, yodo), que tienen tendencia a reacciones secundarias. Los compuestos (IV) se pueden preparar de acuerdo con el procedimiento preferido, sin tener que emplear como catalizador una base amínica. Las purezas son suficientemente altas para un tratamiento ulterior. Se puede prescindir de una eliminación de catalizador o de correspondientes sales así como de su tratamiento. Los disolventes empleados se pueden separar de una manera técnicamente sencilla y utilizar de nuevo para tandas ulteriores. El procedimiento es ventajoso desde puntos de vista económicos y ecológicos a causa de las mencionadas características.

La fosgenación conforme al invento es también un modo de procedimiento preferido para la preparación de compuestos de la fórmula (IV), en la que X^* tiene un significado distinto del de halógeno.

El compuesto (IV) obtenido después de la etapa (b) se puede hacer reaccionar, con o sin aislamiento intermedio, en el seno de un disolvente orgánico, con una amina de la mencionada fórmula (V) para formar la sulfonil-urea de la fórmula (I) o sus sales.

De modo clásico, las reacciones de fenil-sulfonil-isocianatos con amino-

pirimidinas o amino-triazinas se efectúan en el seno de un disolvente orgánico. Como disolventes se recomiendan en tales casos por regla general disolventes apróticos polares tales como THF y acetonitrilo (véase p.ej. el documento EP-A-0030138, páginas 14-15). Sin embargo, las reacciones con compuestos de la fórmula (IV) y aminas de la fórmula (V) no son con frecuencia satisfactorias en lo referente a las velocidades de reacción conseguidas, a los rendimientos y a las purzas. Se pueden conseguir aumentos del rendimiento y una disminución de los períodos de tiempo de reacción por medio de adición de catalizadores tales como bases amínicas impedidas estéricamente, las cuales sin embargo tienen que ser separadas de nuevo después de la reacción (véanse las citas bibliográficas citadas al comienzo de esta memoria).

Conforme al invento, se pueden evitar las desventajas mencionadas, si la reacción se lleva a cabo en el seno de una mezcla de disolventes constituida por un hidrocarburo aromático eventualmente halogenado con un punto de ebullición de más que 110°C, preferiblemente de 120-200°C, particularmente de 130 a 180°C, y por un disolvente aprótico apolar, estando la relación en peso del disolvente apolar al disolvente polar situada preferiblemente en el margen de 20:1 a 1:10, particularmente de 10:1 a 1:5, y muy especialmente de 5:1 a 1:1.

Como disolventes comparativamente apolares se adecuan tolueno, xileno, cloro-benceno o dicloro-benceno, o sus mezclas, preferiblemente o-, m- o p-xileno o el xileno técnico usual (mezcla técnica de los xilenos).

Como disolventes apróticos polares son apropiados preferiblemente los disolventes polares mencionados para la etapa (a) del procedimiento, especialmente los ésteres alquílicos de ácido acético o acetonitrilo. Son preferidas las mezclas de xileno y éster etílico de ácido acético o de xileno y acetonitrilo.

La reacción se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura comprendida en el margen de 0 a 100°C, preferiblemente de 20 a 80°C, particularmente de 40 a 70°C.

Referido a un mol del sulfonil-isocianato de la fórmula (IV) se emplean preferiblemente de 1 a 1,2 moles, particularmente de 1 a 1,1 moles, muy particularmente de 1 a 1,05 moles de la amina de la fórmula (V).

El procedimiento según la variante (c1), preferido conforme al invento, hace posible el empleo de cantidades equivalentes o de cantidades casi equivalentes de los compuestos (IV) y (V). En el caso de otra elección de los disolventes, por ejemplo en el caso de utilización de un disolvente, en lugar de la mezcla de disolventes que se

ha de utilizar conforme al invento, no se consigue por regla general ninguna conversión completa, o para tal conversión total del compuesto (IV) se tiene que emplear un mayor exceso del compuesto (V). Además, con solamente un disolvente la velocidad de reacción es con frecuencia insatisfactoriamente baja. El modo de procedimiento conforme al invento proporciona por el contrario la mayor parte de las veces un producto con rendimiento y pureza sobresalientes.

El tratamiento de la mezcla de reacción procedente del acoplamiento se puede efectuar de acuerdo con métodos usuales, pudiendo ser aisladas las sulfonil-ureas de la fórmula (II) o bien como compuestos que no son sales o - después de la reacción con bases - como sales.

Se prefiere especialmente el procedimiento en el que las etapas (a1), (b1) y (c1) preferidas se llevan a cabo de un modo combinado. En el caso de utilizarse las mismas mezclas de disolventes, son posibles en tal caso también reacciones de un sólo recipiente.

En los siguientes Ejemplos, los datos cuantitativos se refieren al peso, siempre y cuando que no se indiquen especialmente otras definiciones.

Ejemplo 1a

Éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico

A una solución de 73 g del éster metílico de ácido 2-(cloro-sulfonil)-4-yodo-benzoico (al 98,7 %) en 189 g de xileno y 150 g de acetonitrilo se introducen en forma de gas en el transcurso de 1 hora a 18 - 22°C en total 9,1 g de amoníaco. A continuación, se conduce nitrógeno a través de la suspensión durante 1 hora mediando agitación. El amoníaco restante se elimina mediante separación por destilación de una poca cantidad de disolvente en vacío. Se calienta a reflujo, se filtra en caliente y el residuo se extrae por ebullición hasta agotamiento con acetonitrilo de nueva aportación. Los materiales filtrados reunidos se concentran por destilación y el residuo se filtra en frío. Se obtienen 66,8 g de agujas de color blanco del éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico.

30

Ejemplo 1b (Ejemplo comparativo)

Si la reacción conforme al Ejemplo 1a se lleva a cabo en xileno puro, en lugar de una mezcla de xileno y acetonitrilo, después de un período de tiempo de reacción de 6 horas y en condiciones por lo demás idénticas, se obtiene un rendimiento de

56,6 g del éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico con una pureza de solamente 83,3 % (rendimiento 69,1 % del teórico).

Ejemplo 2a

5 Éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico

Una solución de 144,2 g del éster metílico de ácido 2-(cloro-sulfonil)-4-yodo-benzoico en 217,4 g de xileno y 150 g de acetato de etilo se añade dosificadamente mediando agitación en el transcurso de 4 horas a 35 hasta 37°C a una solución saturada de amoníaco en éster etílico de ácido acético (156,5 g). Simultáneamente,
10 se introducen en total 16,7 g de amoníaco con una velocidad igual a aquella con la que se consume el amoníaco. Se sigue agitando durante 1 hora, el amoníaco en exceso se elimina mediante separación por destilación en vacío, se calienta a reflujo y se filtra en caliente. La torta del filtro se extrae por ebullición hasta agotamiento con acetato de etilo hirviendo. Luego, el acetato de etilo se separa ampliamente por
15 destilación y la remanente suspensión del producto en xileno se enfría a 20°C. Después de filtración y desecación en vacío, se obtienen 132,2 g del éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico (pureza 99,3 %).

Ejemplo 2b (Ejemplo comparativo)

20 Si la reacción según el Ejemplo 2a se lleva a cabo en el seno de una mezcla de xileno y metanol (4:1), en condiciones por lo demás idénticas se produce después del tratamiento un rendimiento de 118,8 g del éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico con una pureza de 71 % (rendimiento 62 % del teórico).

25 Ejemplo 3

Éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico

Se procede como en el Ejemplo 2a, pero en lugar de una solución del sulfo-cloruro en 217,4 g de xileno y 150 g del éster etílico de ácido acético se emplea una solución del sulfo-cloruro en 300 g de xileno y 75 g del éster etílico de ácido acético.
30 En tal caso, se obtienen 130 g del éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico (pureza 99 %).

Ejemplo 4

Éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico

Se procede igual que en el Ejemplo 2a, pero en lugar de una solución del sulfo-cloruro en 217,4 g de xileno y 150 g de éster etílico de ácido acético se emplea una solución del sulfo-cloruro en 300 g de xileno y 75 g de acetonitrilo. De este modo se obtienen 131 g del éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico (pureza 99 %)

Ejemplo 5a

Éster metílico de ácido 4-yodo-2-(isocianato-sulfonil)-benzoico

150 ml de xileno seco y 6,84 ml de n-butil-isocianato se calientan a 126-128°C bajo un gas protector a base de nitrógeno. Después de ello se aporta en primer lugar fosgeno (en total 50 g) por encima de la superficie. La corriente de fosgeno se regula de manera tal que la temperatura de la mezcla de reacción permanezca en 126-128°C. Eventualmente, se reduce o interrumpe la adición dosificada del fosgeno. El fosgeno que se desprende a partir de la mezcla de reacción es condensado mediante un refrigerante enfriado a -20°C y es devuelto a la mezcla de reacción.

Durante la introducción del fosgeno, se añaden mediando agitación en porciones en el transcurso de 20 horas, 90 g del éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico en forma de una suspensión en 336 ml de xileno. Después de haber agitado durante otras 10 horas bajo una atmósfera saturada con fosgeno, se separan por destilación a la misma temperatura de reacción 300 ml de una mezcla de n-butil-isocianato y xileno bajo presión reducida (de 100 a 120 mbar, a 78 hasta 80°C), añadiéndose durante la destilación de nuevo 400 ml de xileno seco en tres porciones. El rendimiento del compuesto del título asciende a 92,8 % del teórico.

Ejemplo 5b (ejemplo comparativo)

Se repite el procedimiento según el Ejemplo 5a sin adición de un alquil-isocianato (p.ej. butil-isocianato), pero en tal caso no tiene lugar ninguna conversión del éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico añadido.

Ejemplo 6a

Éster metílico de ácido 4-yodo-2-(isocianato-sulfonil)-benzoico (en el caso de utilizarse una carga previa)

A una solución del éster metílico de ácido 4-yodo-2-(isocianato-sulfonil)-benzoico (19,7 g en forma de una solución al 14,8 % en xileno) se añaden bajo un gas protector a base de nitrógeno, 3,73 ml de n-butil-isocianato y 260 ml de xileno. La mezcla se calienta a 126 - 128°C mediando agitación, y se añade fosgeno por encima de la superficie. La corriente de fosgeno se regula de manera tal que la temperatura de la mezcla de reacción permanezca en 126 - 128°C. Eventualmente, se reduce o interrumpe la adición dosificada de fosgeno. El fosgeno que se desprende desde la mezcla de reacción es condensado mediante un refrigerante enfriado a -20°C y devuelto a la mezcla de reacción. Al mismo tiempo, se añaden en porciones, mediando agitación en el transcurso de 10 horas, 90 g del éster metílico de ácido 2-(amido-sulfonil)-4-yodo-benzoico en forma de una suspensión en 216 ml de xileno. Después de otras 10 horas más mediando agitación en una atmósfera saturada con fosgeno a igualdad de temperatura de la reacción se separan por destilación 300 ml de una mezcla de n-butil-isocianato y xileno bajo presión reducida, aportándose de nuevo durante la destilación 433 ml de xileno seco. El rendimiento del compuesto del título es de 94,8 % del teórico.

20

Ejemplo 6b (ejemplo comparativo)

El procedimiento según el Ejemplo 6a se repite de modo correspondiente, sin disponer previamente una solución del éster metílico de ácido 4-yodo-2-(isocianato-sulfonil)-benzoico. Después de un período de tiempo de reacción de 20 horas, la reacción es todavía incompleta y el rendimiento del éster metílico de ácido 4-yodo-2-(isocianato-sulfonil)-benzoico asciende a 86 % del teórico.

25

Ejemplo 7a (acoplamiento)

Éster metílico de ácido 4-yodo-2-{N-[N-(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)-amino-carbonil]-amino-sulfonil}-benzoico

30

A la suspensión de 84,5 g de 2-amino-4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazina en 670 g de acetato de etilo se le añade, bajo un gas protector en el transcurso de 4 horas, una solución al 14,5 % (1.465 g) del éster metílico de ácido 4-yodo-2-(isocianato-sulfonil)-benzoico en xileno con una velocidad constante a 50°C. Después de haberse

- 22 -

terminado la adición, se agita durante aproximadamente 4 horas a la misma temperatura, antes de que el acetato de etilo sea separado por destilación en vacío (80 - 80 mbar, $T = 50^{\circ}\text{C}$). La suspensión remanente se filtra con succión, el material sólido se lava varias veces con ácido clorhídrico diluido y se seca; eventualmente, al
5 ácido clorhídrico se le puede añadir acetona. Se obtienen 297 g (contenido > 98 %) del compuesto del título; rendimiento 99,2 % del teórico)

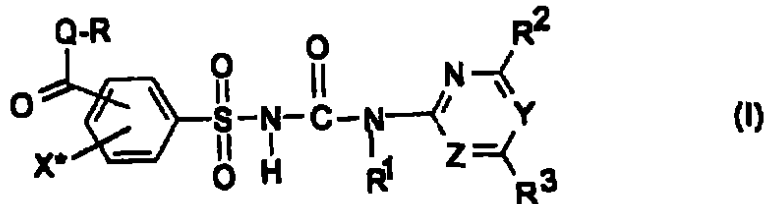
Ejemplo 7b (Ejemplo comparativo)

El procedimiento según el Ejemplo 7a se repite de modo correspondiente, con
10 xileno puro como disolvente. Después de 24 horas, la reacción es todavía incompleta. El compuesto del título se obtiene con un rendimiento de 81 % del teórico y con una pureza de 89 %.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la preparación del compuesto de la fórmula (I) y de sus sales,

5



10

en la que

Q significa oxígeno, azufre o -N(R⁴)-,

X* significa hidrógeno, halógeno, ciano, nitro, alquilo (C₁-C₃) o metoxi,

Y, Z independientemente uno de otro, significan CH ó N, no siendo Y y Z simultáneamente CH,

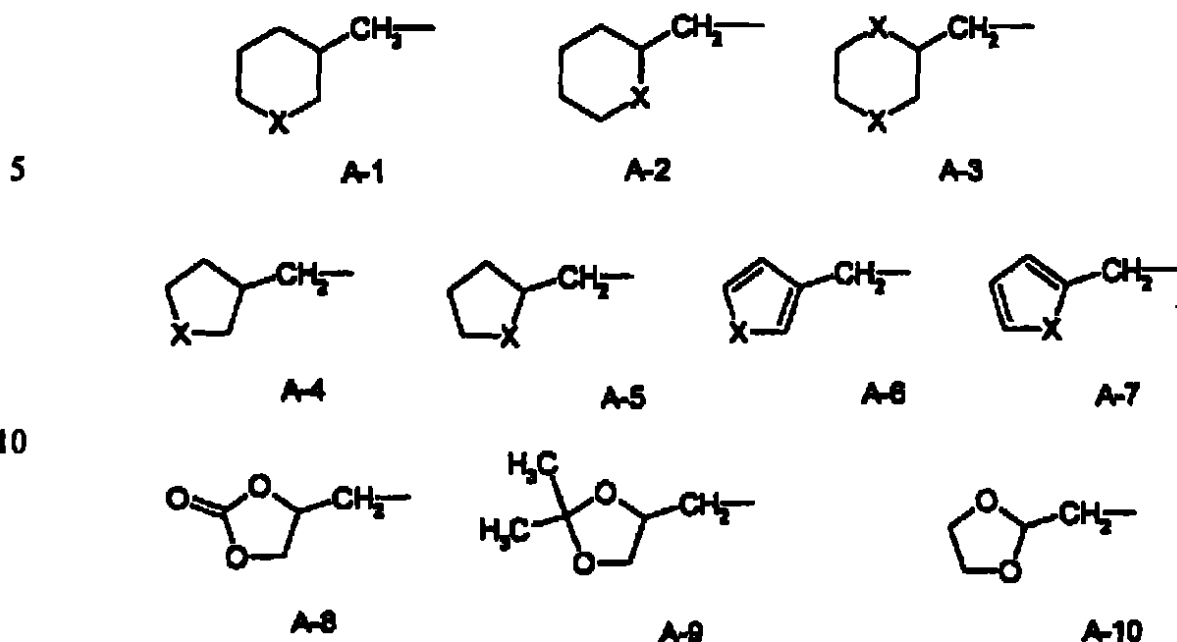
15

R significa hidrógeno, alquilo (C₁-C₁₂); alqueno (C₂-C₁₀); alquino (C₂-C₁₀); alquilo (C₁-C₈), que está sustituido de una a cuatro veces con radicales tomados entre el grupo formado por halógeno, alcoxi (C₁-C₄), alquil (C₁-C₄)-tio, CN, [alcoxi (C₁-C₄)]-carbonilo y alqueno (C₂-C₈); o cicloalquilo (C₃-C₈), que está sin sustituir o sustituido con radicales tomados entre el grupo formado por alquilo (C₁-C₄), alcoxi (C₁-C₄), alquil (C₁-C₄)-tio y halógeno; cicloalqueno (C₅-C₈); fenil-alquilo (C₁-C₄), que en el radical fenilo está sin

20

sustituir o sustituido con uno o varios radicales tomados entre el grupo formado por halógeno, alquilo (C₁-C₄), alcoxi (C₁-C₄), halo-alquilo (C₁-C₄), alquil (C₁-C₄)-tio, [alcoxi (C₁-C₄)]-carbonilo, [alquil (C₁-C₄)]-carbonil-oxi, carboxamido, [alquil (C₁-C₄)]-carbonil-amino, [alquil (C₁-C₄)]-amino-carbonilo, di-[alquil (C₁-C₄)]-amino-carbonilo y nitro; o un radical de las fórmulas A-1 hasta A-10

25



15

en las que

X significa O, S, S(O) ó SO₂;R¹ significa hidrógeno o alquilo (C₁-C₃);

20 R² significa hidrógeno, halógeno, alquilo (C₁-C₃) o alcoxi (C₁-C₃), estando cada uno de los dos radicales mencionados en último término sin sustituir o sustituido una vez o múltiples veces con halógeno o alcoxi (C₁-C₃);

25 R³ significa hidrógeno, halógeno, alquilo (C₁-C₃), alcoxi (C₁-C₃) o alquil (C₁-C₃)-tio, estando cada uno de los tres radicales mencionados en último término sin sustituir o sustituido una vez o múltiples veces con halógeno o una vez o dos veces con alcoxi (C₁-C₃) o alquil (C₁-C₃)-tio; o un radical de la fórmula NR⁵R⁶, cicloalquilo (C₃-C₆), alquenilo (C₂-C₄), alquinilo (C₂-C₄), alquenil (C₃-C₄)-oxi o alquinil (C₃-C₄)-oxi;

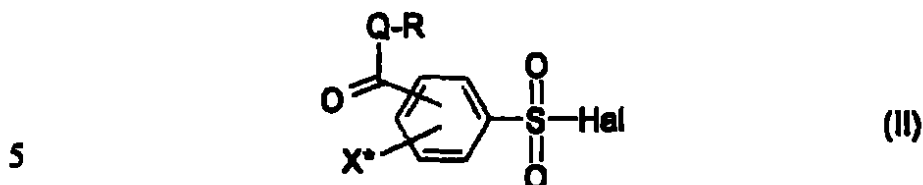
R⁴ significa hidrógeno, alquilo (C₁-C₄) o alcoxi (C₁-C₄), y

30 R⁵ y R⁶ independientemente uno de otro, significan hidrógeno, alquilo (C₁-C₄), alquenilo (C₃-C₄), halo-alquilo (C₁-C₄) o alcoxi (C₁-C₄),

caracterizado porque

- 25 -

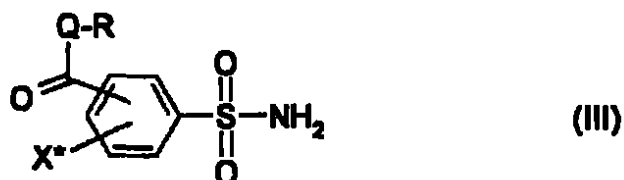
- a) se hace reaccionar un compuesto de la fórmula (II)



en la que Hal significa un átomo de halógeno y R, Q y X* están definidos como en la fórmula (I),

por amonólisis con amoníaco para formar el compuesto de la fórmula (III)

10



15

en la que R, Q y X* están definidos como en la fórmula (I),

o preferiblemente

(a1) el compuesto de la fórmula (II) se amonoliza para formar el compuesto de la fórmula (III) y en tal caso la reacción se lleva a cabo en el seno de una mezcla de disolventes orgánicos, que consta de

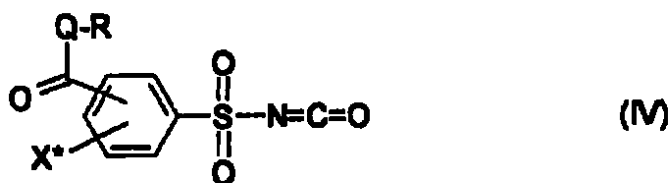
20

- (1) uno o varios hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados, [disolvente (1)] y
- (2) uno o varios disolventes apróticos polares [disolvente (2)], en la relación en peso del disolvente (1) al disolvente (2) de 20:1 a 1:1, preferiblemente de 10:1 a 1,4:1,

25

- (b) el compuesto (III) obtenido se hace reaccionar, con o sin aislamiento intermedio, con fosgeno para formar el fenil-sulfonil-isocianato de la fórmula (IV),

30



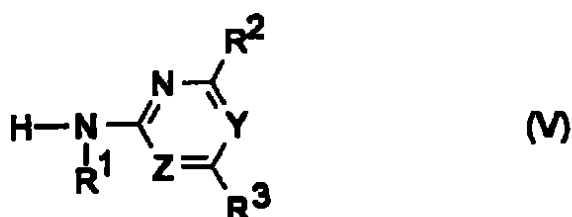
- 26 -

en la que R, Q y X* están definidos como en la fórmula (I),

o preferiblemente

(b1) en el caso de que X* sea = halógeno, el compuesto (III) obtenido se hace reaccionar, con o sin aislamiento intermedio, con fosgeno para formar el fenil-sulfonil-isocianato de la fórmula (IV) y en tal caso la reacción con fosgeno se lleva a cabo en el seno de un disolvente orgánico en presencia de un isocianato de la fórmula R'-NCO como catalizador, siendo R' un radical hidrocarbilo, que está sin sustituir o sustituido, o en presencia de una mezcla de varios de estos isocianatos como catalizador, con o sin adición de una base amínica,

(c) el compuesto (IV) obtenido se hace reaccionar, con o sin aislamiento intermedio, en el seno de un disolvente orgánico con una amina de la fórmula (V)



en la que R¹, R², Y y Z están definidos como en la fórmula (I),

para formar la sulfonil-urea de la fórmula (I) o sus sales,

o preferiblemente

(c1) el compuesto (IV) obtenido se hace reaccionar, con o sin aislamiento intermedio, en el seno de un disolvente orgánico con una amina de la fórmula (V) para formar el compuesto de la fórmula (I) o sus sales, y en tal caso la reacción se lleva a cabo en el seno de una mezcla de disolventes constituida por un hidrocarburo aromático eventualmente halogenado con un punto de ebullición de más que 110°C y por un disolvente aprótico polar,

llevándose a cabo en el procedimiento por lo menos una de las etapas parciales preferidas (a1) y (c1).

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en la fórmula (I) o en sus sales,

- Q significa un átomo de oxígeno,
 X* significa un átomo de hidrógeno o un átomo de halógeno,
 5 R significa alquilo (C₁-C₄); alquenilo (C₂-C₄); alquinilo (C₂-C₄); halo-alquilo (C₁-C₄) o alcoxi (C₁-C₄)-alquilo (C₁-C₄),
 R¹ significa un átomo de hidrógeno,
 R² significa alquilo (C₁-C₄) o alcoxi (C₁-C₄),
 R³ significa alquilo (C₁-C₄) o alcoxi (C₁-C₄),
 10 Y significa un átomo de nitrógeno y
 Z significa un átomo de nitrógeno o un grupo de la fórmula CH.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque en la fórmula (I) o en sus sales

- X* significa un átomo de yodo,
 15 R significa metilo o etilo,
 R² significa metoxi,
 R³ significa metilo y
 Z significa un átomo de nitrógeno.

4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la reacción en la etapa (a1) se lleva a cabo en el seno de una mezcla de disolventes orgánicos, que consta de

- (1) uno o varios hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados, tomados entre el grupo formado por xileno, tolueno, cloro-benceno y dicloro-benceno, [disolvente(1)] y
 25 (2) uno o varios disolventes apróticos polares [disolvente (2)] tomados entre el grupo formado por nitrilos, ésteres, éteres, amidas, cetonas y mezclas de dos o más de los disolventes polares.

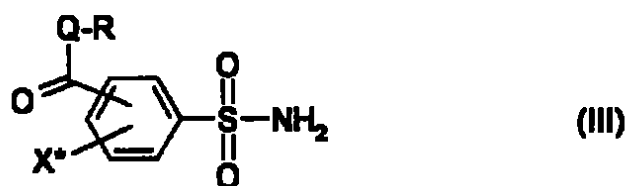
5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la reacción en la etapa (b1) se lleva a cabo en presencia de uno o varios isocianatos tomados entre el grupo de los N-alquil-isocianatos, N-cicloalquil-isocianatos y N-aril-isocianatos, en calidad de catalizador.
 30

6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la reacción en la etapa (b1) se lleva a cabo en presencia de n-butil-isocianato o ciclohexil-isocianato como catalizador.

7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la reacción en la etapa (c1) se lleva a cabo en el seno de una mezcla de xileno y éster etílico de ácido acético o en el de una mezcla de xileno y acetonitrilo.

8.- Procedimiento para la preparación de compuestos de la fórmula (III)

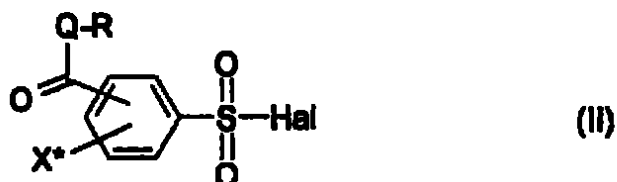
5



10

en la que R, Q y X* están definidos según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se hace reaccionar un compuesto de la fórmula (II)

15



20

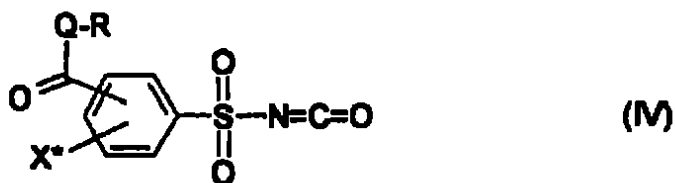
en la que Hal significa un átomo de halógeno y R, Q y X* están definidos como en la fórmula (I),

por amonólisis con amoníaco para formar el compuesto de la fórmula (III) y en tal caso la reacción se lleva a cabo en el seno de una mezcla de disolventes orgánicos que contiene

- (1) uno o varios hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados [disolvente (1)] y
 - (2) uno o varios disolventes apróticos polares [disolvente (2)],
- en la relación en peso del disolvente (1) al disolvente (2) de 20:1 a 1:1.

30

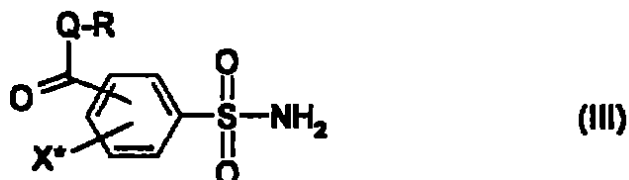
9.- Procedimiento para la preparación de compuestos de la fórmula (IV),



- 29 -

en la que R, Q y X* están definidos como en la fórmula (I) según una de las reivindicaciones 1 a 3 y X* significa halógeno, caracterizado porque se hace reaccionar un compuesto de la fórmula (III)

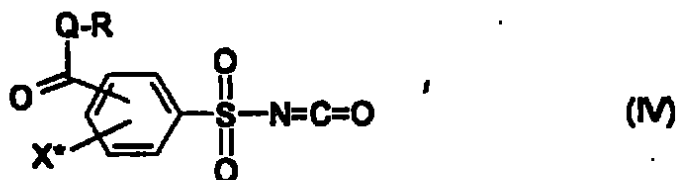
5



en la que R, Q y X* están definidos como en la fórmula (II), con fosgeno en el seno de un disolvente orgánico en presencia de uno o varios isocianatos de la fórmula R'-NCO como catalizador, siendo R' un radical hidrocarbilo, que está sin sustituir o sustituido, con o sin adición de una base amínica o de otra base distinta como co-catalizador, para formar el fenil-sulfonil-isocianato de la fórmula (IV).

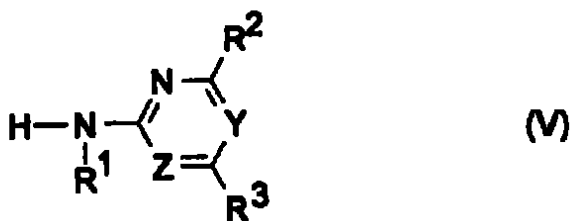
10.- Procedimiento para la preparación de compuestos de la fórmula (I) de o de sus sales, como se definen según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se hace reaccionar un compuesto de la fórmula (IV),

20



en la que R, Q y X* están definidos como en la fórmula (I), con una amina de la fórmula (V)

30



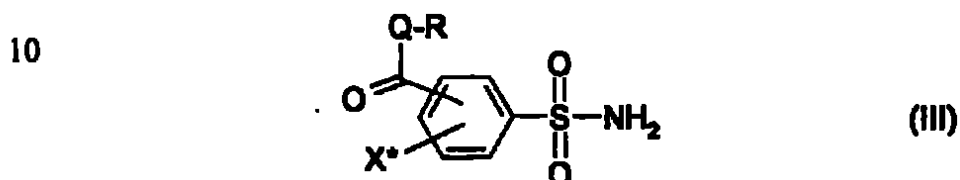
en la que R¹, R², Y y Z están definidos como en la fórmula (I),

- 30 -

en el seno de una mezcla de disolventes a base de un hidrocarburo aromático eventualmente halogenado con un punto de ebullición de más que 110°C y un disolvente aprótico polar, para formar la sulfonil-urea de la fórmula (I) o sus sales.

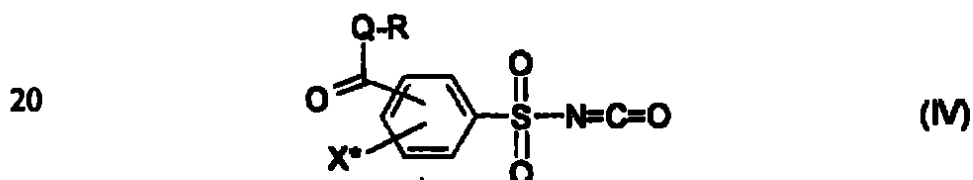
11.- Procedimiento para la preparación de compuestos de la fórmula (I) o de sus sales, como se definen según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque

(b) se hace reaccionar un compuesto de la fórmula (III)



15 en la que R, Q y X* están definidos como en la fórmula (I),

con fosgeno para formar el fenil-sulfonil-isocianato de la fórmula (IV),



25 en la que R, Q y X* están definidos como en la fórmula (I),

25

o preferiblemente

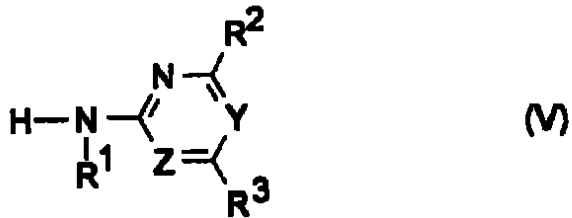
(b1) en el caso de que X* sea = halógeno, el compuesto de la fórmula (III) se hace reaccionar con fosgeno para formar el fenil-sulfonil-isocianato de la fórmula (IV), y en tal caso la reacción con fosgeno se lleva a cabo en el seno de un disolvente orgánico en presencia de un isocianato de la fórmula R'-NCO como catalizador, siendo R' un radical hidrocarbilo, que está sin sustituir o sustituido, o de una mezcla de varios de estos isocianatos como catalizador con o sin adición de una base amfínica,

30

- 31 -

- (c) el compuesto (IV) obtenido, con o sin aislamiento intermedio, se hace reaccionar en el seno de un disolvente orgánico con una amina de la fórmula (V)

5



10

en la que R¹, R², Y y Z están definidos como en la fórmula (I),
para formar la sulfonil-urea de la fórmula (I) o sus sales,

o preferiblemente

15

- (c1) el compuesto (IV) obtenido, con o sin aislamiento intermedio, se hace reaccionar en el seno de un disolvente orgánico con una amina de la fórmula (V) para formar el compuesto de la fórmula (I) o sus sales y en tal caso la reacción se lleva a cabo en el seno de una mezcla de disolventes a base de un hidrocarburo aromático eventualmente halogenado con un punto de ebullición de más que 110°C y de un disolvente aprótico polar,

20

llevándose a cabo en el procedimiento por lo menos una de las etapas parciales (b1) y (c1) preferidas.

12.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque en el anillo de fenilo

25

- el grupo -CO-Q-R está situado en posición orto con relación al grupo sulfonilo sustituido
- el grupo X* = halógeno está situado en posición para con relación al grupo -CO-Q-R y

30

- X significa = halógeno, preferiblemente yodo.

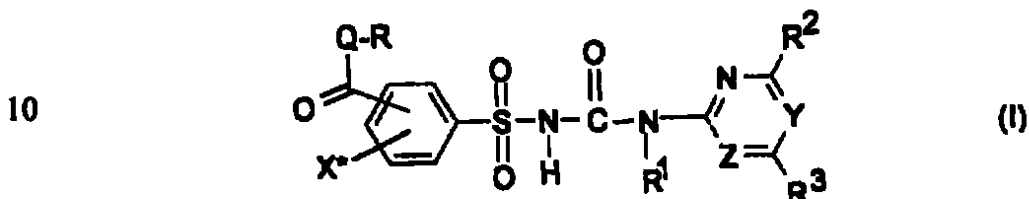
- 32 -

RESUMEN

**Procedimiento para la preparación de fenil-sulfonil-ureas sustituidas
a partir de sulfo-halogenuros**

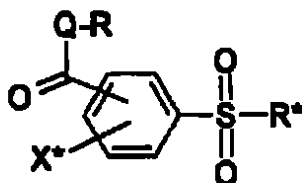
5

El invento se refiere a un procedimiento para la preparación del compuesto (I)
o sus sales



en la que Q, X*, Y, Z, R, R¹, R² y R³ están definidos como en la reivindicación 1,

15



(II) (R* = -Hal)

(III) (R* = -NH₂)

(IV) (R* = -NCO)

20 caracterizado porque

a) se amonoliza un compuesto (II) en el que Hal = un átomo de halógeno, para formar el compuesto (III), preferiblemente

(a1) la reacción se lleva a cabo en el seno de una mezcla de disolventes orgánicos (mezcla de disolventes orgánicos) que consta de (1) hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados [disolvente (1)] y (2) disolventes apróticos apolares [disolvente (2)] en la relación en peso del disolvente (1) al disolvente (2) de 20:1 a 1:1,

(b) el compuesto (III) se somete a fosgenación con un fenil-sulfonil-isocianato de la fórmula (IV),

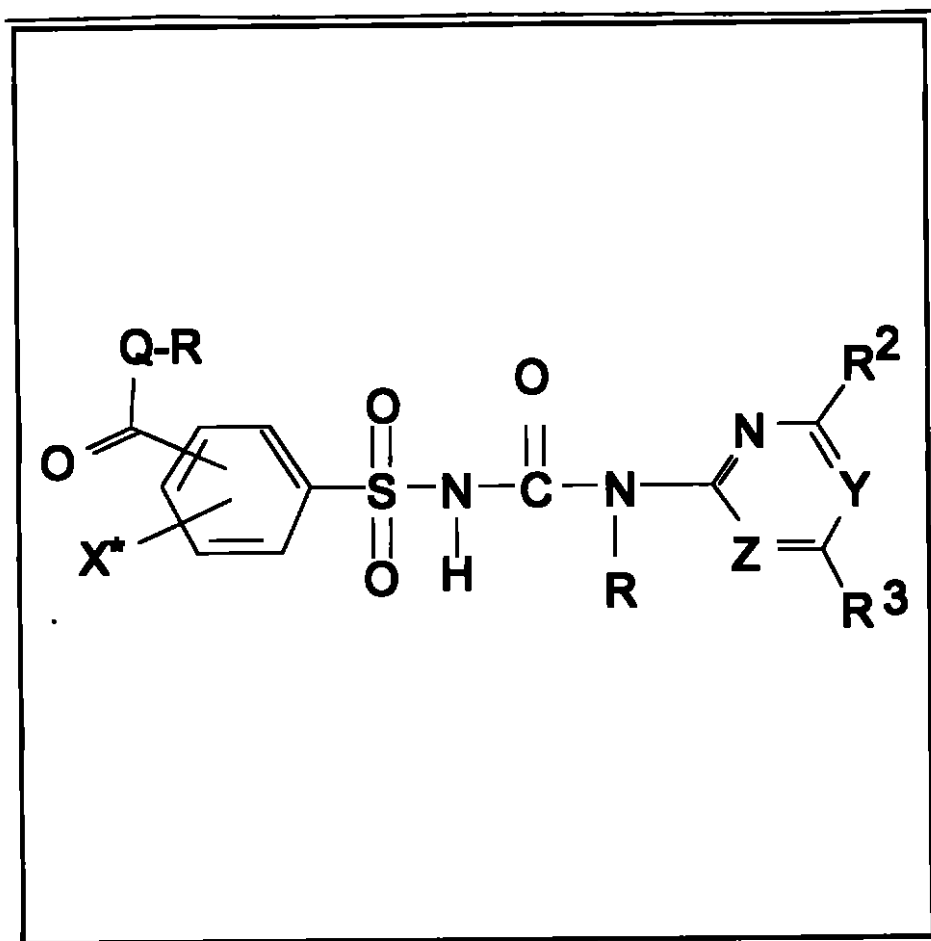
30 preferiblemente (b1) en el caso de que X* sea = halógeno la reacción con fosgeno se lleva a cabo en el seno de un disolvente orgánico en presencia de isocianatos R'-NCO como catalizador, siendo R' = hidrocarburo (sustituido), con o sin adición de una base amínica,

(c) el compuesto (IV) obtenido se hace reaccionar en el seno de un disolvente

- 33 -

orgánico con un amino-heterociclo H_2N -Het (Het = heterociclo como en (I)) para formar el compuesto (I) o sus sales, preferiblemente (c1) la reacción se lleva a cabo en una mezcla de disolventes a base de hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados con un punto de ebullición de más que $110^{\circ}C$ en un disolvente aprótico polar, llevándose a cabo en el procedimiento por lo menos una de las etapas parciales (a1) hasta (c1) preferidas.

Folios 37 y 38 corresponden a extracto para publicación *msc*
Folios 39 y 40 corresponden a otros fines de extracto y tarjeta
terminada *M.R.*



Folios 42, 43, 44, 45 corresponden a tarjetas sueltas y de pp
use

REQUISITOS MINIMOS PARA ADMISION A TRAMITE

PATENTE DE INVENCION [x]

MODELO DE UTILIDAD []

- | | | |
|---|----------------|-----|
| • Nombre e identificación del Solicitante | Folio 1 | [x] |
| • Nombre e identificación del Inventor | Folio 1 | [x] |
| • Título o nombre de la Invención | Folio 1 | [x] |
| • Descripción | Folios 4 a 25 | [x] |
| • Reivindicaciones | Folios 26 a 34 | [x] |
| • Resumen | Folios 35 y 36 | [x] |
| • Comprobante de Pago | Folio 2 | [x] |

COMPLETA [x]

INCOMPLETA []

DISEÑO INDUSTRIAL []

- | | |
|--|-----|
| • Nombre e identificación del peticionario | [] |
| • Nombre e identificación del inventor o diseñador | [] |
| • Indicación del género de productos para los cuales debe utilizarse | [] |
| • Representación gráfica | [] |
| • Comprobante de pago | [] |

COMPLETA []

INCOMPLETA []


Firma Responsable

Fecha: _____

Comercio
CMB
2003-10-31 16:23:44
C32 PATENTES D I REGISTRO/ 411 PRESENTE Comercio
2300 DIVISION DE MARCAS COMERCIALES



Industria y Comercio

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
PRIMER EXAMEN DE FORMA

AF.
39

EXPEDIENTE 00-82901

Practicado el examen jurídico de acuerdo con lo establecido en el art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de Patente de Invención:

SI ☐ NO ☒ NO APLICABLE ☐ Presentó los poderes necesarios en forma correcta (Decisión 344, art. 14-a).

SI ☐ NO ☒ NO APLICABLE ☐ Acreditó, en forma correcta, la existencia y representación de la persona jurídica solicitante (art. 14-c de la Decisión 344; literal g) del art. 4 del Decreto 117/94).

SI ☒ NO ☐ NO APLICABLE ☐ Presentó, en forma correcta, el comprobante de pago por la tasa de presentación establecida (art. 13-f de la Decisión 344 y la Resolución 02 del 4 de Enero del 2000)

SI ☐ NO ☒ EXTEMPORANEAMENTE ☐ Reivindicó prioridad, dentro del plazo y de acuerdo con lo previsto en el Artículo 4 del Convenio de Paris.

SI ☐ NO ☐ NO APLICABLE ☒ Presentó copia, certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, al momento de radicar la solicitud nacional.

SI ☐ NO ☐ NO APLICABLE ☒ Presentó la traducción del capítulo reivindicatorio de la solicitud de la cual se reivindica prioridad (Art. 4, D-3 Convenio de Paris; Concepto: 5 de enero de 1999 S.I.C.).

SI ☐ NO ☒ CUMPLE LOS REQUISITOS JURIDICOS

OBSERVACIONES

En consecuencia, se conceptúa que esta solicitud:

SI ☐ NO ☒ Se ajusta a los aspectos FORMALES indicados en la Decisión 344 y por tanto,

SI ☐ NO ☒ Se recomienda PUBLICAR el extracto correspondiente.

Bogotá, D.C., 3 de Noviembre del 2000

EXAMINADOR JURIDICO.

202022

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
Conmutador: 334 12 21
Fax: 281 31 25
Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia

1º EXAMEN DE FORMA

Radicación nº 00-82901

CONCEPTO TÉCNICO Nº 1760

Clasificación Internacional Patentes: F01N 43/28

Practicado el examen de acuerdo a lo establecido en el Art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de Patente de Invención:

- SI ☒ NO ☐ Contiene la identificación correcta del inventor (Art.8, Art.13-a).
- SI ☒ NO ☐ Contiene la identificación correcta del solicitante (Artículo 13-a).
- SI ☒ NO ☐ Contiene el resumen con el objeto y finalidad de la invención en forma correcta (Art.13-e).
- SI ☒ NO ☐ Contiene el título o nombre de la invención en forma correcta (Art.13-b).
- SI ☒ NO ☐ Contiene la descripción clara y completa de la invención (Art.13-c).
- SI ☐ NO ☐ Contiene los dibujos correctos (Art.14-c junto con el literal d) del Art. 4 del Dto. 117 del 94).
- SI ☒ NO ☐ Contiene las unidades de medida en el sistema exigido (Art.14-c junto con el Decreto 3464 del 26 de diciembre de 1980).
- SI ☒ NO ☐ Contiene una o más reivindicaciones, en forma correcta, que precisen la materia para la cual se solicita la protección mediante la patente (Art.13-d).
- SI ☒ NO ☐ Contiene el extracto de acuerdo con el literal c) del artículo 4 del Dto. 117 /94.
- SI ☒ NO ☐ Contiene el arte final del dibujo característico de acuerdo con el literal c) del artículo 4 y el artículo 27 del Dto. 117 /94.
- SI ☒ NO ☐ Contiene la tarjeta del Archivo Temático [formato P-104] en forma correcta (Art.14-c junto con el literal b) del artículo 4 del Dto. 117 /94).
- SI ☒ NO ☐ Contiene la tarjeta del Archivo de Propietarios [formato P-105] en forma correcta (Art.14-c junto con el literal b) del artículo 4 del Dto. 117 /94).
- SI ☒ NO ☐ CUMPLE LOS REQUISITOS TÉCNICOS

OBSERVACIONES Y OTROS: SI ☐ NO ☒ ver hoja(s) anexa(s)

Bogotá, D.C., Nov 16/2000

Ex Tc: 202026

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
Conmutador: 334 12 21
Fax: 281 31 25
Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

EXPEDIENTE 00-82901

AUTO 3913

DISPONE

ARTICULO PRIMERO: Conforme lo establece el artículo 22 de la Decisión 344 de la Comisión del Acuerdo de Cartagena, requiérese al solicitante, para que dentro del plazo de treinta (30) días hábiles siguientes a la fecha de notificación del auto, presente respuesta a las observaciones o complemente los antecedentes señalados en el examen de forma.

ARTICULO SEGUNDO: Notificar por estado el presente auto, advirtiéndolo que contra el no procede recurso alguno en la vía gubernativa.

NOTIFIQUESE Y CUMPLASE

Dado en Bogotá D.C., a los

28 NOV. 2000

EL JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES,

ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL

NOTIFICADO POR ESTADO

Bogotá D.C.,

30 NOV 2000

Notificado por anotación en estado de esta misma fecha.

VENCIMIENTO NOTIFICACION ESTADO

SOLICITO PRORROGA TERMINO SI___ NO___

VENCIMIENTO TERMINO PRORROGA

202022

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
Conmutador: 334 12 21
Fax: 281 31 25
Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia