



151132

Oxydiphenyllessigsäuren, jodierte, Ia

151132

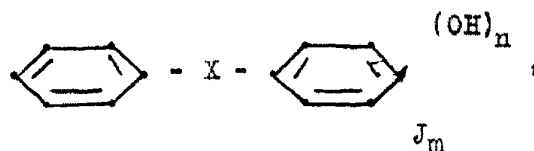
EB/. =

MEMORIA DESCRIPTIVA

para un Certificado de Adición, por: "Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal número 149.514" a favor de la firma SCHERING A/G., residente en Berlin N. 65 (Alemania) Müllerstrasse, 170/172. =

"="="="="="="="="="="="="="

En la descripción de la patente principal número 149.514 se ha descrito un procedimiento para la obtención de derivados poliyodados de ácidos oxidifenilacéticos mediante yodación de ácidos oxidifenilacéticos, los cuales se prestan para sensibilizar a los rayos X la vejiga de la bilis a causa de su buen efecto de contraste unido con su indiferencia fisiológica. Ahora bien, se ha descubierto que no solo estos ácidos acéticos yodados poseen propiedades que los hacen utilizables como buenos medios de contraste, sino también sus homólogos, yodados de la fórmula general





1940

151132

2. -

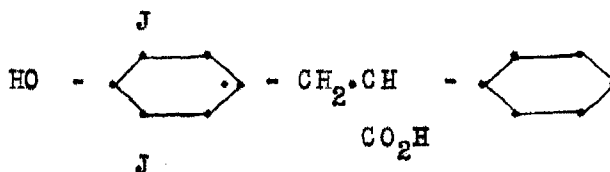
en la que X representa el radical de un homólogo del ácido acético, n el número 1 o el 2 y m el número 2 o el 4, como ácidos oxido-dioxidifenilpropionicos o butiricos; se ha comprado como muy ventajoso el ácido β -(4-oxi-3,5-diyodo-fenil)- α -fenilpropionico.

5 La obtencion de estas combinaciones, que se efectua por yodacion de los correspondientes ácidos del mismo modo que por el metodo de la patente principal número 149.514, se explicara por los siguientes ejemplos:

Ejemplo 1/

β -(4-oxi-3,5-diyodofenil)- α -fenilpropionico.

10



15

Una disolucion de 24,2 g de ácido β -(4-oxifenil)- α -fenilpropionico en 800 cm³ de lejia n/2 de sosa caustica se trata agitando y lentamente a la temperatura ordinaria con una disolucion de 50,8 g de yodo y 50,8 g de yoduro potasico en 250 cm³ de agua. De la disolución aproximadamente neutra y ligeramente coloreada se precipita el producto de la yodacion agregando ácido sulfuroso y ácido clorhídrico. Se sigue agitando todavia algun tiempo, y luego se separa por aspiracion el producto casi incoloro y se lava con agua. Despues de secado se recristaliza en benzol agregando carbon animal. Prismas incoloros que funden a 159°. El rendimiento es de 42 g = 85 % del teorico. El ácido β -(4-oxi-3,5-diyodofenil)- α -fenilpropionico es muy soluble en eter, alcohol y acetona, poco en benzol, toluol y cloroformo e insoluble en agua y ligroina. El ácido forma sales solubles en agua con reaccion neutra.

20

25

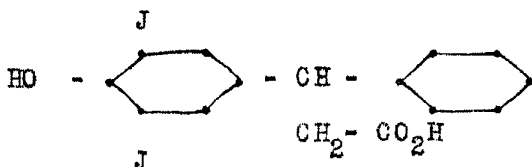
Ejemplo 2/

β -(4-oxi-3,5-diyofenil)- β -fenilpropionico.



151732

3. -



24,2 g. de acido β -(4-oxifenil)- β -fenilpropionico se someten a la yodacion como se ha descrito en el ejemplo 1. El acido β -(4-oxi-3,5-diyodofenil)- β -fenilpropionico forma agujas incoloras con punto de fusioñ 171-172°. Es muy soluble en eter, alcohol y acetona, poco en benzol, e insoluble en agua y ligroina.

De igual modo pueden prepararse los acidos diyodoxifenil-butiricos y de otros homólogos más altos, como los acidos di- y tetra-yodo-dioxifenil propionicos y butiricos entre otros.

Ejemplo 3/

Acido α -(4-oxi-3,5-diyodofenil)- α -fenilpropionico.

24,2 g de acido α -(4-oxifenil)- α -fenilpropionico con punto de fusion 150° (preparado por condensacion de acido atrolactico y fenol con acido sulfurico al 73 %) se yodan como se ha descrito en el ejemplo 1. El acido α -(4-oxi-3,5-diyodofenil)- α -fenilpropionico, recristalizado dos veces en benzol, es un polvo cristalino incoloro, que funde a 183-184°. Respecto a los disolventes se comporta como los isómeros descritos en los ejemplos 1 y 2.

Ejemplo 4/

Acido γ -(4-oxi-3,5-diyodofenil)- β -fenilbutirico.

25,6 g de acido γ -(4-oxifenil)- β -fenilbutirico de punto de fusion 135° (preparado por condensacion de acido hidrocinaamico con 4-oxibenzaldehido en presencia de anhídrido del acido acetico y por hidrogenacion de la combinacion bencilidenica obtenida con punto de fusion 189° mediante amalgama de sodio (se yodan como se ha descrito en el ejemplo 1. Para purificar el producto bruto se le recristaliza en una mezcla de eter de petroleo y cloroformo. El



1940

332

4. -

ácido γ -(4-oxi-3,5-diiodofenil-) β -fenilbutírico funde a 140 - 141°.

Ejemplo 5/

5 Acido 4,4'-dioxi-3,5,3', 5'-tetrayodo- α - β ,-difenilpropionico.

25,8 g de ácido 4,4'-dioxi- α - β ,-difenilpropionico con punto de fusión igual 198° (preparado por condensación de ácido 4-oxifenilacético y 4-oxibenzaldehído mediante anhídrido del ácido acético e hidrogenación de la combinación benzilidénica obtenida con punto de fusión igual 200° mediante amalgama de sodio) se disuelven en 700 cm³ de lejía n/1 de sosa caústica. La disolución se trata agitando y a la temperatura ordinaria poco a poco con otra disolución de 101,6 de yodo y 101,6 g de yoduro potásico en 500 cm³ de agua. De la disolución ahora casi neutra se precipita el producto yodado por adición de ácido sulfuroso y ácido clorhídrico, cuantitativamente. El producto separado y bien lavado con agua se recristaliza en bencol con pequeña adición de alcohol. El ácido 4,4'-dioxi-3,5,3',5'-tetrayodo- α - β ,-difenilpropionico se presenta en cristales microscópicos que funden a 206° con descomposición. El ácido se disuelve bien en alcohol y acetona, poco en bencol y es insoluble en ligroína y cloroformo.

"="="="="="="="="="="="="="="="="="="



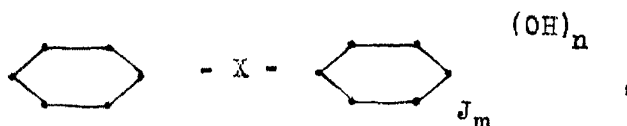
1940

101732

5.

N O T A

5 1. - Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal Número 149,514 por procedimiento para obtener derivados poliyodados de homólogos de ácidos oxidifenilacéticos de la fórmula general



en la que X representa el radical de un homólogo del ácido acético, n el número 1 o el 2 y m el número 2 o el 4, caracterizadas porque se yodan homólogos de los ácidos oxidifenilacéticos.

10 2. - Mejoras según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque como material de partida se emplea el ácido β -(4-oxifenil)- α -fenilpropionico.

15 3. - "Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal número 149.514" según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

Consta esta descripción de cinco hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 18 de Diciembre de 1940. =