

1 9 0 6 0 9



A/T.-

190609

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de Invención, por veinte años, por "Procedimiento para la separación de los antipodas ópticos del racemo l-p-nitro-fenil-2-amino-l-propano-diol de forma treo", a favor de la r.s. Lepetit S.A., residente en Milán (Italia) 32 Via Carlo Tenca.-

=====

La separación de los antipodas ópticos del racemo del l-p-nitro-fenil-2-amino-l-3-propano-diol de forma treo se ha descrito en la literatura (J.A.C.S. vol. 71 pág. 2467) por salificación del racemo con ácido canfosulfónico en alcohol isopropílico.

5

El tratamiento descrito es sin embargo muy laborioso y no siempre da resultados muy precisos.

La solicitante ha descubierto que la separación puede lograrse de modo mucho más sencillo salificando en alcohol metílico con ácido dextrotartárico, con lo cual en pocos minutos

10



se logra la separación del dextrotartrato de la levobase, mientras queda en disolución el dextrotartrato de la dextro-base.

La separación se logra con excelente rendimiento.

5 El dextrotartrato de la levobase puede cristalizarse en agua y de ésta puede obtenerse la levobase por tratamiento con álcali.

Ejemplo.- 10 g. de DL-1-p-nitro-fenil-2-amino-1-3-propa-
no-diol se disuelven en 80 cm³ de alcohol metílico. Puesta
10 esta disolución en ebullición, se agrega una disolución hir-
viente de 7 g. de ácido dextrotartárico disueltos en 70 cm³
de alcohol metílico. Después de algunos minutos de ebullición
precipita el dextrotartrato de la levobase, que se separa
por enfriamiento.

15 Se obtienen 15 gramos de dextrotartrato de la levobase con punto de fusión de 189-190°.

Este dextrotartrato se recristaliza en igual volúmen de agua, con lo cual el punto de fusión resulta de 191-193°.

El poder rotatorio del dextrotartrato de la levobase co-
20 rresponde a $[\alpha]_D^{25} = 3.96$ (c = 5 % en agua)

De éste, por acción de los álcalis en medio acuoso, se obtiene el L-1-p-nitro-fenil-2-amino-1-3-propano-diol con punto de fusión de 164-165°.

$$[\alpha]_D^{25} = 27.1 \text{ (c = 54 \% en agua)}$$

25 De las aguas madres metilalcohólicas por reposo prolongado se obtiene el d-tartrato de la d-base; punto de fusión 168-169°.



$$[\alpha]_D^{25} = + 25,5 \quad (c = 5 \% \text{ en agua}).$$

Secando se puede del residuo recuperar la base racémica.

El rendimiento total en L-1-p-nitro-fenil-2-amino-1-3-propano-diol es próximamente el 75 % del teórico.

5

N O T A
 = = = = =

La presente patente, consta de las siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para la separación de los antípodas ópticos del racemo l-p-nitro-fenil-2-amino-1-3-propano-diol de forma treo, caracterizado porque el racemo se salifica en alcohol metílico con ácido dextrotartárico.

2.- Procedimiento para la separación según lo reivindicado en el punto 1). caracterizado porque el dextrotartrato del L-1-p-nitro-fenil-2-amino-1-3-propano-diol obtenido se purifica por recristalización en agua.

3.- Procedimiento para la separación según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque el L-1-p-nitro-fenil-2-amino-1-3-propano-diol puede obtenerse del dextrotartrato por actuación de los álcalis.

4.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores caracterizado porque de las aguas madres metil-alcohólicas anteriores se puede obtener el dextrotartrato del D-1-p-nitro-fenil-2-amino-1-3-propano-diol.

5.- Procedimiento para la separación de los antípodas

190609



-4-

Ópticos del racemo 1-p-nitro-fenil-2-amino-1-propano-diol de forma treo.

Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

5 La cual consta de cuatro hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 29 de Noviembre de 1949.