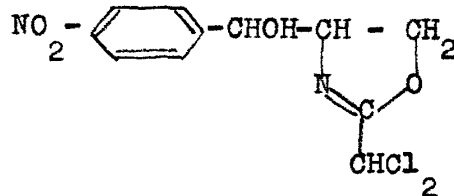




se establece un ciclo con dicho derivado clorado por medio de sosa diluida, formando diclorometilo-2-p.nitrofenilo-hidroximetilo-4-oxazolina-2.

15.



que por hidrolisis parcial dá fácilmente el p.nitrofenilo-1-dicloracetilamino-2-propanadiol-1,3. Dicha hidrolisis se efectúa por reacción del amoniaco sobre la solución acuosa del clorhidrato de la oxazolina.

20.

Según que se tome el epimero allo o treo del cloropropanol de partida, se obtiene el epimero allo o treo correspondiente del p.nitrofenilo-1-dicloro-acetilamino-2-propanadiol-1,3.

25.

Por reacción del ácido clorhídrico seco en la oxazolina intermedia se puede regenerar el p.nitrofenilo-1-dicloracetilamino-2-cloro-3-propanol-1 de partida.

Los ejemplos siguientes representan, a título no limitativo, el modo en que la invención puede ejecutarse.

30.

Los puntos de fusión indicados se han determinado al tubo capilar.

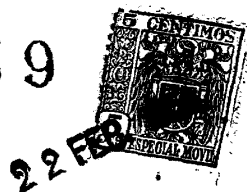
EJEMPLO 1.

Se disuelven 2,68 g. de d,l-allo-p.nitrofenilo-1-dicloracetilamino-2-cloro-3-propanol-1 en 23 cm³ de alcohol etílico. Se añaden 8 cm³ de sosa normal, se deja reposar durante 2 horas a temperatura ordinaria, se orea el producto que ha cristalizado, se lava con alcohol y se obtiene después de secado en la estufa a 100° C., 1,85 g. del d,l-allo-diclorometilo-2-(p.nitrofenilo)-hidroximetilo-4-oxazolina-2,

35.

196659

- 3 -



40. que funde a 167-168° C.

Se disuelve 0,91 g. de dicha oxazolina en 18 cm³ de ácido clorhídrico seminormal calentándolo a unos 50° C., refrigerando y añadiendo 2 cm³ de amoniaco a 22° B_é.

Cristaliza rápidamente un producto que se orea, se lava con agua y se seca bajo vacío sulfúrico. Se obtiene 0,48 g. del d,l-allo-p.nitrofenilo-1-dicloracetilamino-2-propanadiol-1,3 que funde a 170-172° C.

EJEMPLO 2.

50. A partir de 3,1 g. del d,l-treo-p.nitrofenilo-1-dicloracetilamino-2-cloro-3-propanol-1 que funde a 135-136° C., se obtiene, trabajando como en el Ejemplo 1 (pero con 10 cm³ de sosa normal en lugar de 8 cm³) 2,3 g. de d,l-treo-diclorometilo-2-(p.nitrofenilo)-hidroximetilo-4-oxazolina-2 que, después de recristalización en alcohol absoluto, funde a 160-161° C.

55. 0,5 g. de dicha oxazolina se disuelven a unos 50° C., en 10 cm³ de ácido clorhídrico seminormal. Se trata como en el Ejemplo 1 con 2 cm³ de amoniaco a 22° B_é, y se obtiene 0,3 g. de d,l-treo-p.nitrofenilo-1-dicloro-acetilamino-2-propanadiol-1,3 que funde a 148-149° C.

60.

EJEMPLO 3.

65. 6 g. de d,l-allo-diclorometilo-2-p.nitrofenilo-hidroximetilo-4-oxazolina-2 que funden a 166-167° C., se calientan durante 20 minutos al baño María con 45 cm³ de dioxano anhidro que contiene 15% de ácido clorhídrico seco. Se vierte sobre 200 cm³ de agua, se orea el producto que cristaliza, se lava con agua y se seca en vacío sulfúrico. Se obtienen 5 g. de d,l-allo-p.nitrofenilo-1-dicloracetilamino-2-cloro-3-propanol-1.

196659

- 4 -



70.

N O T A

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 de detalle, en

75. cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente, cuya solicitud ha sido presentada en Francia con fecha 25 de Febrero de 1950, nº 586.011, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales

80. en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años, en España: "Nuevo procedimiento para la preparación del p.nitrofenilo-1-dicloracetilamino-2-propanadiol-1,3"; caracterizándose por lo siguiente:

85. 1º.= Nuevo procedimiento para la preparación del p.nitrofenilo-1-dicloracetilamino-2-propanadiol-1,3, caracterizado porque se establece un ciclo por reacción de un álcali diluido, con p.nitrofenilo-1-dicloracetilamino-2-cloro-3-propanol-1 formando oxazolina y se hidroliza

90. después esta oxazolina.

2º.= Nuevo procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado porque por reacción del ácido clorhídrico seco en la oxazolina intermedia se regenera el p.nitrofenilo-1-dicloracetilamino-2-cloro-3-propanol-1, de partida.

95. 3º.= Nuevo procedimiento para la preparación del p.nitrofenilo-1-dicloracetilamino-2-propanadiol-1,3; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de cuatro hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 22 de febrero de 1951.
SOCIÉTÉ DES USINES CHIMIQUES RHONE POULENC.
P.P. de J. GOMEZ ACERO y MODET