

23 FEB



PATENTE DE INVENCION

SC.882.- "ALLO-P-NITROPHENYL-AMINO-PROPANEDIOL"

19667

196679

MEMORIA DESCRIPTIVA

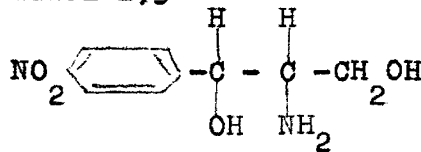
sobre:

"Nuevo procedimiento para la preparación del allo-p.nitro-
"fenilo-1-amino-2-propanadiol-1,3".

SOLICITANTE: SOCIETE DES USINES CHIMIQUES RHONE POULENC,
domiciliada en 21 Rue Jean Goujon, PARIS,
Francia.

La presente invención tiene por objeto un nuevo
procedimiento de preparación del allo-p.nitrofenilo-1-
amino-2-propanadiol-1,3

5.



10.

Este nuevo procedimiento consiste en condensar el
p.nitrobenzaldehido en el ftalimidoacetaldehido en presencia
de un agente de condensación básico tal como la trietilamina,
en reducir después, por el método "MEERWEIN" el producto de

23 FEB

- 2 -

196679



- condensación así formado. El p.nitrofenilo-1-ftalimido-2-propanadiol-1,3 formado se hidroliza después de preferencia, primero con sosa, lo cual dá el p.nitrofenilo-1-carboxibenzoilamino-2-propanadiol-1,3 el cual se hidroliza después
15. con ácido clorhídrico en p.nitrofenilo-1-amino-2-propanadiol-1,3 en el que la constitución allo se demuestra por transformación por medio de dicloracetato de metilo en allo p.nitrofenilo-1-dicloro-acetamido-2-propanadiol-1,3. El allo p.nitrofenilo-1-amino-2-propanadiol-1,3 es un producto
20. intermedio importante para la síntesis del cloranfenicol.
- El ejemplo siguiente representa, a título no limitativo, el modo en que puede ejecutarse la invención.
- E J E M P L O
- Se disuelve, por una parte, 4,53 g. de p.nitro-
25. benzaldehido en 25 cm³ de dioxano anhidro, por otra parte, 5,67 g. de α -ftalimido-acetaldehido \sphericalangle preparado según Mac CORQUODALE - R. 51 487 (1932) \sphericalangle en 33 cm³ de dioxano anhidro. Se mezclan las dos soluciones refrigeradas previamente a unos 10° C. y se añaden 5 cm³ de trietilamina anhidra.
30. Se deja reposar la mezcla tres días a la temperatura ordinaria. Se extraen los productos volátiles calentando a unos 40° C., a una presión de 20 mm. de mercurio. El aceite residual se recupera en 65 cm³ de metanol. Se seca el producto que cristaliza y se obtienen 4,4 g. de un producto de condensación con punto de fusión (capilar) = 153-155° C. (El producto purificado funde a unos 163-166° C.). Vuelve a echarse este producto en 120 cm³ de alcohol isopropílico anhidro, se añaden 5,26 g. de isopropilato de aluminio y se destila en un recipiente coronado con un deflegmador.
35. Cuando ha transcurrido una hora se han destilado 70 cm³ de
- 40.

23 FEB.
1966 79



- una mezcla de alcohol isopropílico y de acetona. Se vuelve a recuperar el contenido del recipiente en 50 cm³ de agua se acidula al rojo Congo con ácido sulfúrico diluido y se agota en éter. Por evaporación de las soluciones
45. etéreas se obtienen 5,1 g. de un residuo aceitoso que se recupera con 7,5 cm³ de metanol. Se añaden gota a gota agitando enérgicamente 13 cm³ de una solución normal de sosa cáustica; se diluye de nuevo con 10 cm³ de agua después se extrae varias veces con éter. La solución
50. acuosa se acidula con 5 cm³ de ácido sulfúrico 4 veces normal. Se cristaliza un producto que se seca, se lava con agua, después con éter y se deja secar al aire; se obtiene 1,7 g. de p.nitro-fenilo-1-o-carboxibenzoilamino-2-propanadiol-1,3, que se purifica por disolución en una
55. solución acuosa de bicarbonato sódico, decoloración al negro y precipitación por un ácido. Punto de fusión capilar a unos 168-170° C. ; se calienta 0,53 g. de dicho compuesto durante 2 horas a reflujo con 7,5 cm³ de ácido clorhídrico normal. Después de refrigeración se extrae
60. el ácido ftálico formado, con éter, después se concentra a presión reducida la solución acuosa hasta secarla; se obtiene 0,27 g. de clorhidrato de allo-p.nitrofenilo-1-amino-2-propanadiol-1,3 de punto de fusión (capilar) 204-206° C. La identidad de dicho compuesto se comprueba fácilmente tra-
65. tándole con un exceso de dicloracetato de metilo, en presencia de un equivalente de trietilamina; de este modo se obtiene el allo-p.nitrofenilo-1-dicloracetamido-2-propanadiol-1,3 de punto de fusión (capilar): 168,5 - 169,5° C., idéntico a una muestra obtenida por cualquier otro medio.

23 FEB



70.

N O T A

196679

- 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 solicitud de patente presentada en Francia con fecha 28 de febrero de 1950, nº 586.104, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo
80. 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 allo-p.nitrofenilo-1-amino-2-propanadiol-1,3"; caracterizándose por lo siguiente:
85. 1ª.= Nuevo procedimiento para la preparación del allo-p.nitrofenilo-1-amino-2-propanadiol-1,3, caracterizado porque se condensa en presencia de un agente básico el p.nitrobenzaldehído en el ftalimido-acetaldehído, se reduce el producto de condensación por el método de Meerwein y
90. se hidroliza el producto así obtenido.
- 2ª.= Nuevo procedimiento para la preparación del allo-p.nitrofenilo-1-amino-2-propanadiol-1,3; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de cuatro hojas escritas a máquina por una
95. sola cara.

Madrid, 23 de febrero de 1951.

SOCIÉTÉ DES USINES CHIMIQUES RHONE POULENC.

P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MORALES

