

197097

PATENTE DE INVENCION

CIBA. Case 2715/E.



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de nuevos compuestos
"de tiofeno".

197097

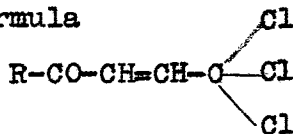
=====

SOLICITANTE:

C I B A, Soci t  Anonyme,
domiciliada en Basilea, Suiza.

=====

Forma objeto de la presente invenci n un proce-
dimiento para la obtenci n de tiofenos β,β,β -tricloretilideno-
acetilicos, de la f rmula



5.

donde R representa un radical de tiofeno, sustituido o n ; dicho radical puede tener, por ejemplo, ante todo un  tomo de hal geno, asimismo grupos oxi o marcapto, eterizados o esterificados, o bien radicales de alquilo.

10.

Los nuevos compuestos pose n un efecto bacteriost -

197097



tico o fungistático y pueden aplicarse como agentes de desinfección, o también de remedios contra enfermedades causadas por hongos. Particularmente valioso resulta el 2-(β,β,β -triclloretilidenacetilo)-5-cloro-tiofeno.

15. Los citados compuestos se obtienen, si se pone en reacción un tiofeno acetilico con tricl. acetaldehido o con uno de sus derivados funcionales, formando al mismo tiempo, o en proceso subsiguiente, la agrupación tricloretilidenacetilica.

20. La reacción con tricloroacetaldehido, o con sus derivados funcionales, se realiza preferentemente en presencia de un diluyente y eventualmente de un agente de condensación, particularmente en presencia de ácido acético glacial y eventualmente de acetatos. La formación de la agrupación

25. de acetilideno resulta distinta, según se parta del aldehido o de sus derivados funcionales. Si se condensa con el aldehido, entonces, al mismo tiempo o posteriormente queda desdoblada el agua, formándose el deseado enlace doble. Si por otra parte se emplea para la reacción por ejemplo un

30. acetal, la formación del enlace doble, se efectúa con desdoblamiento de alcohol.

La protección de esta invención abarca también aquella modificación del procedimiento, durante la que se parte de un compuesto que se puede obtener como producto intermedio, realizando después las fases restantes del procedimiento.

35. Se describe la invención con más detalle en los siguientes ejemplos, donde existe entre parte en peso y parte volumétrica la misma relación que rige entre gramo y centímetro cúbico, indicándose las temperaturas en centígra-

40.

21 MAR. 1951



197097

dos.

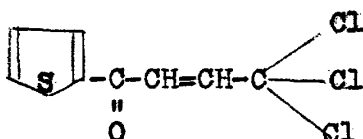
EJEMPLO 1.

45. 22'4 partes en peso de 2-acetilo-tiofeno se calientan durante 30 horas a 100° C., con 25 partes en peso de cloral anhidro y 3 partes vol. de ácido acético glacial. Después se elimina el exceso de cloral, el ácido acético glacial y el 2-acetilo-tiofeno no transformado, mediante destilación en el vacío. Se recristaliza el residuo solidificado en esencia de petróleo, obteniendo 2-tricloroxietil-acetilo-tiofeno que funde a 109° C.

50. 1 parte en peso del tiofeno tricloroxietil-acetílico así preparado, bien mezclado con 20 partes en peso de pentóxido fosfórico, se calienta en un recipiente cerrado durante 1 hora a 100° C. Después se agregan a

55. la mezcla de reacción, refrigerando mediante mezcla de hielo y sal común, 200 partes en peso de hielo, se filtra por aspiración separando el precipitado negro y se obtiene, desde esencia de petróleo hirviendo, el 2-(β,β,β-tricloroetilideno-acetilo)-tiofeno en forma de cristales amarillentos que

60. funden a 63° C., teniendo la fórmula



EJEMPLO 2.

65. 8 partes en peso de 2-acetilo-5-bromo-tiofeno se calientan durante 40 horas a 110° C., con 10 partes en peso de cloral anhidro y 3 partes vol. de ácido acético glacial. Se separa por destilación en el vacío el cloral y el ácido acético glacial y en el alto vacío el 2-acetilo-5-

70. bromo-tiofeno no transformado, cristalizando el residuo

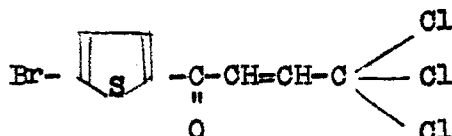


197097

en esencia de petróleo hirviendo. 1 parte en peso del 2-tricloroxietilacetilo-5-bromo-tiofeno así obtenido, que funde a 95° C., se mezcla en un recipiente cerrado con 10 partes en peso de pentóxido fosfórico, calentando durante 1½ horas a 100° C. Se agregan, refrigerando, 100 partes en peso de hielo y se absorbe el aceite que se precipita en mucho éter. El residuo etérico se recrystaliza en esencia de petróleo hirviendo, obteniendo el 2-(β,β,β-tricloretilideno-acetilo)-5-bromo-tiofeno, de la fórmula

75.

80.



en forma de cristales débilmente amarillos que funden a 74° C.

85.

EJEMPLO 3.

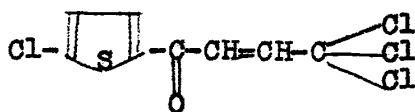
10 partes en peso de 2-acetilo-5-cloro-tiofeno se calientan durante 40 horas a 110° C., con 25 partes en peso de cloral anhidro y 5 partes vol. de ácido acético glacial. Se separa mediante destilación en el vacío el cloral, el ácido acético glacial y 2-acetilo-5-clorotiofeno y se cristaliza el residuo aceitoso en esencia de petróleo.

90.

4 partes en peso del 2-tricloroxietilacetilo-5-cloro-tiofeno así obtenido, que funden a 85° C., se calientan durante 1 hora a 100° C., con 25 partes en peso de pentóxido fosfórico. Después de enfriar, se agregan 100 partes en peso de hielo y se extrae el aceite precipitado con mucho éter. Después de evaporar el disolvente, se obtiene, mediante recrystalización del residuo en esencia de petróleo, el 2-(β,β,β-tricloretilideno-acetilo)-5-cloro-tiofeno, de la fórmula:

95.

100.



197097

en forma de cristales amarillentos que funden a 78° C.

105.

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

110.

cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Suiza con fecha 18 de abril de 1950, nº 55634, acciéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita

115.

Patente de Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE NUEVOS COMPUESTOS DE TIOFENO"; caracterizándose por lo siguiente:

120.

1ª.= Procedimiento para la obtención de nuevos compuestos de tiofeno, caracterizándose porque se pone en reacción un tiofeno acetílico con tricloroacetaldehído o con uno de sus derivados funcionales, formando al mismo tiempo, o en proceso subsiguiente, la agrupación tricloretilidenoacetilica.

125.

2ª.= Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizándose porque se emplean como materias primas tiofenos 2-acetílicos.

130.

3ª.= Procedimiento según reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizándose porque se emplea como materia prima el 2-acetilo-5-cloro-tiofeno.



21 MAR

197097

42.- Procedimiento según reivindicaciones 1ª - 3ª, caracterizándose porque se parte de un compuesto que se puede obtener como producto intermedio, realizando después las fases aún restantes del procedimiento.

135.

52.- Procedimiento para la obtención de nuevos compuestos de tiofeno; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 21 MAR. 1951

C I B A, Société Anonyme.

P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MODET