

AÑO 1957

Expediente núm. _____



237757

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INVENCIÓN** por **VEINTE** años, en España

a favor de

CLIN MATHIESON CHEMICAL CORPORATION, de nacionalidad
norteamericana domiciliado en 460 Park Avenue, New York,
calle de Estados Unidos de América. **SA**

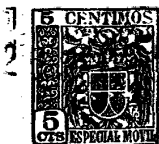
por:

UN METODO PARA LA PREPARACION DE NIEVOS COMPUESTOS
CICLICOS"

Nº 3419

Agente Sr. ELIZABURU

237757



237757

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

237757

PATENTE DE INVENCIÓN

en

ESPAÑA

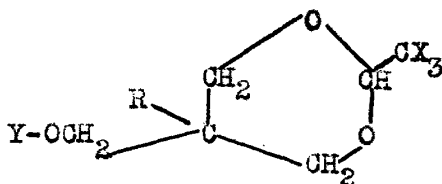
por VEINTE años

a nombre de OLIN MATHIESON CHEMICAL CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en 460 Park Avenue, New York, Estados Unidos de América, por:

" UN METODO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS COMPUESTOS CICLICOS "

Este invento se refiere y tiene por objeto proporcionar:

(A) compuestos de fórmula general:



en la que X es un halógeno, R es un término del grupo que consta de hidrógeno y alquilo inferior e Y es un término del grupo que consta de hidrógeno y carbamilo; y (B) métodos de preparación de los mismos.

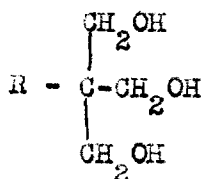
Estos compuestos son agentes terapéuticos útiles y venta-

237757



josos en especial hipnóticos. Así, el 5-metil-2-(triclorometil)
-5-m-dioxano-metanol, un compuesto representativo de este inven
to, puede ser administrado por vía oral (por ejemplo, en cápsu
las, tabletas, o en forma de elixir) para la hipnosis preanes
tésica y para el tratamiento del insomnio nervioso y la excita
ción del sistema nervioso. Por otra parte, tales compuestos po
seen una potencia superior y una mayor estabilidad al calor que
los hipnóticos como el tricloroacetaldehído y tienen además la
ventaja de ser insípidos.

Los compuestos de este invento pueden prepararse por
el método que comprende esencialmente la interacción de alcoho
les trihidroxílicos de fórmula general:



en la que R tiene la significación antes indicada, con el hidra
to de un trihaloacetaldehído (por ejemplo, el hidrato de triclo
roacetaldehído), en presencia de un agente de condensación des
hidratante (por ejemplo, ácido sulfúrico concentrado), y recu
peración del producto de reacción. Entre los ejemplos de pro
ductos reaccionantes I utilizables con el objetivo de este in
vento se incluyen entre otros: trimetiloletano; trimetilolpro
pano.

Los siguientes ejemplos son aclaratorios del invento:

EJEMPLO 1

Una mezcla de 76,1 g de hidrato de cloral y 50,0 g de tri
metiloletano se agita, enfría y trata gota a gota con 60 ml de
ácido sulfurico concentrado a una velocidad tal que la tempera

23775



1931

tura no suba por encima de 20°C. Después de la adición la solución se calienta durante 2 horas a 65-72°C. La mezcla de reacción se enfría y se vierte en 600 ml de agua helada. El aceite que se separa se extrae con 2 x 200 ml de cloroformo. Los extractos cloroformicos se lavan con 200 ml de bicarbonato sódico al 5%, 200 ml de agua destilada, se secan sobre sulfato magnésico, se filtran y se destilan para separar el cloroformo. El producto destila a 111-116°/35 mm y cuando se recristaliza de 150 ml de hexano da 19,5 g de un material blanco cristalino, p.f. aproximadamente 90-92°C, el 5-metil-2-(triclorometil)-5-m-dioxanometanol.

EJEMPLO 2

Una mezcla de 67,2 g de hidrato de cloral y 50,0 g de trimetilolpropano se agita, enfría y trata gota a gota con 54 ml de ácido sulfúrico concentrado a una velocidad tal que la temperatura no suba por encima de 20°C. Después de la adición la solución se calienta durante 2 horas a 65-72°C. La mezcla se enfría y se vierte en 600 ml de agua helada. El aceite que se separa se extrae con 3-200 ml de cloroformo. Los extractos cloroformicos se lavan con 200 ml de bicarbonato sódico al 5%, 200 ml de agua destilada, se secan sobre sulfato magnésico, se filtran y se destilan para separar el cloroformo. El producto, el 5-etil-2-(triclorometil)-5-m-dioxanometanol, destila a 124-125°C a una presión de 0,15 mm y cuando se recristaliza de 175 ml de hexano da 10,9 g de un material blanco cristalino, p.f. aproximadamente 103-104°C.

EJEMPLO 3

Una solución de 10 g de fosgeno en 130 ml de tolueno se enfría a 0°C y se agita mientras se añade gota a gota durante

237757



un período de 20 minutos una solución de 24,9 g de 5-metil-2-(triclorometil)-5-m-dioxanometanol y 19 g de antipirina en 50 ml de cloroformo anhidro y se deja durante 16 horas a temperatura ambiente. El clorhidrato de antipirina se filtra y el filtrado se destila para separar los disolventes. El residuo se enfría y se añaden 150 ml de amoníaco acuoso frío al 10%. De la mezcla de reacción se separa un sólido blanco. Se filtra y se seca y después de recristalización de benceno se obtienen 21,0 g del ester del ácido carbónico del 5-metil-2-(triclorometil)-5-m-dioxanometanol, que funde aproximadamente a 129-130°C.

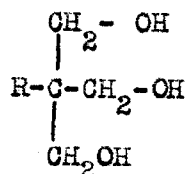
El invento puede realizarse de otras diversas formas dentro de los límites de las reivindicaciones adjuntas.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en E.U.A., el 3 de Octubre de 1956, bajo el número 613.616, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

1ª.- Un método para la preparación de nuevos compuestos cíclicos caracterizado porque se hace reaccionar un compuesto de fórmula general:



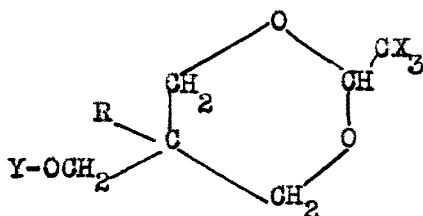
I

en el que R es hidrógeno o un alquilo inferior, con el hidrato de un trihaloacetaldehído en presencia de un agente de conden-

237757



sación deshidratante y si se desea haciendo reaccionar el producto de reacción también con fosgeno y amoniaco para obtener un compuesto que tenga la fórmula:



II

en la que X es un halógeno, R es hidrógeno o un alquilo inferior e Y es hidrógeno o carbanilo.

2a.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el compuesto que tiene la fórmula general I es trimetiloletano o trimetilolpropano.

3a.- Un método de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que el trihaloacetaldehído es tricloroacetaldehído.

4a.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que el agente de condensación deshidratante es ácido sulfúrico.

5a.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que el producto de reacción se recupera de la mezcla de reacción.

6a.- Un método para la preparación de nuevos compuestos cíclicos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.



25
237757

Esta Memoria consta de cinco hojas y la presente es-
critas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 25 Set

P.A.

Alberto de Elizagui
Alte