

AÑO 1958

Expediente núm.



942817

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** INVENCIÓN por 20 años, en España

a favor de

Don Luis Pitarch Castells, de nacionalidad

española domiciliado en Barcelona

calle de Urgel núm. 104.

por:

NUEVO PROCEDIMIENTO DE OBTENCIÓN DE DERIVADOS DE 3-MINHOISO-CANFANO.

Nº 4668

Agente Sr. I. PONTI



242817

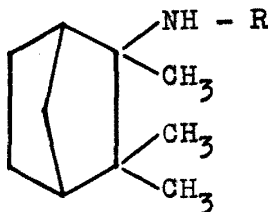
P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

a favor de Don LUIS PITARCH CASTELLS, de nacionalidad española, residente en Barcelona, Calle Urgel, 104, por "NUEVO PROCEDIMIENTO DE OBTENCIÓN DE DERIVADOS DE 3-AMINOISOCANFANO".

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento de obtención de productos substituidos del 3-aminoisocanfano.



en cuya fórmula R quiere indicar un radical alquilo lineal o ramificado.

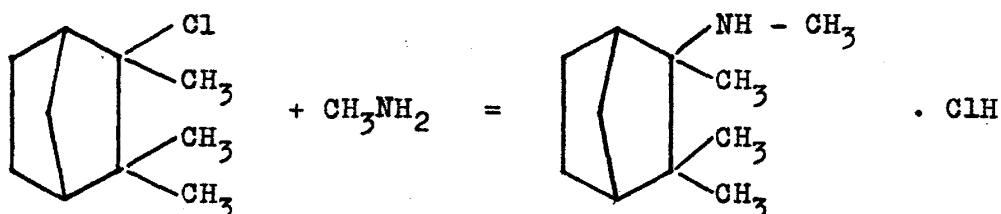
Este nuevo procedimiento consiste en la reducción



242817

y alcoholación simultaneas del 3-nitroisocanfano, mediante la acción del hidrógeno en presencia de aldehidos o cetonas y de niquel de Raney.

5. Algunos derivados alcoholados en el grupo amino del isocanfano han sido descritos en la literatura, por ejemplo el 3-metilaminoisocanfano ha sido estudiado por G.A. Stein y colaboradores (J.Am.Chem.Soc. 1956,1514), que lo han obtenido del clorhidrato de canfeno y metilamina.



10. En cambio el 3-aminoisocanfano puede obtenerse normalmente, por ejemplo, reduciendo el 3-nitro isocanfano con sodio y alcohol (Hückel, Liebigs. Ann. Chem. 528-57).

15. Al 3-nitroisocanfano se llega mediante la reacción del clorhidrato de canfeno con nitrito argéntico (Hückel, Loc.cit) y la reducción subsiguiente conduce al 3-aminoisocanfano. Este puede ser condensado con aldehidos y cetonas que por hidrogenación pueden dar derivados monoalcoholados o dialcoholados en el nitrógeno.

20. En cambio de acuerdo con la presente invención se pasa directamente del compuesto nitro a los derivados aminoalcoholados.

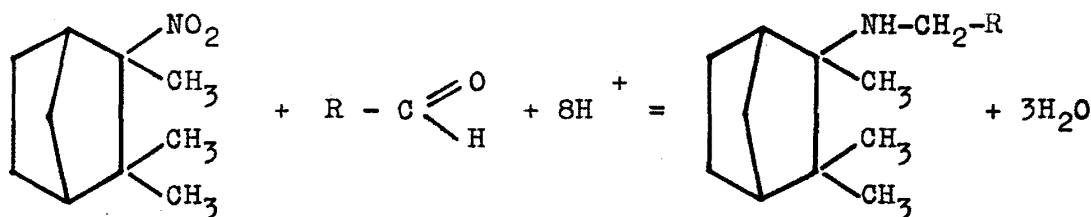
Tanto el derivado 3-nitro del isocanfano como su producto de hidrogenación 3-aminoisocanfano asi como algún derivado alcoholado han sido estudiados y descritos



242817¹¹

por algunos autores (Stein y Hüchel Loc.cits.), pero el nuevo procedimiento que se describe a continuación no ha sido citado con anterioridad.

5. El objeto de esta invención consiste esencialmente en la reducción del nitro derivado a amino derivado, condensación con aldehidos o cetonas y reducción simultánea de los compuestos intermedios formados mediante hidrógeno, en presencia de níquel de Raney



10. Para la mejor comprensión de cuanto queda expuesto, se describe a continuación dos casos prácticos de realización del procedimiento descrito, referidos a sendos casos, ejemplo particulares, sin carácter alguno limitativo.

EJEMPLO I: Obtención del 3-monometilaminocanfano:-

15. 18,3 grs. de nitro isocanfano, 15, 2, grs. de formaldehido del 40%, y 2 grs. de acetato sódico se disuelven en 200 cc. de etanol. Después de añadir 6 grs. de níquel de Raney se somete la mezcla a una presión inicial de 4 atmósferas con agitación y regulando la temperatura para que se mantenga
20. alrededor de 30°.

Después de cesar la absorción de la cantidad de hidrógeno calculada, se acidifica ligeramente la solución con clorhídrico décimo normal y se filtra el catalizador. Seguidamente se adiciona etilendiaminotetracetato sódico,

242817



- se concentra la solución por destilación al baño maría al vacío y se alcaliniza con hidróxido sódico del 30%; se extrae con tres porciones de 100 cc. de éter y, finalmente, con otra porción de 50 cc., se juntan las porciones y se desecan sobre carbonato potásico previamente calcinado. Se filtra el agente desecante y se hace pasar una corriente de gas clorhídrico seco con lo cual precipita el clorhidrato que después de lavado con éter previamente secado sobre sodio, hasta eliminar la reacción ácido, se deseca al vacío. Punto de fusión 248° - 250°. Puede purificarse por recristalización con acetona, alcohol etílico o isopropanol.
- 5.
- 10.

EJEMPLO II: Obtención del butilaminoisocanfano:-

- 18.3 grs. de nitroisocanfano, 14 grs, de aldehido butírico y 2 grs. de acetato sódico se disuelvan en 300 cc. de alcohol etílico. Se le añaden 6 grs. de níquel Raney y sométese la mezcla a una presión de 6 atmósferas manteniendo la temperatura alrededor de 30°. Una vez absorbido el hidrógeno calculado se acidifica la solución ligeramente con ácido clorhídrico décimo normal, se filtra el catalizador y se adiciona etilendiaminotetraacetato sódico. Se concentra al vacío y a baño maría y el residuo se alcaliniza con hidróxido sódico del 30% y se extrae con tres porciones de 100 cc. de éter; se juntan los extractos y se secan con carbonato potásico previamente calcinado. Se filtra el carbonato potásico y se pasa corriente de clorhídrico seco por la solución etérea hasta que haya precipitado todo el clorhidrato. Se filtra y se lava con éter anhidro
- 15.
- 20.
- 25.



242817

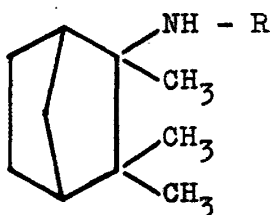
hasta eliminar la reacción ácida. El producto una vez secado funde a 214°.

- . -

N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente de invención:

5. 1. Nuevo procedimiento de obtención de derivados de 3-aminoisocanfano, de fórmula



10. en la que R es un radical alcohólico lineal o ramificado, que consiste esencialmente en utilizar como punto de partida el 3-nitroisocanfano, procediendo a la condensación y reducción simultánea del mismo con aldehidos o cetonas e hidrógeno, efectuando dichas operaciones en presencia de un catalizador tal como el níquel de Raney.

2. Nuevo procedimiento de obtención de derivados de 3-aminoisocanfano.

15. La presente memoria consta de cinco hojas foliadas, escritas a máquina por una sola cara.

Barcelona, a 11 de junio de 1958.

Luis PITARCH CASTELLS

p.a.