

RECEIVED BY THE PATENT OFFICE
7 OCT 1950
OFFICE OF THE PATENT OFFICE



261630
19.850
Nº 430 E

261630

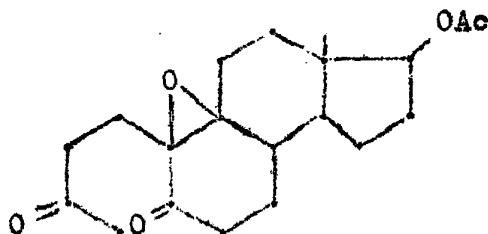
MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
PATENTE DE INVENCION
en
ESPAÑA
por VEINTE años
a nombre de LES LABORATOIRES FRANCAIS DE CHIMIOETHERAPIE,
entidad francesa, establecida en 35, Boulevard des Inva-
lides, Paris, Francia, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE LOS EPOXI-
DERIVADOS DEL CICLOPENTANONAFTALENO".

=====
El presente invento tiene por objeto un procedimien-
to de preparaci3n de los epoxy derivados del ciclopentano-
naftaleno, de f3rmula II:



261630



5

II

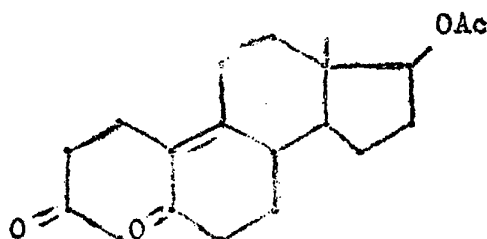
en la cual Ac representa el radical acilo de un ácido orgánico carboxílico.

10

Estos nuevos compuestos constituyen productos intermediarios útiles para la síntesis de esteroides y particularmente del estradiol. Todos los centros de asimetría de estos compuestos comportan evidentemente la orientación estereoespecífica deseada.

15

El procedimiento de preparación de los compuestos de fórmula II, objeto del invento, consiste esencialmente en someter los compuestos $\Delta^{8,9}$ 3-metil 7-ceto 8-(3"-ceto-butil) 3,4- [3'-aciloxi ciclopentano (2', 1')] octahidro naftalénicos, de fórmula I:



20

I

25

en la cual Ac tiene la significación arriba indicada, a la acción de agentes oxidantes que pueden saturar el doble enlace 8,9 por un puente oxidico, tal como particularmente los perácidos. Es especialmente ventajoso emplear como perácido el ácido perftálico.

30



El ejemplo siguiente, que se da a título puramente indicativo, permitirá comprender mejor el invento.

Los puntos de fusión son puntos de fusión instantánea, determinados sobre bloque de Maquenne. Las temperaturas se indican en grados centígrados.

Ejemplo: Preparación del 3-metil-7-ceto 8(3"-ceto-butil) 8,9-epoxi 3,4-[(3'-benzoxiciclopentano (2', 1'))] decahidronaftaleno, II. Ac = C₆H₅CO.

10 Se disuelven 0,100 gr. de $\Delta^{8,9}$ 3-metil 7-ceto 8-(3"-cetobutil) 3,4-[(3'-benzoxi ciclopentano (2', 1'))] octahidro naftaleno, I. Ac = C₆H₅CO, en 1 cc. de dicloroetano seco, después se añade, agitando, y en atmósfera de nitrógeno, 0,30 cc. de una solución etérea de ácido perftálico

15 al 25%. La mezcla reaccional se agita durante una noche a la temperatura ambiente, se aspira a la trompa a continuación el ácido ftálico formado y se lava la solución sucesivamente con una solución bisulfítica al 1%, con agua, con bicarbonato sódico y con agua. Se seca sobre sulfato sódico

20 y se evapora a sequedad en vacío para recoger una resina incolora, constituida por el compuesto II, Ac = C₆H₅CO. que se purifica por disolución en el éter isopropílico caliente y se cristaliza por enfriamiento con hielo. Rendimiento: 0,061 gr. (o sea, 60 % del teórico) de producto

25 que se presenta en forma de cristales prismáticos incoloros, p. de f. 147°. Este producto es soluble en la mayoría de los disolventes orgánicos habituales tales como el éter, la acetona, el benceno, el cloroformo, los alcoholes metílico y etílico, etc.; insoluble en el agua y en los

30 ácidos o alcalis diluidos acuosos.



- 4 -

Análisis: $C_{25}H_{30}O_5 = 410.49$

Calculado: C % 73.14 H% 7.37

261630

Encontrado: 72.9 7.5

5 El espectro I.R. muestra la presencia de tres bandas características de la función epóxido: 929-833-810 cm^{-1} .

Este producto no está descrito en la bibliografía.

10 El producto de partida, el compuesto I.Ac = C_6H_5CO , se obtiene por condensación del $\Delta^{9,10}$ 3-metil 7-ceto 3,4 [3'-benzoxi ciclopentano (2', 1')] octahidronaftaleno con el 1,3-dicloro 2-butenol en presencia de terc-amilato de sodio e hidrólisis del $\Delta^{9,10}$ 3-metil 7-ceto 8-(3"-cloro 2"-butenil) 3,4 [3'-benzoxiciclopentano (2', 1')] octahidronaftaleno resultante, como se ha descrito por la sociedad solicitante, en su solicitud de patente N° 259.015.

15 Se sobrentiende que el invento no se limita a las modalidades de puesta en práctica descritas anteriormente; se pueden emplear, particularmente, los equivalentes técnicos evidentes para el experto, sin apartarse por esto del marco del invento.

20 Se sigue estando dentro del marco del presente invento cuando se opera de acuerdo con el procedimiento anterior, sobre compuestos I, con Ac = CH_3CH_2CO , $C_6H_{11}CO$, $(NO_2)_2$ C_6H_3CO , etc.

25 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia, el 13 de Octubre de 1.959, bajo el número PV. 807.333, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



- N O T A -

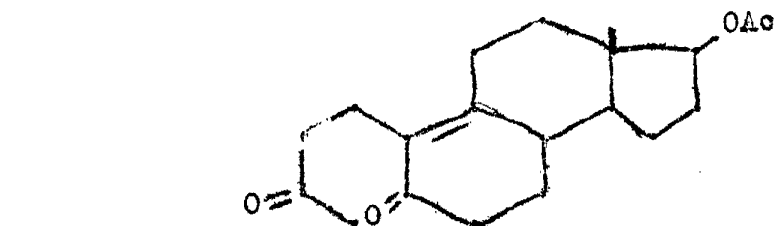
261630

5 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:

10 1ª. - Un procedimiento de preparación de los compuestos 3-metil 7-ceto 8-(3^{na}-ceto-butil) 8,9-epoxi 3,4-[3'-aciloxi ciclopentano (2', 1')] naftalénicos de fórmula:



20 caracterizado porque se someten los compuestos $\Delta^{8,9}$ 3-metil 7-ceto 8-(3^{na}-cetobutil) 3,4-[3'-aciloxi ciclopentano (2', 1')] octahidronaftalénicos de fórmula:



en la cual Ac tiene la significación arriba indicada, a la acción de agentes oxidantes.

2ª. - Un procedimiento según el punto 1ª, en un modo de ejecución particular, pero no limitativo, caracterizado porque el agente oxidante empleado es el ácido perftálico.

30 3ª. - Un procedimiento de preparación de los epoxi-



derivados del ciclopentanonaftaleno. **261630**

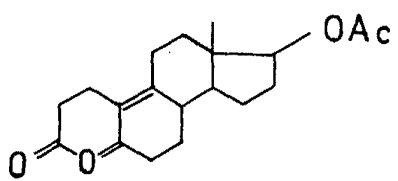
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña, y con los fines que se han especificado.

5 Esta Memoria consta de seis hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 11 OCT. 1966
P. A.
Aguero de Elzaburo
Por Poder
[Handwritten signature]

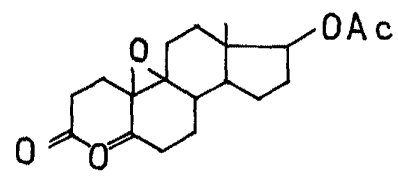
10

MIG/*[Handwritten signature]*



261630

I



II

Handwritten notes or signatures at the bottom right of the page.