

15 FEB 1923



284 177

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

284177

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

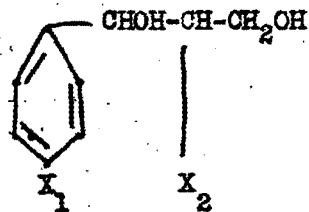
por VEINTE años

a nombre de D. LORENZO ROVIRA IGLESIAS, de nacionalidad española, residente en Diego de León, 49, Madrid, por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OKIDACION DE NITROFENIL ALCOHOLES".

Este invento se refiere a un nuevo procedimiento para la oxidación de un grupo alcohólico en cetónico en compuestos de la fórmula general

5





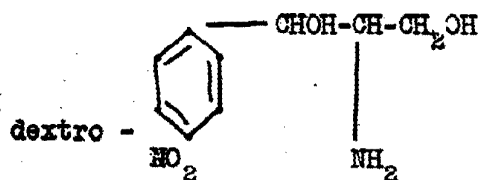
en que el oxidado es únicamente el alcohol secundario. X_1 puede ser un grupo NO_2 y X_2 un grupo NH_2 protegido o no por acetilación.

5 La oxidación ha de conducirse de tal forma que no pase a romper la molécula formando un ácido benzoico; ni que sea oxidado el alcohol secundario lo que también puede evitarse protegiendo este grupo.

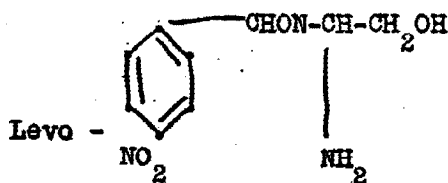
Por ser el grupo oxidado un carbono ópticamente activo, se transforma en una cetona, lo que permite por posterior reducción obtener un alcohol racémico del cual se puede separar el antípoda óptico del alcohol de partida, lográndose de este modo transformar el 50 % de un isómero dextro, por ejemplo, en el isómero leve.

Se puede así, partiendo del compuesto

15



20 transformar la mitad de él en el compuesto



25

y por sucesivas operaciones, prácticamente su total transformación.

Entre los muchos oxidantes ensayados hemos encontrado que el más adecuado para el proceso es el permanganato potásico; en determinadas condiciones.

30



Ejemplo I

En un matraz de un litro se disuelven 50 gramos de dextro base (dextro-1-paranitrofenil-2-acetamido-1-3 propanodiol), en 200 cc de acetato de etilo. A la disolución se añaden lentamente 25 gramos de permanganato potásico y un gramo de cloruro de manganeso disueltos en 300 cc de agua y calentados a 50°C. Se agitan continuamente para que se mezclen ambas disoluciones, y cuando ha terminado la reacción al cabo de unas dos horas, se deja en reposo hasta que se separan bien ambas capas. En la disolución etérea quedan nada más productos de resinificación. En la parte acuosa se precipita bióxido de manganeso y la cetona procedente de la oxidación de la dextro base. Se separa ésta disolviéndola con alcohol isopropílico; se calienta a ebullición cinco minutos con carbón activo, se filtra y se evapora el disolvente.

Se obtienen 28,5 gramos de producto puro.

Este producto se hidrogena por el método normal con isopropilato de aluminio, y se forma la base racémica (racemato-1-paranitrofenil-2-acetamido-1-3-propanodiol), del cual por los métodos clásicos se separan la levo y la dextro base, volviendo de nuevo a hacer la misma operación con esta última.

25

EJEMPLO II

En un matraz de un litro se disuelven 25 gramos de permanganato potásico y dos gramos de sulfato de manganeso en 300 cc de agua; se calienta a 50°C. Sobre esta disolución y agitando sin cesar se añade lentamente otra disolución de

30



50 gramos de acetil dextro base en 200 cc de alcohol metílico. Al cabo de una hora y manteniendo durante ella los 50°C se deja enfriar. Se separa una mezcla de bióxido de manganeso y la cetona procedente de la oxidación que se trata exactamente igual a como se indica en el ejemplo anterior.

Se obtienen 28 gramos de la cetona pura.

N O T A

10

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:

16 12. - Procedimiento para la oxidación de nitro fenil alcoholes caracterizado por el hecho de que un alcohol secundario se oxida a cetona.

22. - Procedimiento en que el alcohol es concretamente el dextro- parnitrofenil-2-amino, 1, 3, propanodiol.

20 32. - Procedimiento en que el grupo alcohólico oxidado es solamente el secundario, obteniéndose la cetona 1-paranitrofenil-2, amino, 3, propanol-1, ona.

26 42. - Procedimiento en el que el agente oxidante es el permanganato potásico, haciéndose la operación a unos 50°C en fase heterogénea.

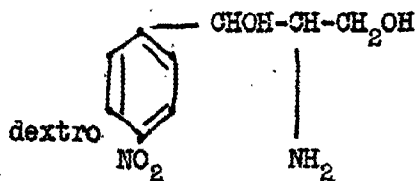
30 52. - Procedimiento según los puntos anteriores por el que puede transformarse un alcohol dextro en una cetona y por reducción de esta en el mismo alcohol, pero racémico. Por consiguiente, separando los isómeros y con nuevas operaciones se puede transformar un isómero óptico dextro en el



correspondiente levo..

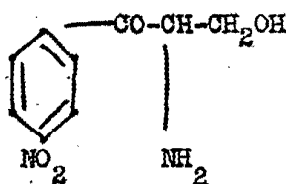
69. - Procedimiento según se reivindica en los puntos anteriores para la oxidación de nitroalcoholes, concretamente de el

5



10 transformándolo en la cetona

15



72. - Procedimiento para la oxidación de nitrofenil alcoholes.

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

20

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

Madrid,

195 ENE 1963

P.A.
Alfonso de Elizabete
Por Poder

284177

JVM