



298405

PATENTE DE INVENCION

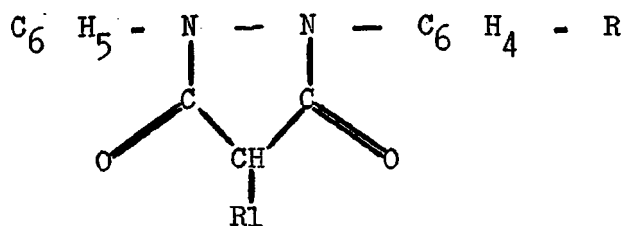
por VEINTE años  
a favor de D. Artur PEREIRA DA LUZ  
de nacionalidad portuguesa  
residente en LISBOA (Portugal) Rua Luciano Cordeiro, 41  
por: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COMPUESTOS HETEROCICLI-  
COS SUSTITUIDOS"

- - -

M e m o r i a   d e s c r i p t i v a

Esta memoria se refiere, como su enunciado indica, a un procedimiento para preparar compuestos heterociclicos sustituidos, derivados de las 3,5 dioxopirazolidinas correspondientes a la fórmula general:

5.-



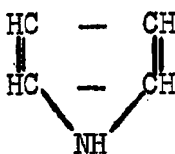
Los compuestos heterociclicos, tanto los de anillo

38405



pentagonal como exagonal, se caracterizan por ser compuestos de cadena cerrada cuyo anillo o en alguno de ellos, hay uno o más elementos distintos de carbono.

- 5.- Las combinaciones más importantes con anillos de cinco átomos, siendo uno de ellos distinto al carbono, son: el Furano, el Tiofeno y el Pirroo cuya fórmula es



- 10.- Sustituyendo un grupo CH del Pinol por nitrógeno se obtiene Imidazol o su isómero Pirazol.

El Pirazol adiciona dos hidrogenos y forma la Pirazolina.

- 15.- Por otro lado los hidrocarburos aromáticos de cadena cerrada, guardan estrecha relación con el benzeno y éste, como sus derivados, reacciona facilmente con el ácido nítrico para formar nitrocompuestos aromáticos.

- 20.- Uno de estos nitrocompuestos es el nitrobenzeno que mediante reducción en medio alcalino se descompone en azobenzeno e hidrazobenzeno de fórmula  $\text{C}_6\text{H}_5\text{-NH-NHC}_6\text{H}_5$ .

Sabido es que en un hidrocarburo benzénico la eliminación de un átomo de hidrogeno, dá lugar a un radical monovalente que se denomina en general arilo si la valencia corresponde a un carbono del núcleo benzenico.

- 25.- Combinando los compuestos anteriormente descritos, nos encontramos de nuevo ante la formula general en la cual "R" representa un grupo álquilo o arilo, sustituido o no, o bien cualesquiera otros grupos tales como los: alcoxi, aciloxi, amino, alquilemino, acilamino, hidroxialquil, ari-

298405

lazo, mercapto, sulfanil, nucleos condensados o heterociclicos.

"R", representa en la fórmula un grupo alquilo de 3 á 6 átomos de carbono.

- 5.- El método de producción consiste en hacer reaccionar el derivado respectivo del hidrazobenzeno (con el grupo "R" debidamente protegido, o no, según los casos) y el dicloruro del ácido.n-alquil-halógeno malónico, según el método de Mukherjes y Gupta para compuestos análogos en que "R" = "H" (J. INDIAM CHEM. SOC. 30 841 (1953))

10.- Para la mejor comprensión de cuanto antecede a título de ejemplo; preparamos:

1 (p-hidroxifenil-2-fenil-4-n-butilpirazolidina-3,5-diona).

- 15.- Se toman 72,5 grs. de p-acetoxihidrazobenzemo en 300 ml. de éter bien seco, añadidos gota a gota con agitación a 80,0 grs. de dicloruro de ácido bromobutilmalónico en 900 mls. de una mezcla de dietilanilina al 10% y éter al 90%.

- 20.- Tras doce horas de reacción, durante las cuales se ha mantenido la temperatura aproximadamente a cero grados centígrados, la mezcla se extrajo tres veces con 150 ml. de sosa caustica 2N y los extractos alcalinos combinados se agitaron con 150 ml. de éter.

- 25.- Después, se elevó la temperatura de la solución acuosa a 50°-60° C. para hidrolizar el acetato, y, una hora más tarde, se trató con carbón vegetal, se filtró y se añadieron 75 ml. de ácido clorhídrico concentrado.

Se extrajo la solución acuosa con 350 ml. de acetato



298405

de etilo, y el extracto orgánico se secó durante doce horas sobre sulfato de sodio anhidro.

5.- Por evaporación del solvente a presión reducida, se obtuvo por recristalización y precipitación con éter de petróleo con benzeno, más éter, los cristales del producto deseado.

Rendimiento: 39 gr. (35%). Punto de fusión: 125-8°C.

10.- De lo que se deduce, que estamos ante un procedimiento nuevo de obtención de derivados 3,5 -dioxopirazolidinas según la fórmula general, rentable a todas luces para proyectarlo a escala industrial, debido a la economía que supone el uso de los componentes que entran en la reacción, el poco tiempo empleado en el proceso químico y el rendimiento que se obtiene no conseguido en el momento presente por ninguno de los procedimientos conocidos para la obtención de compuestos heterocíclicos sustituidos.

15.-  
20.- Descrita suficientemente la naturaleza y objeto de la presente invención, así como la forma en que la misma puede ser llevada a la práctica, se hace constar que en la misma podrán variar componentes, temperatura, tiempo de reacción, agentes catalíticos y en general aquellos otros detalles accesorios o secundarios que no alteren, cambien ni modifiquen la esencialidad propuesta.

25.- Los términos en que queda redactada esta memoria, son ciertos y fiel reflejo del objeto descrito, debiéndose tomar en su sentido más amplio y nunca en forma limitativa.

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad en España, el con-



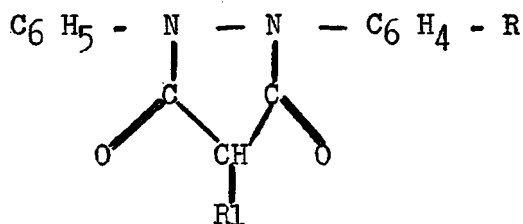
2 984 05

tenido de las siguientes:

REIVINDICACIONES

5.- 1ª.- Procedimiento para preparar compuestos heterociclicos sustituidos, esencialmente caracterizado por emplear el método de hacer reaccionar el dicloruro de ácido malónico disustituido en el átomo de carbono metilénico por un grupo butilo y por un halógeno, y el derivado apropiado del hidrazobenzeno para preparar compuestos de la fórmula general

10.-



15.-

En la que "R" representa en grupo álquilo o árilo, sustituido o no, o cualquiera otros grupos tales como los alcoxi, aciloxi, amino, alquilamino, acilamino, hidroxil, hidroxialquil, arilazo, mercapto, sulfanil, núcleos condensados o heterociclos y que "R1" representa un grupo álquilo de 3 á 6 átomos de carbono.

20.-

2ª.- Procedimiento para preparar compuestos heterociclicos sustituidos, según reivindicación primera y caracterizado porque en la fórmula general "R1" es un grupo n-butilo y "R" un grupo hidroxil en posición para.

25.-

3ª.- PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COMPUESTOS HETEROCICLICOS SUSTITUIDOS.

Todo ello conforme se describe y reivindica en la memoria que antecede que consta de SEIS hojas escritas a



máquina por una sola de sus caras.

298405

Madrid, 7 de Abril de 1.964