

323985



323985

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

a favor de Don Juan BLADÉ PIQUÉ, de nacionalidad española, residente en Barcelona, calle Vallirana, 7, por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE DERIVADOS DEL IMIDAZOL".

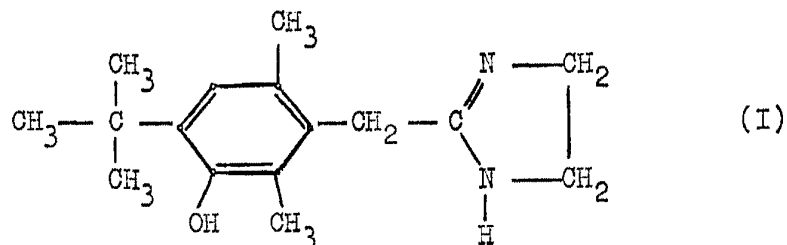
- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención consiste en un nuevo procedimiento para la obtención de un derivado del imidazol.

Más concretamente se refiere a la obtención del 6-tert-butil-3-(2-imidazolin-2-ilmetil)-2,4-dimetilfenol,

5. de fórmula:



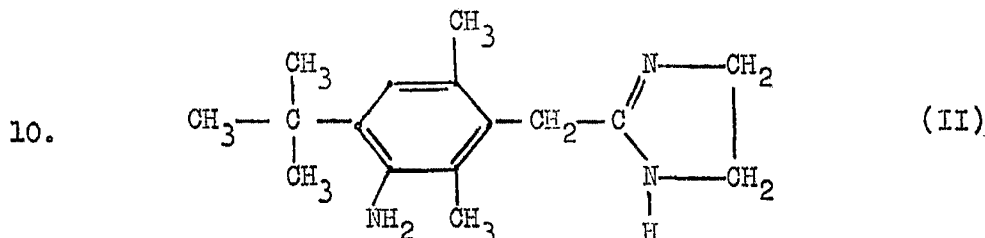
10.

323985



Las sales de dicha substancia con ácidos fisiologicamente tolerables poseen notables propiedades vasoconstrictoras, que las hacen sumamente aptas para la descongestión de la mucosa nasal.

5. Este nuevo procedimiento está caracterizado por la previa obtención de la substancia 6-tert-butil-3-(2-imidazolin-2-ilmetil)2,4-dimetilanilina, de fórmula:



15. seguida de la transformación de (II) en (I), mediante diazoción e hidrólisis del grupo amino aromático a hidroxilo fenólico.

20. La substancia (II), puede obtenerse por reacción del 2,6-dimetil-4-tert-butil-3-aminobencilcianuro u otro derivado ácido funcional del ácido 2,6-dimetil-4-tert-butil-3-amino-fenilacético, con etilendiamina o con un derivado en el nitrógeno de esta substancia. La substancia (II) puede formarse directamente, o bien con producción de otras substancias intermedias, como por ejemplo el hidrocloreuro del amidoetiléter correspondiente.

25. Para mejor comprender el espíritu de la invención, y no como limitación vamos a exponer el siguiente ejemplo.

E J E M P L O

Se trata el m-xileno con cloruro de tert-butilo

323985

26



en presencia de un catalizador del tipo del cloruro férrico, ácido sulfúrico, trifluoruro de boro, etc. Se obtiene el 1,3-dimetil-5-tert-butyl-benceno. Punto de ebullición 82°C a 11 mm Hg.

5. Al hacer reaccionar el 1,3-dimetil-5-tert-butyl-benceno con formaldehído y ClH concentrado, durante 7 horas, a 60-70°C, separar la capa orgánica, diluir con éter lavar con agua, bicarbonato sódico y agua, secar con sulfato sódico y destilar, se obtiene el 1,3-dimetil-2-clorometil-5-tert-butylbenceno.
10. Por tratamiento de dicha substancia con una mezcla de anhídrido acético, ácido acético y acetato sódico en las condiciones normales, verter la mezcla sobre hielo, extraer con éter, lavar con agua fría y extraer el éter por destilación, se obtiene el acetato del alcohol 2,6-dimetil-4-tert-butyl-bencílico.
15. Dicha substancia se somete a nitración con una mezcla de ácido acético, anhídrido acético y ácido nítrico; se diluye con éter, se lava con agua, bicarbonato sódico, agua, se deseca con sulfato sódico y se lleva a sequedad. Se aísla el acetato del alcohol 2,6-dimetil-4-tert-butyl-3-nitrobencílico, que al recristalizarlo en éter de petróleo funde a 64-65°C. Al tratar dicho éster con ácido clorhídrico en las condiciones usuales, se obtiene el cloruro de 2,6-dimetil-4-tert-butyl-3-nitrobencilo. Esta substancia se trata con cianuro sódico en dimetilsulfóxido anhidro, obteniéndose el nitrilo correspondiente, que recristalizado en benceno, funde a 93,5-94°C. Este nitrilo se reduce con zinc y acético, aislándose el nitrilo del ácido 2,6-dimetil-4-tert-butyl-3-
- 20.
- 25.



323985

amino-fenilacético, de punto de fusión 107°C.

- Al tratar el nitrilo precedente con etanol y clorhídrico gaseoso, llevar a sequedad y lavar repetidamente con éter, se obtiene el diclorhidrato de 2,6-dimetil-4-tert-butil-3-aminofenilacetomido-etiléter que se
5. descompone a 238°C. Esta substancia tratada con etilendiamina en el seno de alcohol absoluto, llevada a sequedad, disuelta en ClH 2N, lavando la disolución acuosa repetidas veces con éter, alcalinizando con NaOH y extrayendo el prepipitado con éter, se forma la 6-tert-butil-3-
10. (2-imidazolin-2-ilmetil)-2,4-dimetil-anilina. Punto de fusión 142-143°C, recristalizando repetidas veces en éter. Por diazoación de esta substancia con NO₂Na y ClH, y subsiguiente hidrólisis a fenol, se obtiene el 6-tert-butil-
15. -3-(2-imidazolin-2-ilmetil)-2,4-dimetilfenol. Recristalizado en benceno presenta un punto de fusión de 181-183°C. Por disolución en alcohol y éter en caliente, paso de clorhídrico gas seco, tiene lugar la precipitación del hidrocioruro. Punto de descomposición 312°C.
20. Serán independientes del alcance de la invención los detalles accesorios y demás características que no alteren su esencialidad, utilizadas en la puesta en práctica de la misma, tales como los medios y aparatos utilizados para ello, por quedar todo comprendido dentro
25. del espíritu de las siguientes reivindicaciones.

323985

26

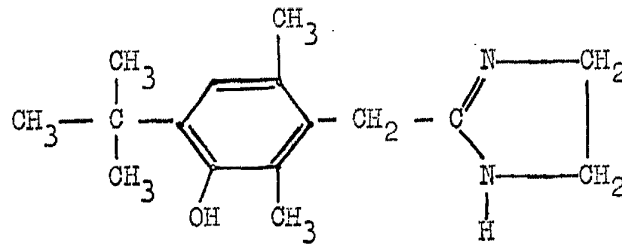


N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente de invención:

1. Procedimiento para la obtención de derivados del imidazol, especialmente del 6-tert-butil-3-(2-imidazolín-2-ilmetil)-2,4-dimetilfenol, de fórmula:

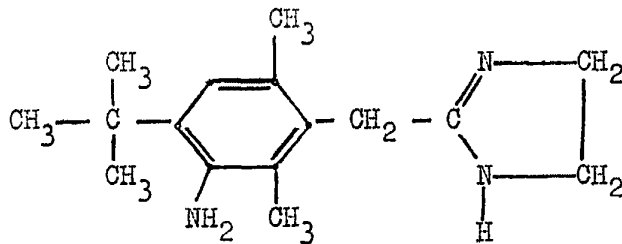
5.



10.

caracterizado por el hecho de someter la 6-tert-butil-3-(2-imidazolín-2-ilmetil)-2,4-dimetilanilina, de fórmula:

15.



a una reacción de diazoción e hidrólisis, de manera que el grupo amino aromático es substituído por un hidroxilo fanólico.

20.

2. Procedimiento para la obtención de derivados del imidazol, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizados por el hecho de obtener la 6-tert-butil-3-(2-imidazolín-2-ilmetil)-2,4-dimetilanilina por reacción de un derivado ácido funcional del ácido 2,6-dimetil-4-tert-butil-

25.



323985

-3-amino-fenilacético con etilendiamina o con un derivado en el nitrógeno de esta substancia.

5. 3. Procedimiento para la obtención de derivados de imidazol, de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que el derivado ácido funcional del ácido 2,6-dimetil-4-tert-butil-3-amino-fenil-acético es el 2,6-dimetil-4-tert-butil-3-aminobencilcianuro.

10. 4. Procedimiento para la obtención de derivados del imidazol, de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de formar el citado derivado ácido funcional a partir del nitrocompuesto correspondiente, obtenido por nitración del acetato del alcohol 2,6-dimetil-4-tert-butil-bencílico.

15. 5. Procedimiento para la obtención de derivados del imidazol, de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de obtener el acetato del alcohol 2,6-dimetil-4-tert-butil-bencílico, por tratamiento del 1,3-dimetil-5-tert-butil-benceno con formaldehído y ácido clorhídrico, seguido de la acetilación del clorometilcompuesto, formado, con ácido acético - anhídrido acético.

20.

6. Procedimiento para la obtención de derivados del imidazol.

Todo ello según queda descrito y reivindicado en la presente memoria que consta de siete hojas foliadas

323985



escritas a máquina por una sola cara.

Barcelona, 26 de febrero de 1.966

Juan BLADE PIQUE

p.a. 