

334953

LS DIC.



P A T E N T E   D E   I N V E N C I Ó N  
=====

a favor de

SOCIETE D'ETUDES SCIENTIFIQUES ET INDUSTRIELLES DE L'ILE-DE-FRANCE  
de nacionalidad francesa - domiciliada en 46, Boulevard de Latour-  
Maubourg, PARIS (Francia),

por :

"Procedimiento para preparar derivados de 3-nitro-4-halofenol".

-----:oOo:-----

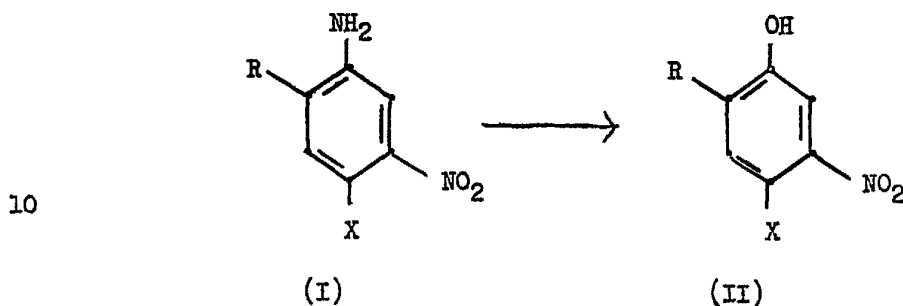
Memoria descriptiva

El presente invento se refiere a un procedimiento para preparar derivados de 3-nitro-4-halofenol de la fórmula general (II), el cual comprende la reacción de derivados de 3-nitro-4-haloanilina de



la fórmula general (I) con ácido nitroso ó nitritos metálicos en presencia de un ácido, y el tratamiento de las sales de azonio resultantes con agua, para obtener derivados de 3-nitro-4-halofenol de la fórmula general (II).

5 La reacción de este invento se expone en el esquema general siguiente :



donde R es alcoxicarbonilo ó alquilo, y X es un halógeno.

15 Ejemplos del grupo alcoxicarbonilo precitado son radicales metoxicarbonilo, etoxicarbonilo, butoxicarbonilo, isobutoxicarbonilo, etc.; ejemplos del grupo alquilo son metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, pentilo, etc.; y ejemplos del halógeno son cloro, bromo, etc.

20 La reacción de este invento se efectúa generalmente tratando una 3-nitro-4-haloanilina (I) con ácido nitroso ó nitrito metálico en presencia de un ácido, y luego las sales de diazonio resultantes con agua. Se prefiere como ácido uno orgánico, como el acético, etc., ó una solución acuosa de un ácido inorgánico, por ejemplo, clorhídrico, perclórico, sulfúrico, fosfato monosódico, etc. Como  
25 ejemplo de nitritos metálicos se mencionan nitritos de sodio, de potasio, de magnesio, de calcio, de bario, de níquel, de cobre, de mercurio, de plata, etc.

30 Las sales de diazonio resultantes de la reacción, sin ser aisladas de la mezcla reaccionante, se descomponen con agua para obtener el compuesto buscado (II); y también, después de aislarlas de



dicha mezcla a bajas temperaturas, ó de convertirlas en otras sales, pueden ser descompuestas con agua para obtener los compuestos (II) objeto del invento. En general, es preferible descomponer el diazonio con agua, calentando más ó menos intensamente.

5 Los compuestos objeto de este invento, derivados de 3-nitro-4-halofenol (II), son originales y útiles como intermediarios clave para preparar, por ejemplo, N-(2-dialquilaminoalquil)-2-alcóxido-4-amino-5-halobenzamidas dotadas de actividades médicas provechosas, tales como analgésicas, antiespasmódicas, sedantes, anestésicas y anti-  
10 tieméticas.

El siguiente ejemplo servirá para ilustrar el invento.

E J E M P L O  
=====

15 En una mezcla enfriada de 40 ml de ácido sulfúrico concentrado y 6 g de nitrito de sodio, se vertió a gotas una solución de 14,4 g de 4-cloro-5-nitro-ortotoluidina disueltos en 185 ml de ácido acético glacial, agitando y manteniendo la temperatura de la mezcla a menos de 20 °C. Después de agregar a gotas toda la solución, la mezcla se siguió agitando una hora, y después se le añadió ácido sul-  
20 fúrico diluido, preparado diluyendo 80 ml de ácido sulfúrico concentrado con 60 ml de agua. La mezcla reaccionante se calentó una hora en un baño de aceite a 150 °C, agitando, y se dejó en reposo sin cesar de agitar. Después de una noche de reposo, la mezcla se vertió en agua de hielo, para separar cristales, que se recogieron filtrando por succión. Luego se lavaron con agua de hielo, y se secaron,  
25 para obtener 12,12 g de 2-metil-4-cloro-5-nitrofenol crudo, p. fus. 142-144 °C, rendimiento 83,5 %. Recristalizado en etanol al 50 %, se obtuvieron agujas cristalinas purificadas, de color amarillo débil.

Análisis para  $C_7H_6O_3NCl$  :

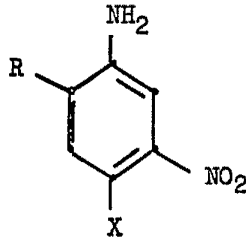
30 Calculado : C, 44,82; H, 3,22; N, 7,47; Cl, 18,90.  
Hallado : C, 44,98; H, 3,31; N, 7,60; Cl, 18,90.

19 DIC 1966

N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente :

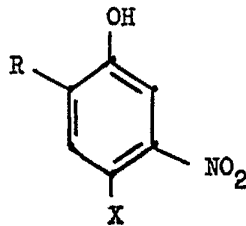
1. - Procedimiento para preparar derivados de 3-nitro-4-halo-  
lofenol, caracterizado por hacer reaccionar un derivado de 3-nitro-4-  
5 haloanilina de la fórmula general :



10

donde R designa un grupo alcoxicarbonilo ó alquilo y X un átomo de ha-  
lógeno, con ácido nitroso ó una sal metálica del mismo, en presencia  
de un ácido, y tratar la sal de azonio resultante con agua, para ob-  
tener un derivado de 3-nitro-4-halofenol de la fórmula general

15



donde R y X tienen los significados antedichos.

20

2. - Procedimiento para preparar derivados de 3-nitro-4-ha-  
lofenol.

Esta memoria consta de cuatro páginas, escritas por una so-  
la cara.

BARCELONA.

19 DIC. 1966

P. A.