

SECCION TECNICA  
CLASIFICACION I. P. C.  
CLASE C07 A61  
SUBCLASE C K



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

384451

por "UN NUEVO PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DERIVADOS METILADOS DE TRIFENOLES", a favor de la firma española ANTONIO GALLARDO, S.A., domiciliada en BARCELONA, calle Cardoner, 72-74.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

En la presente Patente de Invención se describe un nuevo procedimiento más simple, económico y eficaz para la obtención de derivados metilados de fenoles, de interés farmacológico.

5. Los procedimientos hasta ahora descritos para la metilación de fenoles fueron de buen rendimiento tanto para monofenoles como difenoles, pero estos mismos procedimientos aplicados a los trifenoles, no dieron los resultados apetecidos.
10. La mayor parte de los métodos pasan por deriva-



384451

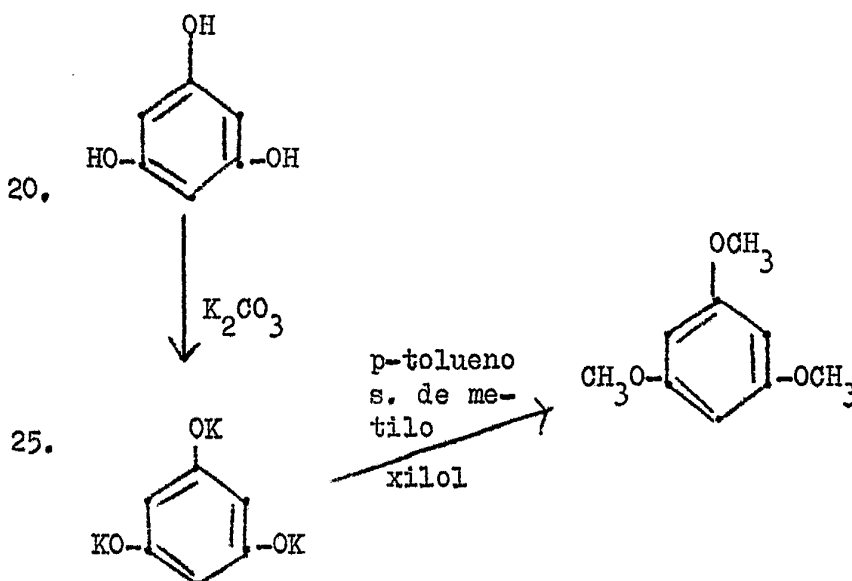
dos intermedios para llegar a la obtención final de fenoles trimetilados, alargándose con ello su síntesis y encareciendo por tanto los resultados obtenidos.

- La presente invención se refiere a la obtención
5. en una sola reacción de los compuestos trimetilados de fenoles aplicando para ello un reactivo, el p-tolueno sulfonato de metilo.

- La reacción consiste en la formación de una
10. sal potásica del trifenol por reacción de éste con carbonato potásico y posterior reacción con el reactivo propuesto, p-tolueno sulfonato de metilo, con ello en unas horas y en el mismo reactor se obtiene el compuesto trimetilado.

La reacción se verifica según el esquema:

15.



384451

OCT 1953



ésta se puede controlar por cromatografía en capa fina según se describe en el ejemplo siguiente:

EJEMPLO:

5. En un matraz de reacción de 500 cc., con agitación mecánica, embudo de adición, trap y refrigerante a reflujo se colocan 10 grs. de (Trifenol simétrico) 1,3,5 trihidroxi benceno (0,07 mol.) en 350 cc. de xileno seco, se calienta hasta ebullición y se adiciona en pequeñas porciones 25,5 gr. (0,85 ml.) de carbonato potásico anhidro pulverizado.

10.

Se mantiene la ebullición durante dos horas más después de las cuales se recogieron en el trap 2 cc. de agua (calculado teórico 2,14 cc.). Posteriormente se añade gota a gota una solución de 15 grs. de p-toluenosulfonato de metilo disuelto en 15 cc. de xileno seco.

15.

Se observa en este momento un desprendimiento de  $\text{CO}_2$  (formación de espuma en reacción) y se continúa la agitación hasta que desaparece totalmente el desprendimiento, aproximadamente dos horas.

20.

El producto se filtra para separar las sales, se evapora en vacío a sequedad y el compuesto se cristaliza de éter-éter de petróleo en frío, se obtiene un rendimiento del 90% de 1,3,5-trimetoxi benceno de P.F. 52-54°.

25.

El final de la reacción se puede controlar por cromatografía, aluyente éter-éter de petróleo 60/40 revelador  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y calor.

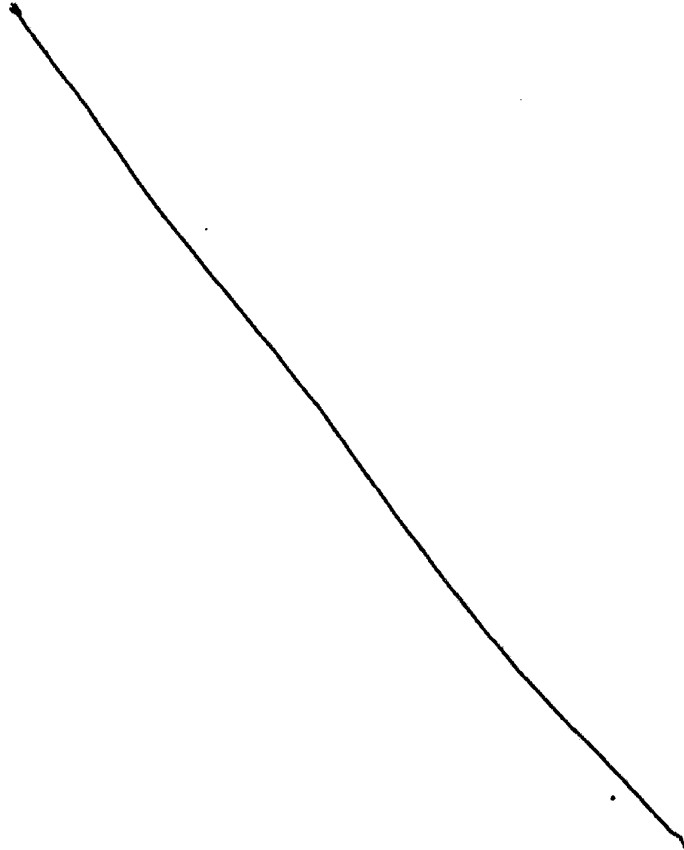
= 4 =



384451

Los mismos resultados se obtuvieron con los trifenoles asimétricos y vecinal oxihidroquinona y porogalol respectivamente.

= . =





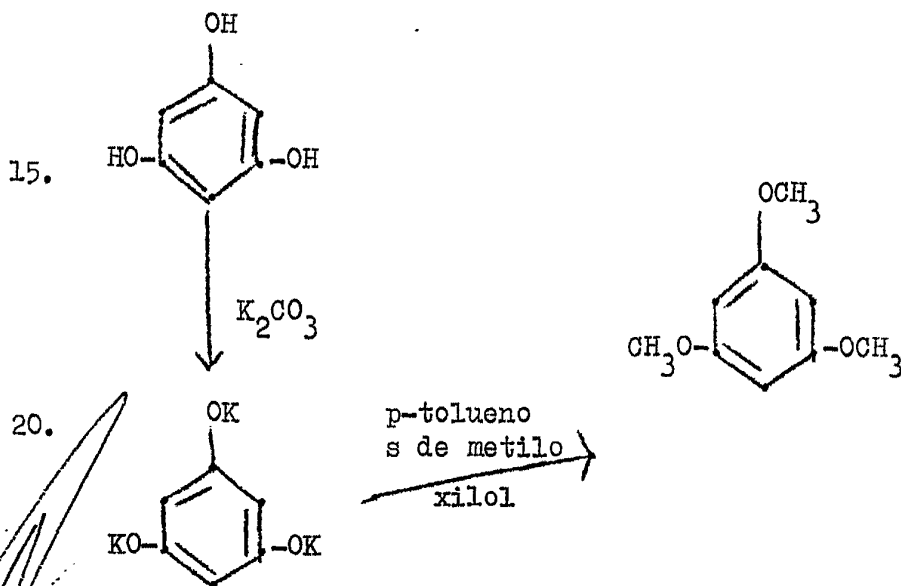
384451

13 OCT 1970

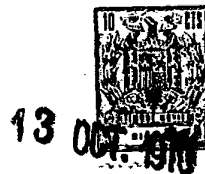
REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones.

- 1.- Un nuevo procedimiento para la obtención de
5. derivados metilados de trifenoles, caracterizado por la formación de una sal potásica del trifenol, por tratamiento de éste con Carbonato Potásico y posterior reacción con el reactivo propuesto, p-tolueno-sulfonato de metilo, con
10. ello en unas horas y en el mismo reactor se obtiene el compuesto trimetilado.



= 6 =



384451

2.- Un nuevo procedimiento para obtención de derivados metilados de trifenoles.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 6 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 13 Octubre 1970

p. a.

  
P. P. **JAIME ISERN**  
firmado: JOSE RODRIGUEZ

mpc.

