

389258

15.4



PATENTE
DE
INVENCION

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>e 07</u>
SUBCLASE <u>e</u>

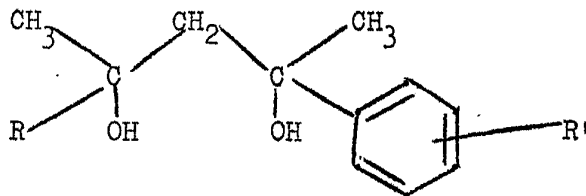
por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PENTANO DIOLES
(2,4) SUSTITUIDOS", a favor de la firma española ANTONIO
GALLARDO S.A., residente en BARCELONA, Cardoner 72-74.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

En la presente patente de invención se describe
un procedimiento para la obtención de pentano dioles (2,4)
sustituidos de la siguiente fórmula:

5.



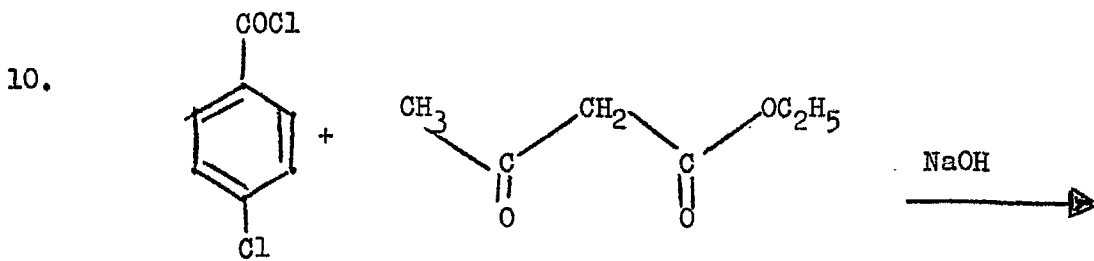
389258



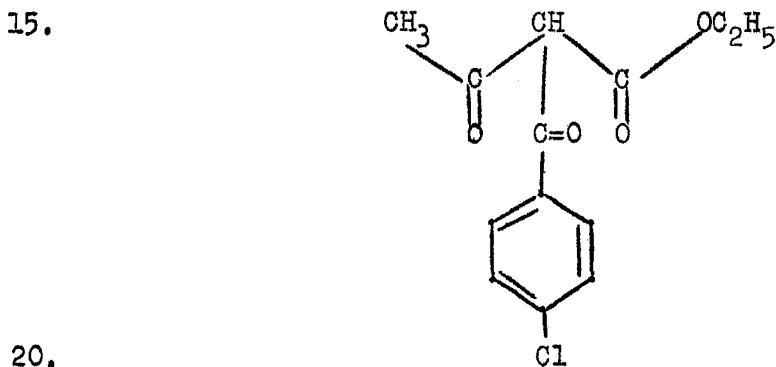
donde

R, es CH₃ ó un radical alquilo de bajo peso molecular,
R', es H, CH₃ un radical alquilo de bajo peso mole-
cular, NO₂, NH₂, Cl, Br, I, F.

5. El procedimiento consiste en hacer reaccionar a temperatura entre 20 y 50° un cloruro de ácido, como el p-Cl-cloruro de benzoilo, con aceto acetato de etilo según el esquema



Obteniéndose el compuesto de la fórmula

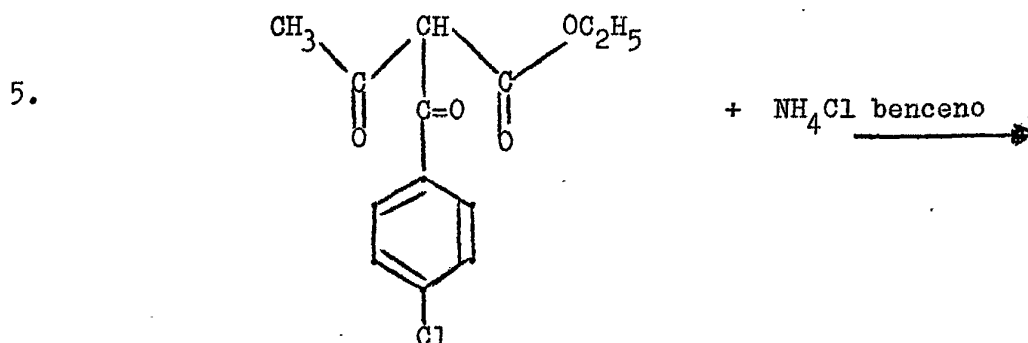


= 3 =

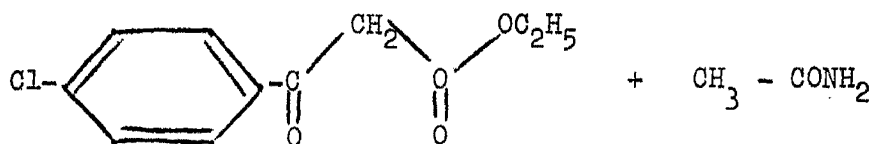
389258



El producto resultante de la anterior reacción es tratado a continuación con Cloruro Amónico en disolución bencénica según el esquema:



10. Obteniéndose el compuesto: p-clorofenil aceto aceto de etilo



15.

Que a su vez en reacción con un halogenuro de alquilo en unas síntesis de Grignard dá lugar a la formación de los derivados de pentanos dioles, 2,4 sustituidos que es el fin del procedimiento objeto de patente.

389258



EJEMPLO 1

5. En un balón de 250 ml. de capacidad, equipado con agitador mecánico y dos embudos de adición se introducen en el balón 50 c.c. de agua, 25 c.c. de éter de petróleo 95-100 y 19,5 grs. (0,1495 moles) de acetato de etilo recién destilado, se enfría la mezcla con un baño exterior de agua y hielo a 5°C y se añaden 6,5 cc. de NaOH al 33% (0,214 moles).

10. Se agita vigorosamente y se va añadiendo simultáneamente por medio de los dos embudos de adición, 27 c.c. de NaOH al 33% (0,89 moles) y 28,3 grs. de Cloruro de beta-Clorobenzoilo (0,159 moles).

La adición dura 20 minutos y una vez acabada, se seca el baño de hielo y se calienta a 35° durante 90 minutos.

15. Se detiene la agitación y todo el contenido del matraz se lleva a un Erlenmeyer de 500 c.c. de capacidad, con agitación, a continuación se añaden 40 c.c. de benceno y 16 grs. de cloruro amónico cristalizado. La agitación dura una noche y una vez finalizada se extrae con benceno y se lava este tres veces con agua fría. Se seca el benceno con sulfato sódico anhidro y se evapora el disolvente.

20. El aceite residual, se destila a vacío 6 m/m y a una temperatura de 142-148°, se obtienen 12 grs. de producto, que se identifica como p-cloro-fenil-cetoacetato de etilo.

389258



EJEMPLO 2

- En un balón de 500 c.c. de capacidad con agitación, embudo de adición y refrigerante de reflujo, se hace pasar previamente una corriente de Nitrógeno seco. Se colocan 3,87
5. grs. (0,159 moles) de Magnesio en virutas y 70 ml. de éter etílico anhidro, se añadieron a continuación 22,6 grs. (0,159 moles) de cloruro de metilo en 25 ml. de éter anhidro, primero lentamente hasta que se inicia la reacción y posteriormente el resto en un período de unos 20 minutos aproximadamente.
10. Se deja después a temperatura ambiente durante 30 minutos y se añaden 12 grs. (0,053 moles) de p-cloro-ceto-acetato de etilo, obtenido según el ejemplo 1.
- La adición se realiza en 15 minutos aproximadamente, posteriormente se calienta a 40° durante media hora, se
15. filtra el contenido del matraz y se decanta la capa etérea que se lava con agua.
- Los extractos etéreos se secan y se concentran; a vacío cristalizando el compuesto; 2-metil-4-p-cloro-fenil-2,4-pentadiol PF=46,8°.

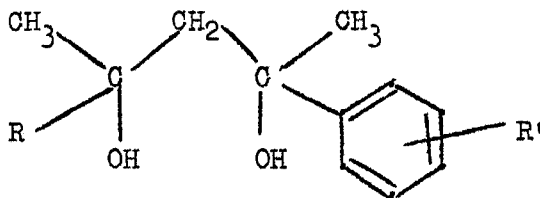
389258



N. O. T. A

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

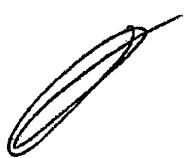
5. 1. Procedimiento para la obtención de pentano dioles (2,4) sustituidos, de la siguiente fórmula:



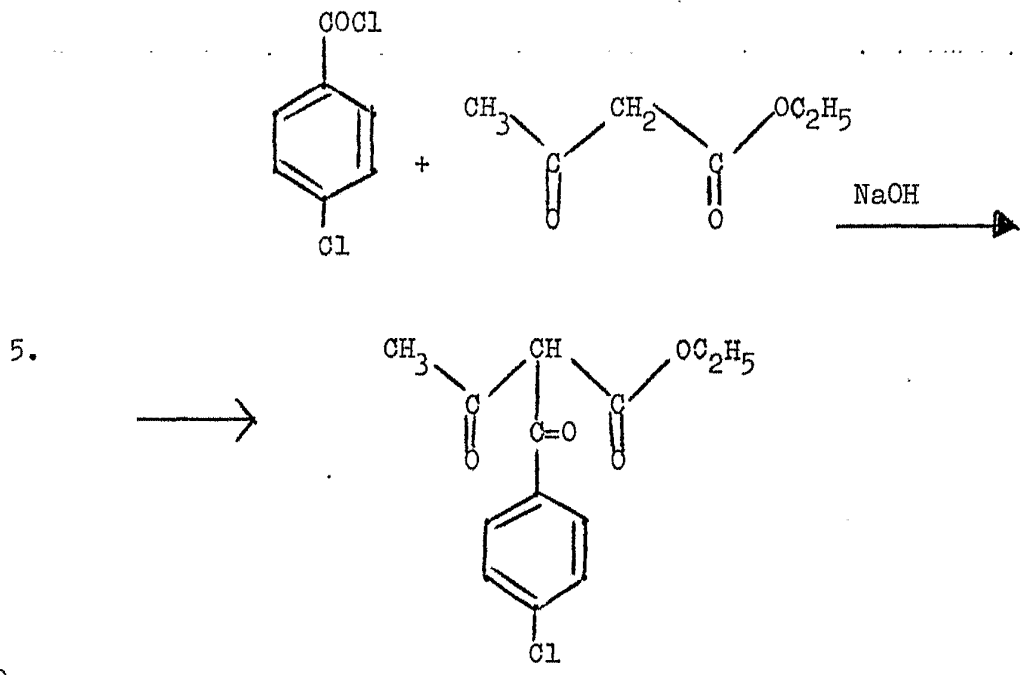
10. en la que

R es CH₃ o un radical alquilo de bajo peso molecular y R' es hidrógeno, CH₃, un radical alquilo de bajo peso molecular, NO₂, NH₂, Cl, Br, I, F,

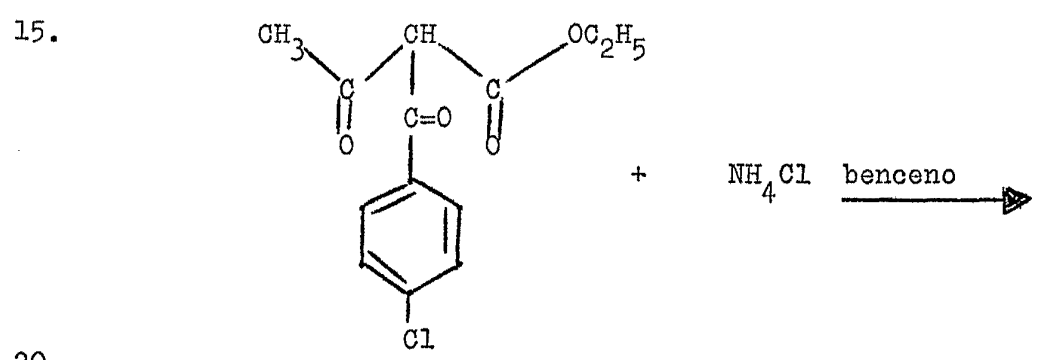
15. caracterizado por hacer reaccionar a temperatura entre 20 y 50°C. un cloruro de ácido, como el p-Cl-cloruro de benzoi-
lo, con acetato de etilo, según el esquema

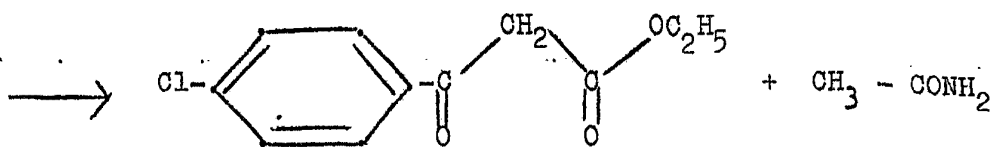


380258



2. Procedimiento según la reivindicación 1, para la obtención de pentano dioles, caracterizado por hacer reaccionar el producto resultante según la reivindicación 1 con cloruro amónico, según el esquema





5. (p-clorofenil-aceto acetato de etilo)

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, para la obtención de pentano dioles, caracterizado por hacer reaccionar el compuesto descrito en la reivindicación 2, en una síntesis de Grignard con halogenuros de alquilo dando lugar a los derivados de pentano dioles (2,4) sustituidos.

10.

4. Procedimiento para la obtención de pentano dioles (2,4) sustituidos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 8 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

15.

Madrid, a 15 MAR. 1971

p.a.

M.^a LUISA ISERN CUYAS

P. P.

ENCARGO: JOSÉ RODRIGUEZ

