

405257



P A T E N T E

D E

I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DEL ALCOHOL 2,4-DICLORO-  
ROBENCILICO", a favor de la firma italiana STABILIMENTI CHI-  
MICI FARMACEUTICI RIUNITI SCHIAPPARELLI, S.p.A., residente  
en Corso Belgio 86, Torino, Italia.

=

.

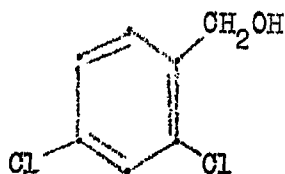
=

Int. Cl.<sup>2</sup>: C07D

## MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención concierne a un método de prepara-  
ción del alcohol 2,4-diclorobencílico, compuesto de la fór-  
mula (I) empleado como antibacterico y antiséptico:

5.



(I)

10.

En la literatura se refieren dos métodos de prepara-  
ción del alcohol 2,4-diclorobencílico: el primero<sup>1</sup>, que pre-  
vé la reducción catalítica del 2,4-diclorobenzaldehído con  
níquel de Raney en metanol saturado de amoníaco a alta pre-  
sión, proporciona el producto con escaso rendimiento (30%);  
mientras que el segundo<sup>2</sup> emplea, como reductor del 2,4-diclo-

1 - M. Métayer e Ng. Dat-Xuong, Bull. soc. chim. France, 615 (1954).

2 - T. Okushi, O. Manabe, H. Hiyama, Z. Yoshida, Kogyo Nagaku Zasshi,  
72, 1707 (1969).

405257



robenzaldehido, un reactivo apreciado (triciclohexilboro) y temperaturas muy elevadas (200°C), con rendimientos de reacción elevada (90%).

5. Ahora se ha encontrado que el alcohol 2,4-diclorobencílico puede obtenerse fácilmente con rendimientos elevados sin emplear reactivos valiosos para el diclorobenzaldehido de partida.

10. El procedimiento según la invención se caracteriza por consiguiente por el hecho de que el 2,4-diclorobenzaldehido se hace reaccionar con borohidruro de sodio en un disolvente orgánico. La reacción puede efectuarse a la temperatura ambiente. El disolvente orgánico está constituido preferentemente por tetrahidrofurano o dioxano.

15. Para aislar el producto, la mezcla de reacción se acidifica y luego se extrae con un disolvente volátil (por ejemplo cloroformo); después de la evaporación del disolvente del extracto, el residuo se redisuelve en un disolvente adecuado para la cristalización del producto.

Ejemplo

20. A una solución de 26,2 g (0,15 moles) de 2,4-diclorobenzaldehido en 90 cc de dioxano se adicionan 3,6 g (0,095 moles) de borohidruro de sodio y se agita por 2 horas a temperatura ambiente. Se deja en reposo por una noche y se adiciona luego, en frío, HCl 1N hasta una ligera acidez (son necesarios aproximadamente 45 cc de HCl 1N). Luego se extrae con cloroformo (300 cc - 150 cc - 100 cc) el extracto se seca sobre CaCl<sub>2</sub> y se evapora los disolventes a presión reducida. El residuo obtenido, cristalizado en hexano (200 cc), proporciona 23,8 g (rendimiento 90%) de producto, agujas

405257



blancas, punto de fusión 56-58°C. Los valores analíticos (C, N, Cl) corresponden a la fórmula teórica  $C_7H_6Cl_2O$ . A causa de su grado de pureza, el compuesto es empleable tal cual en preparaciones farmacéuticas (compresas solubles, colutorios, soluciones, etc.)

= . =

### REIVINDICACIONES

10. Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:
- 1.- Procedimiento para la preparación del alcohol 2,4-diclorobencílico mediante reducción del 2,4-diclorobenzaldehído, caracterizado por el hecho de que el 2,4-diclorobenzaldehído se reduce mediante reacción con borohidruro de sodio en un disolvente orgánico.
  15. 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la reacción se efectúa a la temperatura ambiente.
  20. 3.- Procedimiento, según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que el disolvente es tetrahidrofurano o dioxano.
  25. 4.- Procedimiento, según la reivindicación 1, 2 ó 3, caracterizado por el hecho de que, para aislar el producto, la mezcla reaccional se acidifica y extrae con cloroformo, el extracto se seca, los disolventes orgánicos se evaporan bajo presión reducida, y el residuo es cristalizado mediante un disolvente conveniente para la cristalización.
  - 5.- Procedimiento, según la reivindicación 4, caracterizado por el hecho de que el disolvente conveniente para



la cristalización es exano.

6.- Procedimiento para la preparación del alcohol  
2,4-diclorobencílico.

5. Según se describe y reivindica en la presente memo-  
ria descriptiva que consta de cuatro hojas foliadas y escri-  
tas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 28 de julio de 1972

P. a.

JAIME ISERN

P. p.

  
~~Firmado por JOSE F. NIETO~~

