

408831



408,831

P - 52.608

FA/cd

Fe. 27-1-75

Memoria descriptiva

Int. Cl.²: C 07D 11 A 61K

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de LABORATORIOS MADE, S.A.

entidad española

con domicilio en Avenida de Burgos, Km. 5,850,
Madrid-20

por: "UN NUEVO PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE LA
2,8-DIOXABICICLO(3.3.0.)OCTANO-3,7-DIONA"
(Clase Internacional C07d)

408831

21



El objeto del presente invento es la fabricación de la 2,8-dioxabicyclo(3.3.0)octano-3,7-diona producto de interés para la industria química y químico-farmacéutica.

5 El procedimiento está fundamentado en una hidrólisis ácida del acetal del 2-carbetoxi-3-dietoximetilglutarato de dietilo, liberación de aldehído que compromete a los grupos éster en una tautomería anillo-cadena, provocando su hidrólisis a hidroxilactona. La apertura del anillo hidroxilactónico en medio ácido y la posterior ciclación sucesiva con los demás grupos éster permite la hidrólisis total de todos ellos.

10 La descarboxilación y deshidratación ulterior conduce directamente a la 2,8-dioxabicyclo-(3.3.0.) octano-3,7-diona.

15 La ventaja del procedimiento reside en consecuencia en hidrolizar, en medio ácido, tres sistemas etoxicarbonylo en las condiciones normales de hidrólisis de un acetal, lo que permite acortar extraordinariamente el tiempo de reacción y duplicar el rendimiento final respecto al procedimiento por los mismos autores (véase la solicitud de patente española nº 383523, presentada el 10 de Septiembre de 1970).

20 EJEMPLO 1º

Obtención de la 2,8-dioxabicyclo (3.3.0.) octano-3,7-diona

25 109 grs. (0,304 moles) de 2-carbetoxi-3-dietoxi-

408

21 NOV 1972



408831

metilglutarato de dietilo, 1500 mls. de agua destilada y 150 mls. de ácido Clorhídrico concentrado (22-23% B.é) se llevan a reflujo en un matraz de fondo redondo de 2000 mls. provisto de un agitador mecánico. Se refluye durante cinco
5 horas. Se elimina el agua a presión reducida hasta sequedad. El residuo sólido se disuelve en 400 mls. de ácido acético glacial y se lleva a reflujo una hora. Se filtra en caliente y se deja en reposo para cristalizar. Se filtra con succión y se secan los cristales sobre potasa.

10 Se elimina el ácido acético de las aguas madres en un rotavapor. El residuo aceitoso se diluye en 150 mls. de éter etílico y se filtra con succión. El precipitado se lava con 50 mls. de éter etílico y se recristaliza.

15 Aguas madres y de lavado se evaporan en un rotavapor. El residuo aceitoso, se somete a una nueva hidrólisis repitiéndose el proceso.

La 2,8-dioxabicyclo (3.3.0.) octano-3,7-diona bruta puede recristalizarse de agua, ácido acético glacial, etanol, dioxano, o cloroformo.

20

408831

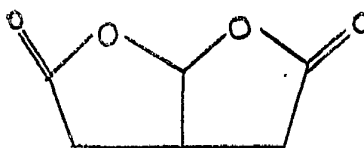


REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva que se pre-
sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de
Invención, en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un nuevo procedimiento de obtención de la
2,8-dioxabicyclo(3.3.0.)octano-3,7-diona de fórmula

10



15 caracterizado porque se obtiene por hidrólisis ácida del
acetal del 2-carbetoxi-3-dietoximetilglutarato de dietilo
con descarboxilación y posterior deshidratación.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque el agente de hidrólisis es un ácido mi-
neral u orgánico, frío o caliente.

20

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y
2, caracterizado por utilizar como agente deshidratante un
ácido mineral u orgánico.

25

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y
2, caracterizado por utilizar como agente deshidratante una
sustancia anhidra.

408831



5.- Un nuevo procedimiento de obtención de la 2,8-dioxabicyclo(3.3.0.)octano-3,7-diona.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

5

Esta Memoria consta de cinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 Nov. 1973

E.A. *[Handwritten signature]*

10

[Handwritten signature]
9.11.73
AMC/MCM