

415098



415098

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

por "METODO PARA LA PREPARACION DEL 3,4,5-TRIMETOXI-BENZOIL- ϵ AMINO CAPROICO", a favor de la firma española FABRICA DE PRODUCTOS QUIMICOS Y FARMACEUTICOS ABELLO, S. A., domiciliada en Madrid, calle de Vinaroz, nº 15.

Int. Cl.²: CO7C

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un método para la preparación de 3,4,5-trimetoxi-benzoil- ϵ amino, caproico.

Este método comprende tres fases que podrían exponerse como:

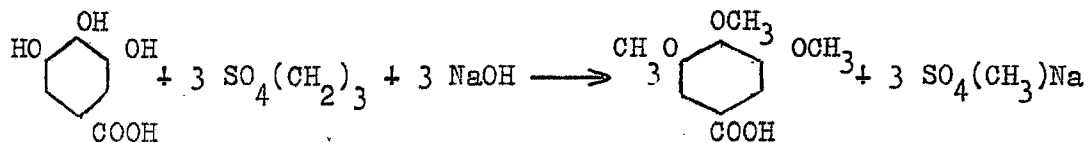
5. a) Metilación del ácido gálico en la cual se dispone, en un receptor de acero inoxidable de 500 l. y provisto de camisa de refrigeración y calefacción, refrigerante de reflujo, agitación, termómetro y salida inferior una cantidad aproximadamente 40 kg. de sosa cáustica, 250 l. de agua y 1 Kg. de bisulfito. En atmósfera de nitrógeno se añade 25 kg. de ácido gálico, se cierra el aparato y

415098



por un tubo de admisión se añade 44'5 kg. de sulfato de metilo, a tal velocidad que la temperatura no pase de los 30 a 35°C y desde un recipiente dosificador que se pueda cargar con vacío dada la peligrosidad de manejo del sulfato de metilo.

- 5. Se agita durante unos 30 minutos y se añade una segunda cantidad de sulfato de metilo de hasta los 44'5 kgs. dejando, ahora, que la temperatura suba hasta los 40 o 45°C. Se continúa agitando durante 30 minutos y se calienta durante 2 horas a reflujo y se añade 10 kg. de sosa caústica y 15 l. de agua, volviendo a ca
- 10. lentar a reflujo durante otras 2 horas. Se enfría a temperatura ordinaria y se descarga en una cuba de 1.000 l. y agitando se añade ácido clorhídrico al 10% hasta rojo congo, precipitando el ácido trimetoxibenzoico que se centrifuga en centrífuga de 80 cm. de ϕ . Se lava con agua hasta que no tenga acidez al rojo congo. Todo
- 15. ello a tenor de la reacción



- 20. b) La segunda fase u obtención del cloruro del ácido trimetoxibenzoico comprende disponer, en un reactor de vidrio de 200 l., con refrigeración a reflujo, unos 25 kgs. de ácido trimetoxibenzoico, 38'5 kg. de cloruro de tionilo y 53 l. de benzol, calentándose todo hasta los 60°C. durante 5 horas. El ClH y el SO₂ desprendidos
- 25. se conducen por una tubería de cidrio a una columna de absorción, destilando a continuación el exceso de tionilo, juntamente con el benzol. En todo caso y para arrastrar totalmente el cloruro de tionilo en exceso, se añade al final otros 50 l. de benzol y se sigue destilando hasta que quede a un volumen de unos 50 l. Se descarga
- 30. en caliente en una cuba esmaltada de 300 l. en donde se añade 100 l.



415098

de eter de petróleo (60-70°) o bien 100 l. de ciclohexano, se precipita el cloruro de ácido que se filtra en nutchá lavando con eter de petróleo o ciclohexano. Todo ello según la reacción



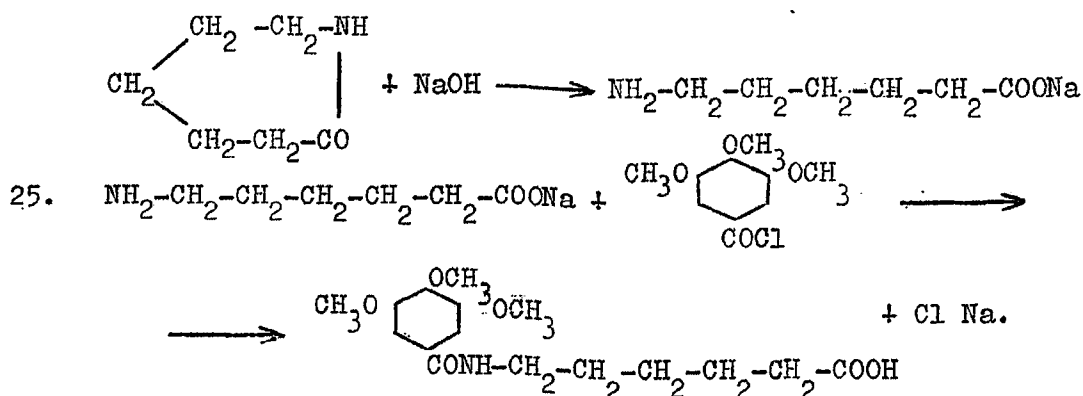
c) La tercera fase y última comprende la obtención del ácido trimetozibenzoil-amino caproico, para la cual se dispone en un reactor de 150 l. de acero inoxidable con reflujo unos 12'4 kgs. de

10. caprolactama, 9'9 kg. de sosa al 100% y 66 l. de agua, la cual se calienta a reflujo durante 1 hora, se vierte en una cuba de 200 l. con circulación de salmuera en agitación y a 20°, se añade 25 kg.

de cloruro de trimetoxibenzoilo a tal velocidad que la temperatura no pase de 20°C. Después de la adición se continúa agitando a 20°

15. durante ½ hora y se vierte en una cuba de 500 l. de acero inoxidable en la cual se añade 265 l. de agua, con agitación lenta, para añadir ácido clorhídrico al 15% hasta rojo congo. Se filtra en

20. centrífuga de 80 cm. Ø y se lava con agua hasta desaparición de ácido al congo. Se seca a 50°C y se cristaliza de una mezcla de alcohol-agua. Se vuelve a centrifugar y lavar con agua y se seca a 50°C. en estufa.



30.

4 15 098



N O T A

Hecha la descripción del presente invento lo que se declara como nuevo y de propia invención comprende las reivindicaciones siguientes:

5. 1.- Método para la preparación del 3,4,5-trimetoxi-benzoil- Éamino caproico, c a r a c t e r i z a d o por el hecho de hacer reaccionar ácido gálico, con sosa caústica y bisulfito, agitando y añadiendo en dos fases sulfato de metilo con dosificador al vacío, no dejando pasar la temperatura reaccional de los 30-35°C.
10. volviendo a añadir sulfato de metilo dejando subir la temperatura hasta los 40-45°C. calentando y añadiendo sosa caústica, para enfriar, después, y agitando añadir ácido clorhídrico al 10% hasta rojo congo para precipitar en el ácido trimetoxibenzoico que se obtiene por centrifugación y lava para utilizar mezclado con cloruro de tionilo y benzol en mezcla que se calienta durante 5 horas
15. y hasta los 60°C. destilando el exceso de cloruro de tionilo en unión del benzol, para añadir eter de petróleo o ciclohexano, con lo cual se precipita el cloruro del ácido trimetoxibenzoico, que se filtra y lava para utilizarlo en mezcla con caprolactama, sosa
20. y agua que se calienta con circulación de salmuera a 20°C. y se le añade el cloruro a tal velocidad que la temperatura no pase de los 20°C., agitando y añadiendo agua y ácido clorhídrico hasta rojo congo, filtrando y cristalizando y lavado para secar a 50°C. en estufa.
25. 2.- Método para la preparación del 3,4,5-trimetoxo-benzoil- Éamino caproico.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de cuatro hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

30. Madrid, a 24 MAY. 1973

FÁBRICA DE PRODUCTOS QUÍMICOS
Y FARMACEUTICOS ABELLÓ, S.A.

[Handwritten signature]
DIRECTOR GENERAL

