

421801

Int. Cl. C07C

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un...

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UNION QUIMICO-FARMACEUTICA, S.A.E.

RESIDENCIA: Avd. Marques de Argentera, 21 BARCELONA-3.

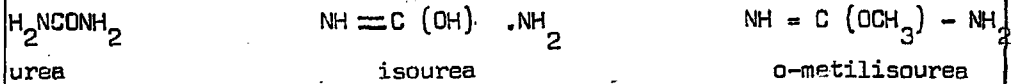
ENUNCIADO: NUEVO PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION
DE TRIMETOXIBENCENO SIMETRICO.

Prioridad: Patente n.º del

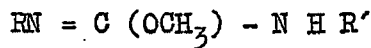
D.A.

1 La presente patente se refiere a un nuevo procedimiento de fabricación y obtención de un derivado metilado del T.H.B. (Trihidroxibenceno).

5 El procedimiento original consiste en introducir el radical metilo o sea formar un grupo eter al correspondiente hidroxilo existente ya en el T.H.B. (Simetrico), para ello se emplea como agente metilante, derivados metilados de la isourea, sustituida por diferentes radiales.




Se han empleado sustancias de formula general:



En las que pueden ser radicales iguales o diferentes y entre los principales podemos considerar a :

15

- 1.- R = R' = Ciclohexil
- 2.- R = C₆H₁₁ . R' =  N - CH₂-CH₂-
- 3.- R = C₂H₅ R' = (CH₃)₂-N-CH₂-CH₂-CH₂-
- 4.- R = R' = NO₂-C₆H₄-
- 5.- R = R' = CH₃-C₆H₄
- 20 6.- R = R' = isopropil
- 7.- R = C₆H₁₁ R' = n.Butil
- 8.- R = t.Butil R' = Me

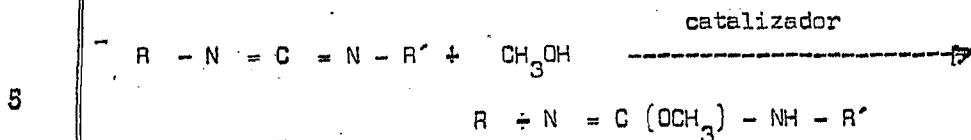
25

Según pues la patente de fabricación se refiere a la preparación del T.M.B. por un método original basado en la metilación mediante un agente metilante preparado especialmente por la solicitante.

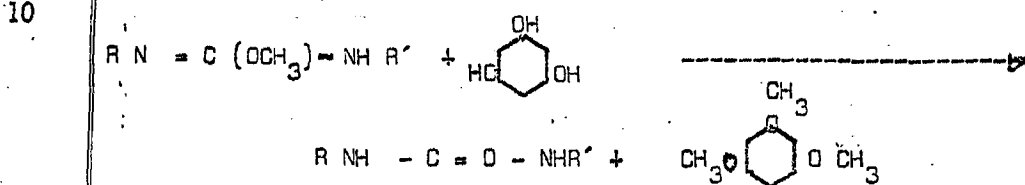
30

El procedimiento consiste en preparar primeramente la isourea correspondiente a partir de la carbodiimida disustituida correspondiente y mediante la adición de catalizadores especialmente preparados por la solicitante adicionar -

1 una molécula de alcohol metílico al enlace doble (uno de los
dobles enlaces de la carbodiimida) según tiene lugar en la
siguiente reacción:



Esta sustancia es preparada en el seno del metanol,
en estas condiciones se hace reaccionar con el Trihidroxi-
benceno Simétrico en autoclave cerrado a una temperatura de
unos 90-100°^o, con lo cual tiene lugar la siguiente reacción:



15 Como se ve se forma la urea disustituida que es in-
soluble en el metanol y se separa fácilmente por filtración.

Se destila luego el metanol a presión atmosférica y
el producto que queda en el matraz se arrastra con vapor de
agua.

EL PROCEDIMIENTO DETALLADO DE PREPARACION ES EL SIGUIENTE:

20 En un reactor de 10 litros equipado con agitación,
termómetro, manto, y especialmente diseñado para aguantar pre-
siones de 30 a 50 atmósferas, se carga con las cantidades si-
guientes:

25 6 litros de metanol que tenga una concentración de
Diciclohexilmetilisourea preparada de antemano según las con-
diciones que se indicaran luego.

30 Se carga luego con 1,260 de floroglucina y se cie-
rra bien el autoclave y se calienta con vapor, por manto o
por doble fondo a fin de alcanzar la temperatura de reacción
interior de 90-100°^o.

1 Se agita y se mantiene la agitación por espacio de
unas 20 horas, pudiendose interrumpir los intervalos necesa-
rios adaptandose a las necesidades de la fabricación general,
de la factoria.

5 Una vez terminada la reacción y el autoclave esta
frio se filtra el solido formado y la solución alcohólica es
concentrada a presión ordinaria y luego el residuo sometido
a un arrastre con vapor.

Los rendimientos obtenidos son los siguientes:

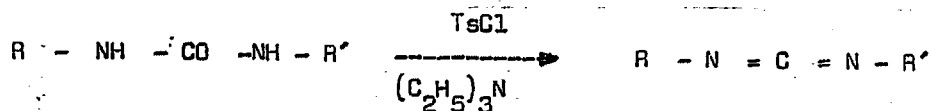
10 En la obtención de la metilisoures 90% apro.
En la obtención de la floroglucina 70% aproxi.

15 La preparación del catalizador consiste en disol-
ver 6 kilos de dicitclohexilcarbodiimida en metanol y añadir-
le un catalizador formado por cloruro cuproso y cloruro de
aluminio, cloruro cuproso y cloruro mercurico en cantidades
pequeñas.

20 La mezcla se deja por espacio de varios dias a la
temperatura ambiente o puede acelerarse la reacción a calen-
tamiento a reflujo y finalmente se filtra y carga el autocla-
ve.

Puede emplearse uno de los catalizadores solos o
mezclados en proporciones de 4/1 y 7/2 etc..

25 Las ureas obtenidas pasan luego a carbodiimidias
por deshidratación con Cloruro de Tosilo en Trietilamina se-
gún la siguiente reacción y por un método elaborado por la
solicitante:



30 El balance de materias es el siguiente:

1	Diciclohexilcarbodiimida	3000 gr
	Metanol	6000 gr
	catalizador	1 gr
	Floroglucina	1260 gr

5 Y el rendimiento obtenido en Trimetoxi-benceno es de 1.100 gr.


En resumen la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

10 1. Nuevo procedimiento para la preparación de Trimetoxibenceno Simetrico, que se caracteriza porque se emplea como agente metilante de la Floroglucina, para pasar a Trimetoxibenceno Simetrico, isoureas de formula general: $RN = C(OCH_3) - NH R'$, tratandose por tanto de O-CH₃ -N,N'-disustituidas, en que los radicales R -R' pueden ser iguales o diferentes.

15 2. Nuevo procedimiento para la preparación de Trimetoxibenceno Simetrico, según la reivindicación primera, caracterizado porque el solvente puede ser Dimetilsulfoxido, Dimetilformamida, Dimetilacetamida etc.

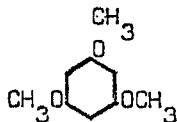
20 3. Nuevo procedimiento para la preparación de Trimetoxibenceno Simetrico, según la reivindicación primera, caracterizado porque se pueden emplear diferentes metilisoureas, N,N'-disustituidas, según los radicales indicados a continuación:

- 25
- 1.- R = R' = Ciclohexil
 - 2.- R = C₆H₁₁ . R' =  - CH₂-CH₂-
 - 3.- R = C₂H₅ . R' = (CH₃)₂ -N-CH₂-CH₂-CH₂-
 - 4.- R = R' = NO₂-C₆H₄-
 - 5.- R = R' = CH₃-C₆H₄
 - 30 6.- R = R' = CH₃-C₆H₄

- 1 7.- R = C₆H₁₁ R' = n.Butil
8.- R = t.Butil R' = Me.

5 Haciendolo reaccionar con la cantidad equivalente de Floroglucina en un autoclave calentado a 90-100^o, con manto de vapor, durante 20 horas, con un rendimiento aproximado final de un 70 %.

10 4. Nuevo procedimiento para la preparación de Trimetoxibenceno Simetrico, según las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque el producto final, que posee la formula siguiente:



P.M. = 171

15 Se presenta en forma de agujas blancas finas, de punto de fusión=52-56^o siendo notable por su analisis elemental, sus espectros infrarrojos, U.V. y por resonancia nuclear magnetica, y presentando dos bandas caracteristicas, una a 3,9 p.p.m. y otra a 7,2 p.p.m. y una relación de los valores de integraci3n de 3 a 1 en cada una de las bandas antes citadas.
20 además de las propiedades de ser insoluble en el agua, soluble en etanol, acetona, y la mayoria de los disolventes orgánicos.

25 5. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: **NUEVO PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE TRIMETOXIBENCENO SIMETRICO.**

30

1 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente memoria descriptiva que consta de siete páginas meca-
nografiadas.

Madrid, 26 diciembre 1.973

BERNARDO UNGRIA

P.P.



5

10

15

20

25

30