

29 MAY 1952

432416

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

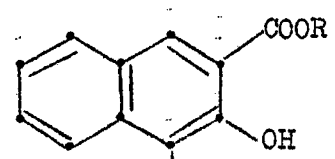
Por: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ESTERES DEL ACIDO
4,4'-METILENBIS (3-HIDROXI-2-NAFTOICO)", a favor de D. JORGE
BACHS ROCA, de nacionalidad española, domiciliado en BARCELONA,
Varsovia, 61.

= . =

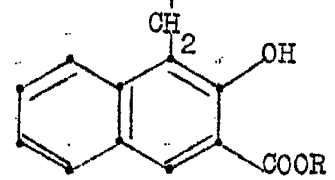
MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a la obtención de
compuestos de fórmula general:

5.



10.

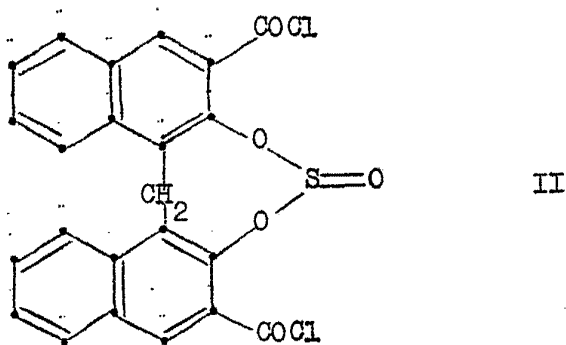


I



donde R representa un radical hidrocarbonado alifático con carbonos primarios, secundarios o terciarios, un radical hidrocarbonado cíclico y un radical hidrocarbonado con restos aromáticos.

El procedimiento de la invención consiste en hacer reaccionar el 3,3'-sulfito del 4,4'-metilenbis (cloruro de 2-naftoilo), de fórmula:



con un alcohol de fórmula general ROH, donde R representa los radicales expuestos anteriormente, empleando una base orgánica como catalizador, preferentemente la piridina, en el seno de un medio anhidro, que puede ser el propio alcohol esterificante o un disolvente orgánico inerte dentro de amplios límites de condiciones de reacción. En general las reacciones se realizan a reflujo exceptuando aquellos casos en que el alcohol esterificante tenga un punto de ebullición superior a 110°C en cuyo caso se toma esta temperatura como límite superior adecuado. Así se obtienen ésteres del ácido 4,4'-metilenbis (3-hidroxi-2-naftoico) de fórmula general I.

La reacción se caracteriza por el hecho de que el cloruro de ácido II, al reaccionar con el alcohol apropiado, libera simultáneamente sus grupos fenólicos, obteniéndose



Los compuestos que responden a la fórmula I, objeto de dicha invención.

Los siguientes ejemplos ilustran el procedimiento de la invención, sin carácter limitativo de la misma:

5.

Ejemplo 1

Se llevan a reflujo durante 4 horas con agitación, 2 g. de 3,3'-sulfito del 4,4'-metilenbis (cloruro de 2-naftoilo), 20 ml. de metanol y 3 gotas de piridina. Después de enfriar se filtra, se lava sucesivamente con metanol frío, solución saturada de bicarbonato sódico, agua, metanol y éter etílico.

10.

Se obtienen 1,65 g. de pamoato de metilo que corresponden a un rendimiento del 77,1% sobre teórico.

15.

El producto obtenido presenta un punto de fusión de 252-255°C y el siguiente elemental:

C ₂₅ H ₂₀ O ₆	calculado	C 72,08	H 4,85
(416,4)	encontrado	C 72,19	H 4,98

20.

Ejemplo 2

Se llevan a reflujo durante 4 horas con agitación, 1,3 g. de 3,3'-sulfito del 4,4'-metilenbis (cloruro de 2-naftoilo), 15 ml. de etanol absoluto y 2 gotas de piridina. Después de enfriar, se filtra, se lava sucesivamente con etanol frío, agua, solución saturada de bicarbonato sódico, agua, etanol y éter etílico.

25.

Se obtienen 1,16 g. de pamoato de etilo que corresponden a un rendimiento del 95% sobre teórico.

El producto obtenido presenta un punto de fusión de 178-180°C y el siguiente elemental:



$C_{27}H_{24}O_6$	calculado	C 72,96	H 5,44
(444,5)	encontrado	C 72,92	H 5,48

Ejemplo 3

5. Se llevan a reflujo durante 4 horas con agitación, 1,3 g. de 3,3'-sulfito del 4,4'-metilenbis (cloruro de 2-naftoilo), 15 ml. de isopropanol y 2 gotas de piridina. Después de enfriar, se filtra, se lava sucesivamente con eter, solución saturada de bicarbonato sódico y agua.

10. Se obtienen 1,07 g. de pamoato de isopropilo que corresponden a un rendimiento del 82,3% sobre el teórico.

El producto obtenido presenta un punto de fusión de 191-193°C y el siguiente elemental:

$C_{29}H_{28}O_6$	calculado	C 73,71	H 5,97
(472,5)	encontrado	C 73,72	H 6,04

Ejemplo 4

20. Se llevan a reflujo durante 2 horas con agitación, 1 g. de 3,3'-sulfito del 4,4'-metilenbis (cloruro de 2-naftoilo), 10 ml. de terc-butanol y 2 gotas de piridina. Después de enfriar, se filtra, se lava sucesivamente con agua, solución saturada de bicarbonato sódico y agua.

25. Se obtienen 0,5 g. de pamoato de terc-butilo que corresponden a un rendimiento del 47,1% sobre el teórico.

El producto obtenido presenta un punto de fusión de 198-200°C y el siguiente elemental:

$C_{31}H_{32}O_6$	calculado	C 74,38	H 6,44
(500,6)	encontrado	C 74,38	H 6,58



Ejemplo 5

Se agitan durante 2 horas a la temperatura de 110°C, 1 g. de 3,3'-sulfito del 4,4'-metilenbis (cloruro de 2-naftoil-1o), 10 ml. de ciclohexanol y 2 gotas de piridina.

5. Al enfriar cristaliza, el pamoato de ciclohexilo, se filtra, se lava sucesivamente con etanol 96°, solución saturada de bicarbonato sódico y agua.

Se obtienen 1,05 g. que corresponden a un rendimiento del 89,7%.

10. El producto obtenido presenta un punto de fusión de 188-190°C y el siguiente elemental:

$C_{35} H_{36} O_6$	calculado	C 76,06	H 6,56
(552,7)	encontrado	C 76,12	H 6,56

- 15.

Ejemplo 6

Se agitan durante 2 horas a la temperatura de 110°C 1,5 g. de 3,3'-sulfito del 4,4'-metilenbis (cloruro de 2-naftoil-1o), 15 ml. de alcohol bencílico y 3 gotas de piridina.

20. El cloruro se disuelve al calentar y enseguida cristaliza el pamoato de bencilo en forma de finas agujas.

Después de enfriar, se filtra, se lava con una solución saturada de bicarbonato sódico y agua.

Se obtienen 1,5 g. que corresponden a un rendimiento del 83,8%.

- 25.

El producto obtenido presenta un punto de fusión de 205-206°C y el siguiente análisis elemental:

$C_{37} H_{28} O_6$	calculado	C 78,15	H 4,96
(568,6)	encontrado	C 77,96	H 5,02

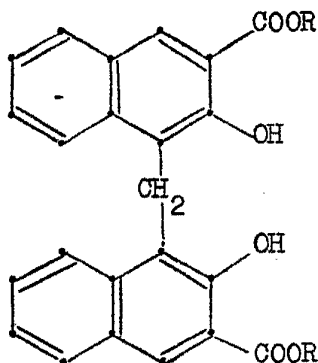


La invención, dentro de su esencialidad, se puede llevar a la práctica en otras formas de realización que difieran en detalle de las expuestas en la descripción a título de ejemplos y a las cuales alcanzará las mismas ventajas que para las comprendidas en la siguiente nota reivindicatoria.

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, lo que se declara nuevo y de propia invención comprende las siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para la obtención de ésteres del ácido 4,4'-metilénbis (3-hidroxi-2-naftoico) de fórmula general:



donde R representa un radical hidrocarbonado alifático con carbonos primarios, secundarios o terciarios, un radical hidrocarbonado cíclico y un radical hidrocarbonado con restos aromáticos, caracterizado en que se hace reaccionar el 3,3'-sulfito del 4,4'-metilénbis (cloruro de 2-naftoilo) con alcoholes de fórmula general ROH, en presencia de una base orgánica como catalizador, preferentemente la piridina, en el



seno de un medio anhidro que puede ser el propio alcohol esterificante o un disolvente orgánico inerte, a la temperatura de reflujo exceptuando aquellos casos en que el alcohol esterificante tenga un punto de ebullición superior a 110°C en

5. cuyo caso se toma esta temperatura como límite superior adecuado.

2.- Procedimiento para la obtención de ésteres del ácido 4,4'-metilénbis (3-hidroxi-2-naftoico).

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 7 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

10.

Madrid, a 29 NOV. 1974

p.a.

Jose L. Mora
Firmado: JOSE L. MORA

fm.