

4339 + U

18 ENE. 1975

P. 59.129.-
Case "E.1953+
E.2028"

Inventor: C07D221/18 // C09B3/30, 29/36

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA por 20 años

a nombre de AZIENDE COLORI NAZIONALI AFFINI ACNA S.p.A.

entidad italiana

establecida en 1/2, Largo G. Donegani, Milán, Italia

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE 7-OXO-7H-
-DIBENZO- α e, h-QUINOLIN-2-OL"

(Clase Internacional C07d)

27.12.74

- 1 -

La presente invención concierne a un procedimiento para la preparación de 7-oxo-7H-dibenzo-
- \overline{d} e, \overline{h} -quinolin-2-ol (I), denominado también 1-aza-
-2-hidroxi-benzantrona.

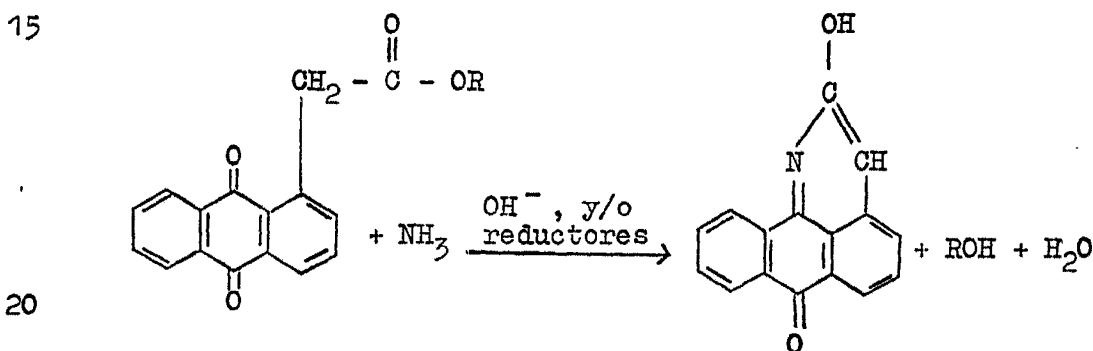
5 El compuesto 1-aza-2-hidroxi-benzantrona (I) es un compuesto intermedio útil para la síntesis de colorantes. Así, por ejemplo, a partir del compuesto (I) y operando de acuerdo con lo que se ha descrito en las patentes italianas Núms. 869.691 y 901.929 de
10 MONTEDISON S.p.A. de Milán (Italia), se obtienen colorantes de tina excelentes con tonalidades de color que van desde el azul brillante al azul violeta, y que pertenecen a una nueva serie de colorantes de 5,14-diaza-
-isoviolantrona, estructuralmente simétricos a la isoviolantrona pero con características de aplicación que
15 en cuanto a pureza de tono son muy superiores, en particular por su resistencia excepcional al cloro.

El compuesto (I) se puede utilizar también en la preparación de colorantes azoicos, dado que
20 el mismo es capaz de copularse en la posición 3, orto con respecto al grupo OH.

Por la patente italiana Núm. 860.016 se conoce la preparación del 7-oxo-7H-dibenzo \overline{d} e, \overline{h} -quinolin-2-ol utilizando como compuestos de partida 1,4-
25 -naftoquinona y hexadienoato de metilo, pasando por el
22-11-74.

aducto 1-(1,1a,4,4a-tetrahidro-antraquinon)-acetato de metilo, el cual, después de un tratamiento con amoníaco y por la deshidrogenación y ciclación subsiguientes en presencia de aire y KOH, proporciona el compuesto inter-
5 medio (I).

En la subsiguiente solicitud de patente italiana núm. 26722 A/73, presentada por MONTEEDISON S.P.A. en fecha 18 de julio de 1973, se describe un segundo pro-
cedimiento para la preparación de 1-aza-2-hidroxi-benzan-
10 trona, de acuerdo con el cual los alcohol-ésteres del ácido antraquinon-1-acético se hacen reaccionar directa-
mente con amoníaco en disolventes hidroxilados (en particular metanol) en presencia de bases fuertes y/o de
sustancias reductoras de acuerdo con el esquema:



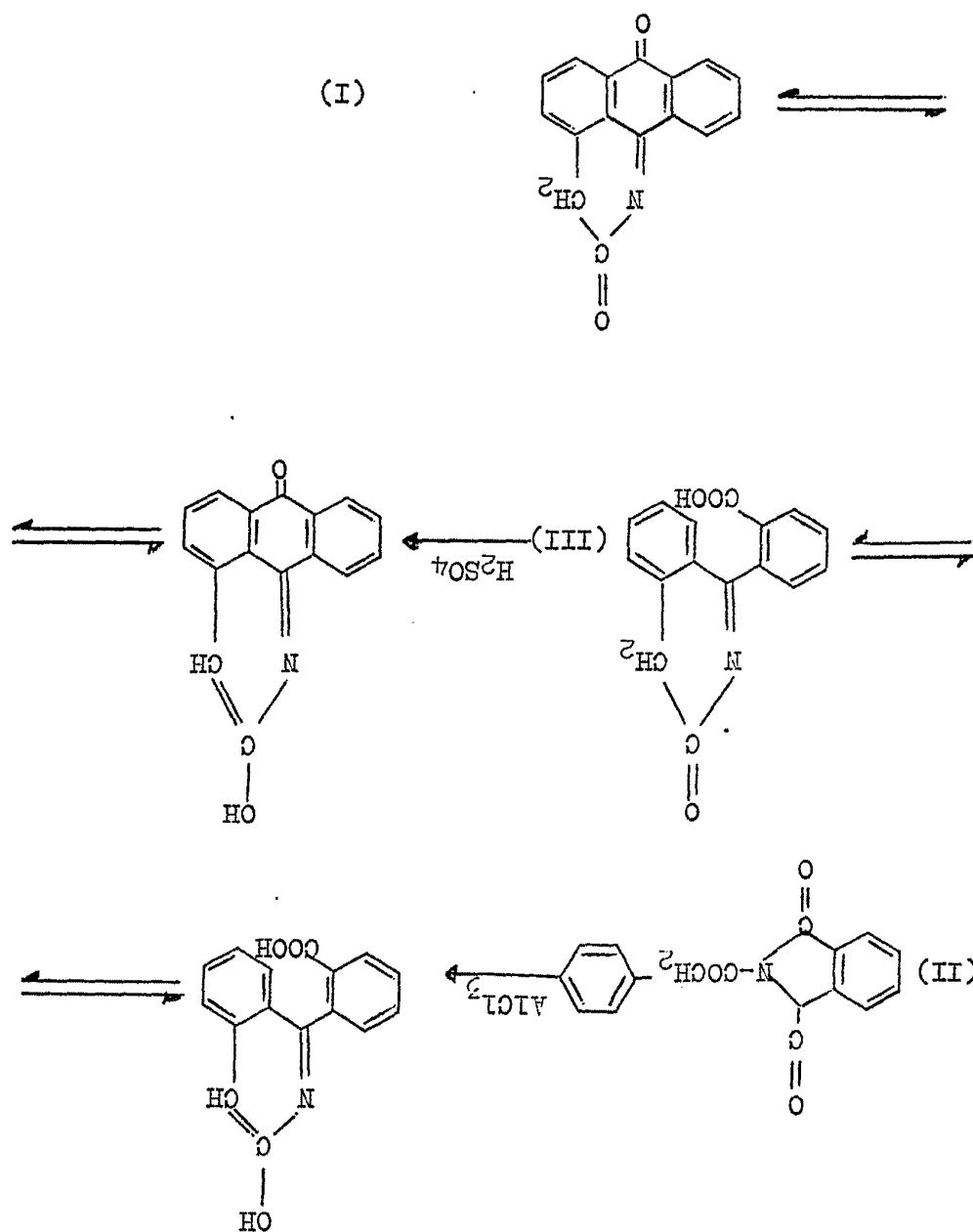
en el cual "R" es un alcohol que tiene de 1 a 5 átomos de carbono. Las técnicas correspondientes no encuentran, sin embargo, referencia directa alguna en esta inven-
25 ción.

22-11-74.

La Solicitante ha encontrado ahora sorprendentemente un nuevo procedimiento para la preparación de 1-aza-2-hidroxi-benzantrona (I), caracterizado por el hecho de que la fenil-acetil-ftalimida (II) se cicloisomeriza en presencia de un catalizador del tipo de Friedel-Crafts (véase G.A. Olah: "Friedel-Crafts and Related Reactions", ed. 1964, Interscience Publishers, págs. 201 a 298; véase también: G.A. Thomas: "Anhydrous Aluminum Chloride in Organic Chemistry", ed. 1941, Reinhold Publishing Corp.), en un medio de reacción que consiste en disolventes inertes que tienen un punto de ebullición suficientemente alto (p.eb.), obteniéndose así el ácido orto-(3-hidroxi-1-isoquinolinil)-benzoico (III), el cual, a su vez, se cicla con H_2SO_4 concentrado para dar el compuesto deseado de 1-aza-2-hidroxi-benzantrona por condensación deshidratante. Como catalizadores del tipo de Friedel-Crafts se pueden emplear $AlCl_3$, BF_3 , $TiCl_3$, siendo, sin embargo, $AlCl_3$ el catalizador preferido.

Las diversas fases de la reacción se pueden representar por el esquema siguiente:

22-11-74.



Este nuevo método de preparación de 1-aza-
-2-hidroxi-benzantrona (I) implica la preparación de dos
nuevos compuestos intermedios preliminares, esto es:

- 5 a) N-fenil-acetil-ftalimida (II); y
b) Acido orto-(3-hidroxi-1-isoquinolinil)-benzoico (III).

Ambos nuevos compuestos intermedios se
pueden emplear útilmente "per se" en la industria, y
por esta razón constituyen objetos adicionales de esta
invención.

10 De hecho, el compuesto (II) puede utili-
zarse, por ejemplo, como activador de las persales en
los agentes de blanqueo del tipo de los peróxidos,
mientras que el compuesto (III), a su vez, puede utili-
zarse, por ejemplo, como copulante en la preparación de
15 colorantes azoicos.

De acuerdo con un aspecto adicional de es-
ta invención, se prepara la N-fenil-acetil-ftalimida
(II) haciendo reaccionar la ftalimida de potasio con el
cloruro del ácido fenil-acético en disolventes inertes,
20 a temperaturas comprendidas entre la temperatura ambien-
te y 150°C, pero preferiblemente entre 30°C y 130°C.

Como disolventes inertes se pueden emplear
convenientemente, por ejemplo, hidrocarburos aromáticos
o alifáticos, clorados o no clorados tales como, p.ej.:
25 benceno, tolueno, monoclorobenceno, diclorobenceno, tri

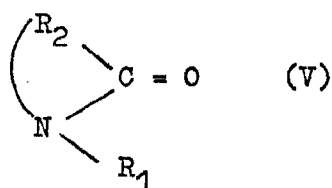
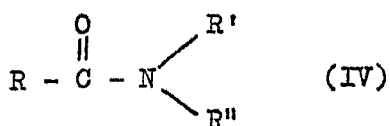
22-11-74.

clorobencenos, tetracloroetano, tetracloruro de carbono, dicloroetano, nitrobenzeno, y nitroalcanos. El producto se separa luego de acuerdo con técnicas conocidas.

5 Alternativamente, se prepara la N-fenil-
-acetilftalimida (II) por condensación de la ftalimida
(con el hidrógeno imídico sin sustituir) con cloruro de
fenilacetilo, en un medio de reacción constituido por
un disolvente orgánico polar aprótico soluble en agua
en cualquier proporción (hidromiscible), en presencia
10 de una amina terciaria como neutralizante del ácido
clorhídrico que se desprende durante la reacción, y a
una temperatura de reacción comprendida entre 0° y
90°C, pero comprendida preferiblemente entre 15° y
50°C.

15 En esta última alternativa, como disolven-
tes orgánicos polares apróticos e hidromiscibles pueden
utilizarse dialcoholamidas o alcohol-lactamas compendi-
das en las fórmulas generales siguientes:

20



25

en las cuales: R es hidrógeno o un grupo alcoholo in-

22-11-74.

ferior que tiene de 1 a 3 átomos de carbono;

R', R'', iguales entre sí o diferentes, son grupos alcohol inferior que tienen de 1 a 3 átomos de carbono;

5 R₁ es un grupo alcohol inferior que tiene de 1 a 3 átomos de carbono;

R₂ es una cadena alcoholénica que tiene de 3 a 6 átomos de carbono.

10 Como ejemplos preferidos de los disolventes abarcados por las fórmulas generales (IV) y (V) anteriores, se pueden citar dimetil-formamida, dietil-formamida y N-metil-pirrolidona.

15 A su vez, las aminas terciarias adecuadas para el propósito de fijar el ácido clorhídrico liberado durante el procedimiento, pueden pertenecer ambas a la clase de las trialcoholaminas cuyos radicales alcohol tienen de 1 a 4 átomos de carbono (tales como, por ejemplo, trimetilamina, trietilamina y tripropilamina), como a la clase de las aminas heterocíclicas (p.ej.: piridina, picolina, quinolina, y lutidina), así como también, finalmente, a las aminas alicíclicas en las que los radicales alcohólicos tienen de 1 a 3 átomos de carbono, tales como por ejemplo: N-metil- y N-etil-piperidina, N-metil- y N-etil-morfolina, ó N,N'-dietil-piperazina.

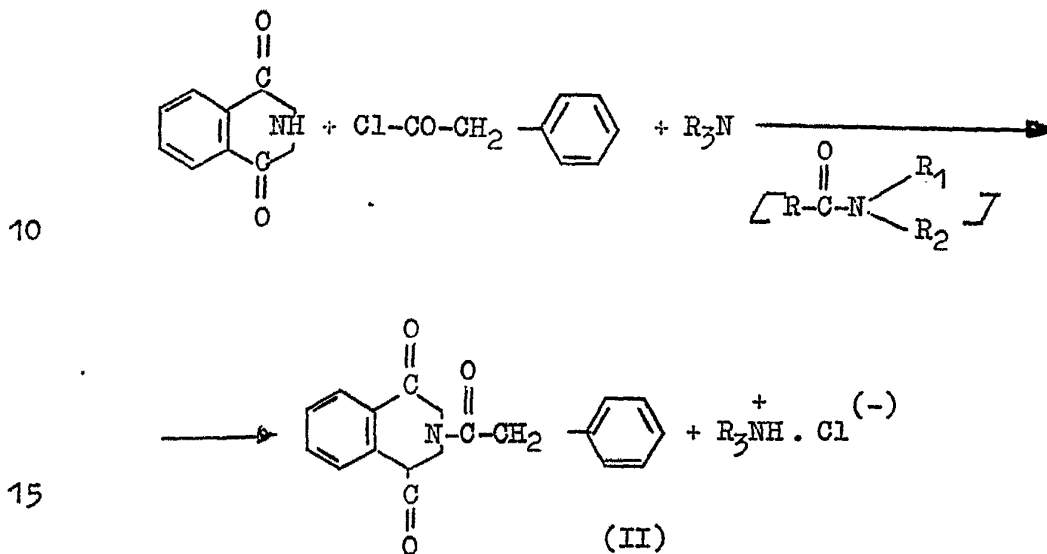
20

25

22-11-74.

Las aminas terciarias preferidas son trietilamina y piridina.

La reacción de la última alternativa puede representarse por el esquema siguiente, en el que R_3N es la amina terciaria:



Los resultados obtenidos de acuerdo con esta alternativa de preparación de N-fenilacetil-ftalimida son totalmente inesperados, habida cuenta de que los diversos métodos de síntesis ensayados habían dado resultados negativos o insatisfactorios.

Así, por ejemplo, haciendo reaccionar cloruro de fenil-acetilo con ftalimida de potasio en dimetil-formamida, se había obtenido un producto que estaba

22-11-74.

contaminado con muchas impurezas.

Asimismo, cuando se hace reaccionar cloruro de ftalilo con fenacetil-amida en tolueno, se obtiene un producto prácticamente inutilizable, dado que está contaminado con elevadas proporciones de subproductos e impurezas.

En comparación con la primera alternativa del método de preparación de la N-fenil-acetil-ftalimida tal como se ha descrito arriba y que utiliza ftalimida alcalina, la presente alternativa ofrece ventajas de simplificación operativa.

La cicloisomerización a ácido orto-(3-hidroxí-1-isoquinolinil)-benzoico (III) se lleva a cabo en disolventes inertes en presencia de catalizadores de Friedel-Crafts, a una temperatura comprendida entre 50°C y 200°C, pero preferiblemente entre 60°C y 170°C, por adición del catalizador bien sea a la dispersión previamente preparada de N-fenil-acetil-ftalimida en el disolvente inerte, o bien directamente a la masa de reacción propiamente dicha, operando en un solo reactor y en una sola etapa de procedimiento.

Como disolventes inertes para la realización de la fase de cicloisomerización pueden emplearse los diversos disolventes que se utilizan habitualmente en relación con los catalizadores de Friedel-Crafts

22-11-74.

(véase G.A. Olah, obra citada, páginas 298/304), siempre que aquéllos tengan temperaturas de ebullición comprendidas dentro del intervalo de temperaturas seleccionado para la ejecución de la reacción, y que no competirán con el producto buscado en la reacción.

Entre los diversos disolventes que satisfacen los requisitos arriba indicados, han demostrado ser particularmente adecuados los hidrocarburos clorados aromáticos y alifáticos tales como, por ejemplo, clorobenceno, diclorobencenos, triclorobencenos y tetracloroetano.

Así, en el caso en que las reacciones para la preparación de N-fenil-acetil-ftalimida y para la cicloisomerización a ácido orto-(3-hidroxi-isoquinolinil)-benzoico por la vía de la ftalimida de potasio se llevan a cabo en una sola etapa y en un solo reactor, evidentemente será necesario utilizar desde el primer momento un disolvente inerte del tipo especificado en los dos párrafos anteriores.

La relación molar entre el catalizador de Friedel-Crafts y la N-fenil-acetil-ftalimida varía de 2 a 5, obteniéndose los resultados más ventajosos desde un punto de vista global con una relación molar igual a o muy próxima a 2.

La reacción subsiguiente de cicloconden-

25
22-11-74.

sación del ácido orto-(3-hidroxi-1-isoquinolinil)-benzoico (III) a 7-oxo-7-H-dibenzo- $\overline{[d]}$ e, $\overline{[h]}$ -quinolin-2-ol (I) se lleva a cabo con agentes de condensación del tipo deshidratante, tales como, por ejemplo, H_2SO_4 concentrado, oleum, poli(ácidos fosfóricos), anhídridos sulfúrico o fosfórico, a una temperatura comprendida entre 90° y 200°C, o por medio de fusión a 110°-250°C con la sal doble $AlCl_3 \cdot NaCl$, operando durante períodos de tiempo comprendidos entre 30 minutos y hasta 3 horas.

Los ejemplos que siguen tienen una finalidad de ilustración y no de limitación, y sirven para esclarecer ulteriormente la idea de la invención.

EJEMPLO 1:

Preparación de N-fenil-acetil-ftalimida

Se dispersaron 148 g de ftalimida de potasio en 500 ml de diclorobenceno de grado técnico. En esta dispersión se vertió lentamente una solución de 133 g de cloruro de fenilacetilo en 100 ml de diclorobenceno a la temperatura ambiente.

La masa de reacción se calentó después hasta 120°C y se mantuvo a esta temperatura durante aproximadamente 8 horas, con agitación. Después de ello, la masa de reacción se enfrió a la temperatura ambiente y se filtró a vacío exprimiendo completamente la torta de filtración. La torta se dispersó en agua con agita-

22-11-74.

ción, y se filtró después nuevamente a vacío. El producto así obtenido se secó durante una noche en una estufa a 80°C. De este modo se obtuvieron 106 g de N-fenilacetilftalimida en la forma de un polvo blanco-amarillento que tenía un punto de fusión de 150° a 155°C, y que tenía un espectro de absorción en el infrarrojo que se muestra en el dibujo adjunto núm. 1.

EJEMPLO 2:

Preparación de N-fenil-acetil-ftalimida

10 En una dispersión de 148 g de ftalimida de potasio en 1500 ml de dicloroetano se vertió gota a gota durante 15 minutos, a la temperatura ambiente, una solución de 125 g de cloruro de fenilacetilo en 100 ml de dicloroetano; la mezcla total se calentó luego hasta 15 40°C durante 2 horas, y después de ello se filtró a vacío, lavándose la torta de filtración de cloruro de potasio con un total de 200 ml de dicloroetano.

 El filtrado y los lavados, juntos, se sometieron después a destilación con vapor de agua con el 20 fin de eliminar el disolvente, el cual se recuperó después de la separación por capas del destilado.

 La masa de la que se había eliminado el disolvente, se enfrió después a la temperatura ambiente con agitación: la N-fenacetil-ftalimida se separó en la 25 forma de gránulos que presentaban un color amarillo de

paja y que se filtraron a vacío, lavándose finalmente con agua.

Después de secado durante una noche a 80°C, se obtuvieron 170 g de producto, que tenía un p.f. de 147 a 149°C y que mostraba un espectro de absorción en el infrarrojo idéntico al del producto obtenido en el ejemplo 1.

EJEMPLO 3:

Preparación de N-fenilacetil-ftalimida

En un reactor de 2 litros se cargaron 800 g de dimetil-formamida, 170 g de trietilamina y 206 g de ftalimida. En esta suspensión, con agitación energética, se vertieron luego lentamente gota a gota en el transcurso de 1 hora aproximadamente 226 g de cloruro de fenilacetilo, mientras que el reactor se enfrió por medio de un baño de agua exterior, con el fin de evitar que la temperatura excediera de 25° a 30°C.

La masa de reacción se mantuvo en agitación durante 5 horas a una temperatura comprendida entre 25 y 30°C, y se descargó después en un vaso que contenía 8 litros de agua. Se sometió luego a agitación energética durante aproximadamente 30 minutos más a la temperatura ambiente, y después de ello se filtró a vacío. A partir del filtrado se recuperó la dimetilformamida por destilación fraccionada. La torta de filtra-

25
22-11-74.

ción se lavó luego cuatro veces con una cantidad total de agua igual a 4 litros, y después de ello se secó durante una noche a 70°C-80°C. De este modo se obtuvieron 318 g de producto seco, que tenía un p. de f. de 135 a 145°C y una tonalidad amarillo-anaranjada. Por cristalización en etanol se obtuvo un producto de color amarillo apagado y que tenía un p. de f. de 152 a 154°C.

A continuación se exponen los datos de los análisis centesimales:

	<u>C%</u>	<u>H%</u>	<u>N%</u>
Valor encontrado	72,20	4,30	5,55
Valor teórico	72,50	4,18	5,10

Las características espectrales son iguales a las del producto descrito en el ejemplo 1.

EJEMPLO 4:

Preparación del ácido o-(3-hidroxi-1-isoguinolinil)-benzoico.

Se dispersaron 148 g de N-fenilacetil-ftalimida en 2600 ml de diclorobenceno de grado técnico. Esta dispersión se calentó luego a 120°C con agitación, después de lo cual se destilaron las cabezas a un vacío moderado con el fin de deshidratar el disolvente. Después de ello se enfrió la dispersión a aproximadamente 70°C y se adicionó después con 157 g de un polvo de AlCl₃ anhidro.

22-11-74.

La masa de reacción se calentó luego hasta 150°C y se mantuvo bajo agitación a esta temperatura durante 6 horas.

5 La masa de reacción se enfrió después a aproximadamente 80°C y se vertieron sobre ella 2600 ml de agua con el fin de descomponer el complejo de aluminio. La masa se mantuvo luego en agitación sin calentamiento durante una noche, y posteriormente se separó el diclorobenceno por destilación con vapor de agua. La
10 dispersión acuosa se filtró después, y la torta de filtración se lavó con agua. Después de ello se dispersó la torta en una solución de 30 ml de NaOH de 36° Baumé en 2500 ml de agua, y se mantuvo en agitación durante 15 minutos a la temperatura ambiente; finalmente, se fil-
15 tró y el precipitado se lavó con agua.

Se acidificó el filtrado con ácido acético a un pH de 3 a 3,5, y luego se filtró el filtrado amarillo obtenido, y se lavó con agua hasta reacción neutra.

20 Este filtrado se secó durante una noche a 80°C y se obtuvieron 74 g de un producto amarillo con un p. de f. de 245 a 250°C (con descomposición aparente).

El peso equivalente medido por método potenciométrico ascendió a 260 (peso equivalente teórico
25

22-11-74.

265), mientras que el producto exhibía el espectro de absorción en el infrarrojo que se indica en el dibujo 2 adjunto.

5 El producto obtenido era una mezcla estadística de las formas enólica y cetónica.

EJEMPLO 5:

Preparación del ácido o-(3-hidroxi-1-isoquinolinil)-benzoico en una sola etapa.

10 . En un reactor de 250 ml se cargaron 90 ml de monoclorobenceno y 9,3 g de ftalimida de potasio, bajo agitación enérgica.

Después de ello, se añadió lentamente a esta mezcla una solución de 8 g de cloruro de fenilacetilo en 10 ml de monoclorobenceno.

15 La mezcla se mantuvo luego en agitación durante 2 horas a una temperatura comprendida entre 35^o y 40^oC. La masa de reacción se diluyó luego con 50 ml de monoclorobenceno y se adicionó después con 15 g de polvo de AlCl₃ anhidro. Después de ello se calentó la
20 masa de reacción hasta aproximadamente 130^oC y se mantuvo a esta temperatura durante 5 horas. La masa se sometió después a agitación durante una noche, y el clorobenceno se destiló luego con vapor de agua. La masa se enfrió seguidamente, se filtró, y la torta de filtración se lavó luego con agua. Esta torta se dispersó lue

25
22-11-74.

go nuevamente en 60 ml de agua con 4 ml de NaOH de 36° Baumé, y se agitó después durante 15 minutos, filtrándose finalmente.

5 El filtrado se acidificó hasta un pH igual a 3-3,5 con ácido acético. Después de ello, se filtró y se lavó la torta con agua, y por último se secó durante una noche a 80°C.

De este modo se obtuvieron 2,7 g de ácido o-(3-hidroxi-isoquinolinil)-benzoico, el cual tenía las mismas características que el del ejemplo 4.

EJEMPLO 6:

Preparación de 7-oxo-7-H-dibenzo-7-d e, h7-quinolin-2-ol.

15 Se dispersaron 103 g de ácido o-(3-hidroxi-1-isoquinolinil)-benzoico en 310 ml de un ácido sulfúrico al 96%. Esta dispersión se calentó luego hasta 130°C y se mantuvo en agitación a esta temperatura durante una hora. La masa de reacción se enfrió luego a aproximadamente 90°C y se vertió después con cuidado en aproximadamente 20 l. de agua caliente a una temperatura comprendida entre 90 y 95°C. La masa de reacción se agitó 20 luego durante una hora, dejándola enfriar.

El precipitado de color rojizo se filtró y se lavó con agua hasta que alcanzó la neutralidad. La torta de filtración se secó después durante una noche en una estufa a 100°C.

25
22-11-74.

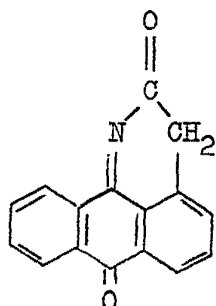
Se obtuvieron de este modo 56 g de un producto, el cual exhibió las mismas características espectrales y cromatográficas que el producto descrito en la Patente italiana núm. 860.016, anteriormente mencionada, y que exhibió un espectro de absorción en el infrarrojo semejante al espectro que se muestra en el dibujo 3 adjunto.

La presente solicitud que corresponde a las presentadas en Italia, el 21 de Enero de 1974, bajo el Nº 19614 A/74 y 16 de Julio de 1974, bajo el Nº 25196 A/74, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

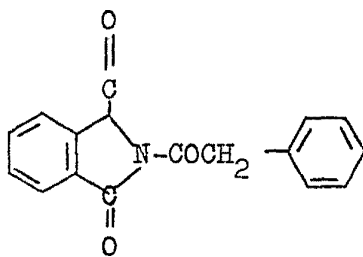
Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un procedimiento para la preparación de 7-oxo-7-H-dibenzo- \int e, \int -quinolin-2-ol (I),
22-11-74.



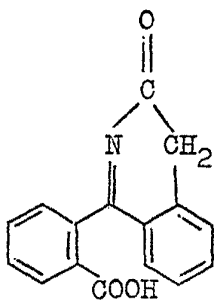
(I)

caracterizado por el hecho de que la N-fenil-acetil-
-ftalimida (II)



(II)

se cicloisomeriza en un disolvente inerte a ácido orto-
-(3-hidroxi-1-isoquinolinil)-benzoico (III),



(III)

22-11-74.

en presencia de catalizadores del tipo de Friedel-Crafts, a una temperatura comprendida entre 50º y 200ºC, preferiblemente entre 60º y 170ºC, y con relaciones molares de catalizador Friedel-Crafts a N-fenil-acetil-ftalimida comprendidas entre 2 y 5, pero que preferiblemente tienen el valor de 2 aproximadamente, y por el hecho de que el ácido orto-(3-hidroxi-1-isoquinolinil)-benzoico (III) obtenido se cicla a 7-oxo-7H-dibenzo-de, h-quinolin-2-ol (I) por condensación deshidratante.

10 2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que la N-fenil-acetil-ftalimida (II) de partida se obtiene por reacción de la ftalimida alcalina con cloruro de fenil-acetilo en disolventes hidrocarburoados aromáticos y/o
15 alifáticos, preferiblemente clorados, a temperaturas comprendidas entre la temperatura ambiente y 150ºC, pero preferiblemente entre 30º y 130ºC.

20 3ª.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado por el hecho de que las reacciones se llevan a cabo en una sola etapa utilizando como disolventes inertes hidrocarburos clorados aromáticos y/o alifáticos.

25 4ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que la N-fenil-acetil-ftalimida (II) de partida se prepara con-

22-11-74.

densando directamente el cloruro de fenilacetilo con la ftalimida en un medio de reacción anhidro constituido por disolventes orgánicos polares apróticos e hidromiscibles, en presencia de una amina terciaria alifática, heterocíclica o alicíclica, a una temperatura comprendida entre 0° y 90°C, pero preferiblemente entre 15° y 50°C.

5a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4a, caracterizado por el hecho de que como la amina terciaria alifática se utiliza una trialcohilamina en la que los radicales alcoholo tienen de 1 a 4 átomos de carbono y preferiblemente trietilamina.

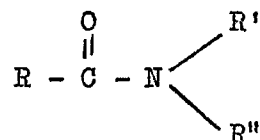
6a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4a, caracterizado por el hecho de que como la amina terciaria heterocíclica se utiliza una amina seleccionada del grupo que comprende piridina, quinolina, picolina y lutidina, y preferiblemente piridina.

7a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4a, caracterizado por el hecho de que como la amina terciaria alicíclica se utiliza una amina seleccionada del grupo que comprende N-alcoholpiperidinas, N-alcohol-morfolinas y N,N'-dialcoholpiperazinas, cuyos radicales alcoholo tienen de 1 a 3 átomos de carbono.

8a.- Un procedimiento de acuerdo con la

25
22-11-74.

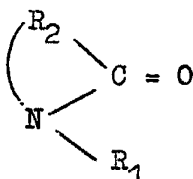
reivindicación 4a, caracterizado por el hecho de que co
mo el disolvente orgánico polar aprótico e hidromisci-
ble se utiliza un compuesto de la fórmula general:



5 en la que: R representa hidrógeno o un grupo alcoholo
inferior que tiene de 1 a 3 átomos de carbono, y en
la que

R' y R'', que pueden ser iguales entre sí o dife-
rentes, son grupos alcoholo inferior que tie-
nen de 1 a 3 átomos de carbono,
10 pero preferiblemente es dimetil-formamida.

9a.- Un procedimiento de acuerdo con la
reivindicación 4a, caracterizado por el hecho de que
como el disolvente orgánico polar aprótico e hidromisci-
ble se utiliza un compuesto orgánico de la fórmula gene-
ral:
15



22-11-74.

en la que: R_1 representa un grupo alcohol inferior que
tiene de 1 a 3 átomos de carbono y en la que
 R_2 es una cadena de alcoholeno que tiene de 3 a 6
átomos de carbono, pero preferiblemente es N-me
5 til-pirrolidona.

10^a.- Un procedimiento de acuerdo con las
reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho
de que como el catalizador Friedel-Crafts se utiliza
 $AlCl_3$.

10 11^a.- Un procedimiento de acuerdo con la
reivindicación 1^a, caracterizado por el hecho de que la
condensación deshidratante se produce en presencia de un
agente seleccionado de entre H_2SO_4 concentrado, oleum,
15 poli(ácidos fosfóricos), anhídridos sulfúrico y fosfóri
co, llevándose a cabo a una temperatura comprendida en-
tre 90^o y 200^oC y durante períodos de tiempo comprendi-
dos entre 30 minutos y aproximadamente 3 horas.

12^a.- Un procedimiento de acuerdo con la
reivindicación 1^a, caracterizado por el hecho de que la
20 condensación deshidratante se obtiene por fusión con la
sal doble $AlCl_2 \cdot NaCl$ a una temperatura comprendida en-
tre 110^o y 250^oC.

13^a.- Un procedimiento de acuerdo con las
reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho
25 de que la condensación deshidratante se obtiene por me-

dio de ácido sulfúrico concentrado y/o de óleum de baja concentración.

14a.- Un procedimiento para la preparación de 7-oxo-7-H-dibenzo- $\left[\begin{smallmatrix} d \\ e, h \end{smallmatrix} \right]$ -quinolin-2-ol.

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

Madrid,

18 ENE. 1975

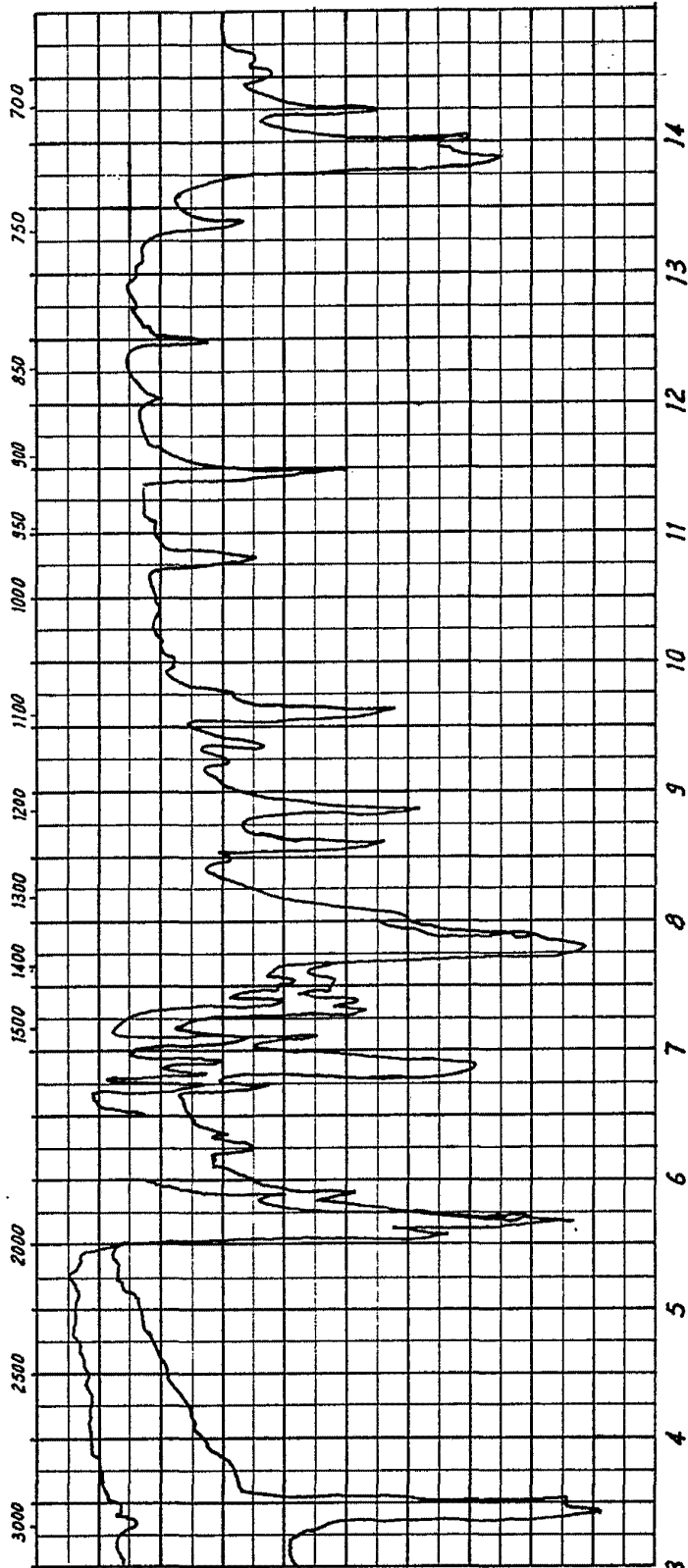
P. A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder

22-11-74.

G.D.S.

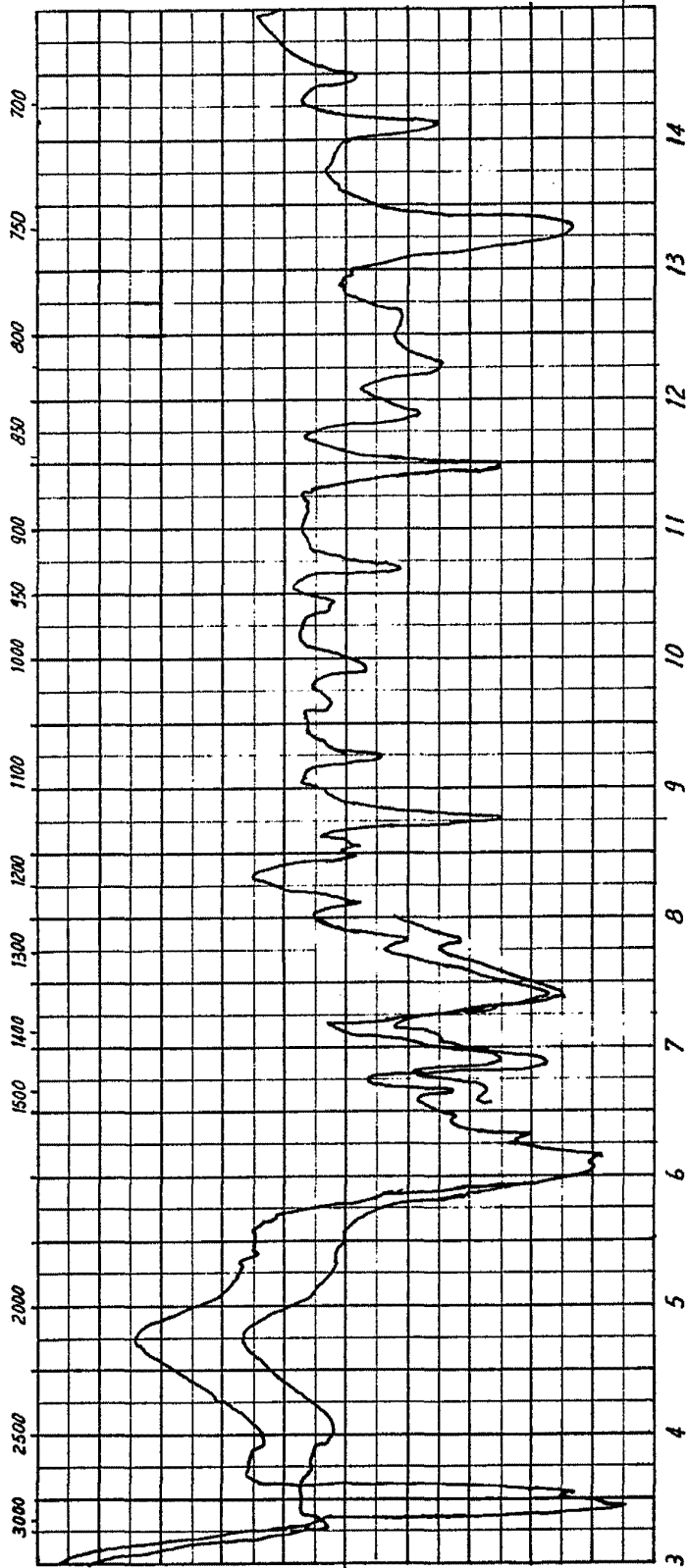
FIG. 1



Alberto de Elzaburu
Per Poder

52161-1

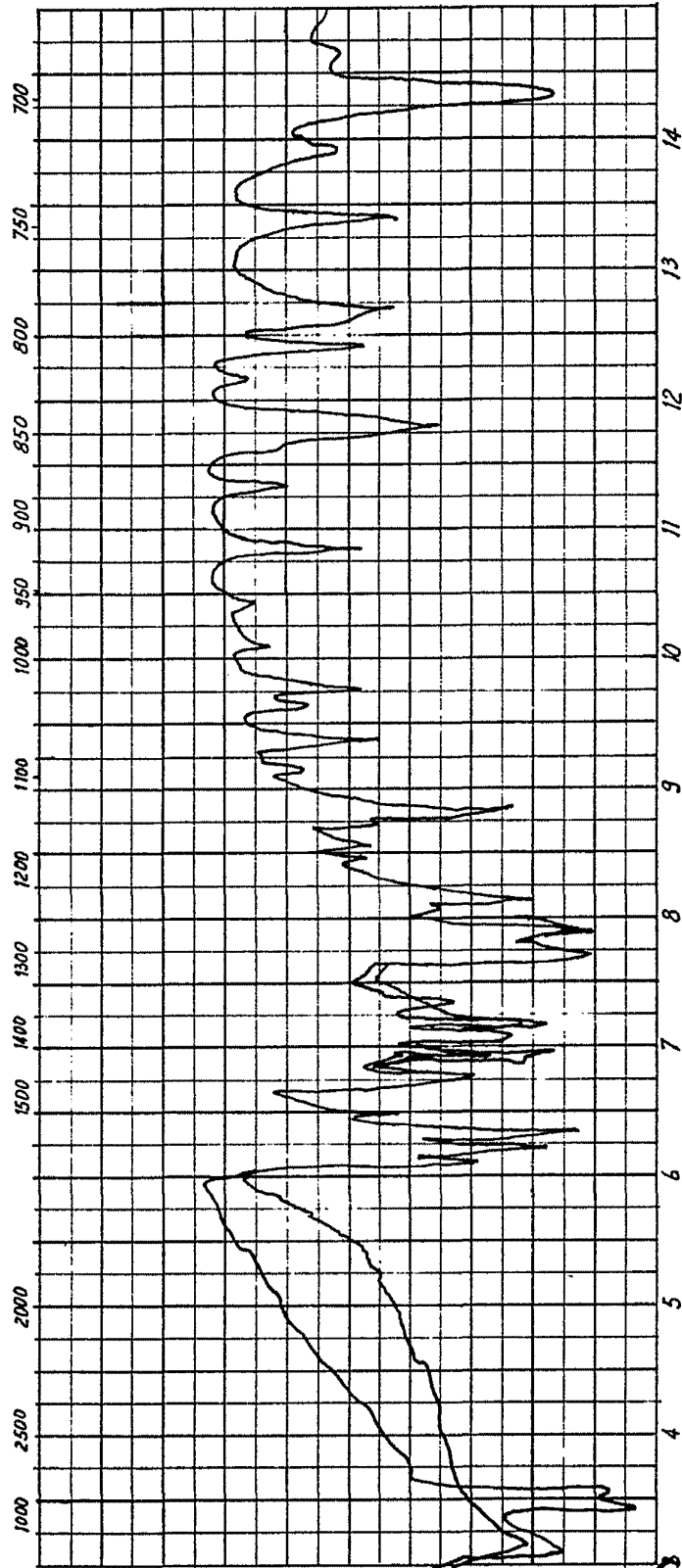
FIG. 2



Alberto de Elzoburu
Por Poder

60.17

FIG. 3



Alberto de Bizzolun
Per Poder

621312