



ESPAÑA

19 ES	11	NUMERO	449.441	10 A1
	21	FECHA DE PRESENTACION	1.7.76	

P.- 63.293  
S. 72/49  
Div.

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO 72/32076	8.9.72	Francia

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07D/C08K	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA 418.561
------------------------	---	---

54 TITULO DE LA INVENCION  
"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE NUEVOS DERIVADOS DEL  
α-FENILINDOL"

71 SOLICITANTE (S)  
SOLVAY & CIE

DOMICILIO DEL SOLICITANTE  
rue du Prince Albert 33, B-1050 Bruselas, Bélgica

72 INVENTOR (ES)  
Claude Deblandre y Jeau Guyaux

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE  
D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ

P.- 63.293

1 El presente invento se refiere a un procedimiento para la fabricación de nuevos derivados del  $\alpha$ -fenilindol.

5 El  $\alpha$ -fenilindol es un producto bien conocido. Se utiliza principalmente en la composición de sistemas estabilizantes para detener la degradación de resinas venílicas bajo el efecto del calor.

10 Para esta aplicación, el  $\alpha$ -fenilindol presenta cierto número de ventajas: no es tóxico, confiere a la resina una buena estabilidad térmica y una coloración inicial perfecta que se mantiene constante durante un lapso de tiempo relativamente corto necesario para la utilización del polímero; además, confiere a este último una estabilidad prolongada largo tiempo.

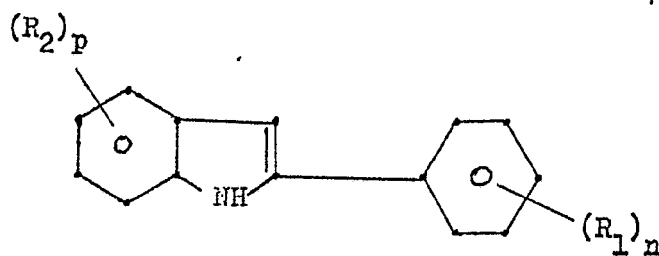
15 Sin embargo, como consecuencia de una temperatura de sublimación próxima a la temperatura de utilización de las composiciones resinosas, el  $\alpha$ -fenilindol, da lugar a la formación de vapores que pueden condensarse sobre los productos enfriados y principalmente en el interior de recipientes cuando las composiciones estabilizadas son utilizadas para la fabricación de embalajes huecos.

20 El  $\alpha$ -fenilindol tiene pues el riesgo de encontrarse en los productos embalados.

25 Además, el  $\alpha$ -fenilindol es relativamente soluble en medio acuoso y tiene el riesgo por lo tanto de emigrar por solubilización en los productos embalados y alterar las propiedades organolépticas.

30 La Firma solicitante ha sintetizado derivados del  $\alpha$ -fenilindol que, comparados con el  $\alpha$ -fenilindol propiamente dicho, son menos solubles en agua y poseen una temperatura de sublimación más elevada.

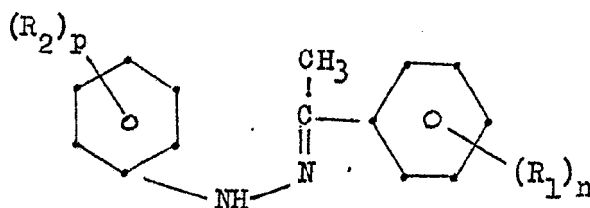
El presente invento se refiere por lo tanto a un procedimiento para la preparación de nuevos derivados del  $\alpha$ -fenilindol que responden a la fórmula general



en la cual:  $R_1$  y  $R_2$  son idénticos o diferentes y representan radicales alcohilo lineales o ramificados o radicales cicloalcohilo, estando comprendida la suma de los átomos de carbono de todos los radicales  $R_1$  y  $R_2$  entre 4 y 20,  $n$  es 0 o un número entero comprendido entre 1 y 5 y  $p$  es 0 o un número entero comprendido entre 1 y 4, siendo la suma de los índices  $n + p$  un número entero superior a 0.

La posición de las cadenas  $R_1$  y  $R_2$  sobre los núcleos aromáticos es cualquiera; puede ser orto, meta o para. Se prefiere sin embargo, por razones de facilidad de síntesis, los compuestos en los cuales el grupo  $R_1$  está situado en posición para con respecto al enlace fenil-indol.

Para preparar los nuevos derivados del  $\alpha$ -fenilindol conforme al procedimiento del presente invento se somete una fenilhidrazona de la fórmula general



en la cual  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $n$  y  $p$  tienen el mismo significado que antes, a una transposición según la reacción llamada de Fis-

1 cher en presencia de un catalizador ácido.

Se han preparado diversos derivados del  $\alpha$ -fenil-indol que son el objeto del presente invento. Para cada uno de ellos, se ha determinado la solubilidad en agua y la temperatura de sublimación por termogravimetría bajo nitrógeno y para fines de identificación, se ha realizado un espectro de masa.

La preparación y las propiedades de estos derivados se encuentran descritos en los ejemplos siguientes.

#### Ejemplo 1

En un matraz de fondo redondo de 2 litros, se introducen sucesivamente 650 ml de  $\text{CCl}_4$ , 154 g de  $\text{AlCl}_3$  y gota a gota bajo agitación y enfriamiento por medio de un baño de hielo, 88 g de cloruro de acetilo. A continuación, se añaden gota a gota, con agitación y vigilando que la temperatura del medio reaccionante no sobrepase los  $5^\circ\text{C}$ , 190 g (1 mol) de octilbenceno. Cuando todo el reactivo ha sido añadido, se retira el baño de hielo y se prosigue la agitación hasta que cesa el desprendimiento de  $\text{HCl}$ . A continuación se vierte lentamente y bajo agitación el contenido del matraz de fondo redondo en hielo de agua desmineralizada ligeramente acidulada. Por decantación, se separa la fase orgánica que se lava primeramente con una solución al 5% de carbonato de sodio para retirar el  $\text{HCl}$  arrastrado y después se trata con agua desmineralizada hasta neutralidad de los extractos acuosos. Después de evaporación del disolvente, se destila la octilacetofenona obtenida. Se recogen aproximadamente 180 g del producto lo que representa un rendimiento

1 to del orden del 80%. Este producto está constituido por el isómero para con débiles cantidades de impurezas.

5 A una mezcla de 23,2 g de p-octilacetofenona y 10 ml de fenilhidrazina, se añaden 40 g de ácido polifosfórico previamente calentado a aproximadamente 60°C. Se agita vigorosamente hasta que la temperatura asciende hasta 130-140°C. Se enfría la mezcla por un baño de agua. La temperatura continua ascendiendo hasta llegar a 190-220°C. A continuación se deja enfriar el producto obtenido hasta aproximadamente 100°C y después se añade agua. Se transvasa la totalidad a una ampolla de decantación y después se procede a una extracción con éter. La fase etérea se lava con agua hasta neutralidad de los extractos acuosos. Se evapora el éter. El producto bruto obtenido se recristaliza una vez en alcohol y después se lava con éter de petróleo a 100-120°C y finalmente se filtra y se seca. Se recogen 18 g del producto lo que representa un rendimiento de aproximadamente 60% en  $\alpha$ (p-octilfenil)indol.

20 Este producto presenta una solubilidad en agua inferior a 0,01 mg/l a 20°C y una temperatura de sublimación de 312°C. A título de comparación, el  $\alpha$ -fenilindol presenta una solubilidad en agua de 0,97 mg/l a 20°C y una temperatura de sublimación de 237°C.

25 El espectro de masa del producto se distingue por dos picos principales a  $\frac{m}{e}$  de 305 ( $M^+C_{22}H_{27}N$ ) y de 206 ( $M^+$ ,  $C_7H_{15}$ ,  $C_{15}H_{12}N$ ) mientras que la transposición metaestable (305  $\longrightarrow$  206) da un pico a  $m^{\#}$  de aproximadamente

30  $139,1 \left[ \frac{(206)^2}{305} \right]$ . Este espectro corresponde al  $\alpha$ (p-octilfenil)indol.

Ejemplo 2

Se trabaja exactamente en las mismas condiciones que en el ejemplo 1 pero reemplazando el octilbenceno de partida por un mol, es decir 160 g de ciclohexilbenceno.

Al final del ensayo, se obtienen 13 g de producto lo que representa un rendimiento de aproximadamente 50% en  $\alpha$ (p-ciclohexilfenil)indol.

Este producto presenta una solubilidad en agua inferior a 0,01 mg/l a 20°C y una temperatura de sublimación de 313°C.

El espectro de masas se distingue por dos picos principales a  $\frac{m}{e}$  de 275 ( $M^+C_{20}H_{21}N$ ) y de 252 ( $M^+C_3H_7$ ,  $C_{17}H_{14}N$ ) mientras que la transición metaestable (275  $\longrightarrow$  232) da un pico a  $M^{\#}$  de aproximadamente 195,7

$$\left[ \frac{(232)^2}{275} \right] \cdot$$

Ejemplo 3

Se trabaja exactamente en las mismas condiciones que en el ejemplo 1 pero reemplazando el octilbenceno de partida por un mol, es decir 246 g de dodecil-benceno.

Al final del ensayo, se recogen 21 g de producto lo que representa un rendimiento de aproximadamente 60% en  $\alpha$ (p-dodecilfenil)indol.

Este producto presenta una solubilidad en agua inferior a 0,01 mg/l a 20°C y una temperatura de sublimación de 342°C.

El espectro de masa se distingue por dos picos principales a  $\frac{m}{e}$  de 361 ( $M^+C_{26}H_{35}N$ ) y de 206 ( $M^+C_{11}H_{23}$ ,  $C_{15}H_{12}N$ ) mientras que la transición metaestable (361  $\longrightarrow$  206)

da un pico a  $m^z$  de aproximadamente 117,6  $\left[ \frac{(206)^2}{361} \right]$ .

#### Ejemplo 4

Se trabaja exactamente en las mismas condiciones que en el ejemplo 1 pero reemplazando el octilbenceno de partida por 1 mol, es decir 148 g de terc-amilbenceno.

Al final del ensayo, se recogen 14 g del producto lo que representa un rendimiento de aproximadamente el 55% en  $\alpha$ (p-terc-amilfenil)indol.

Este producto presenta una solubilidad en agua inferior a 0,01 mg/l a 20°C y una temperatura de sublimación de 279°C.

El espectro de masa se distingue por dos picos principales a  $\frac{m}{e}$  de 263 ( $M^+C_{19}H_{21}N$ ) y de 234 ( $M^+C_{17}H_{16}N$ ), mientras que la transición metaestable (263  $\rightarrow$  234) proporciona un pico a  $m^z$  de aproximadamente 208,2

$$\left[ \frac{(234)^2}{263} \right]$$

#### Ejemplo 5

En las mismas condiciones que en el ejemplo 1, se prepara el  $\alpha$ (p-n-butyl-fenil)indol partiendo de n-butylbenceno.

Este producto presenta una solubilidad en agua inferior a 0,01 mg/l a 20°C y una temperatura de sublimación de 281°C.

El espectro de masa se distingue por dos picos principales a  $\frac{m}{e}$  de 249 ( $M^+C_{18}H_{19}N$ ) y de 206 ( $M^+C_{15}H_{12}N$ ), mientras que la transición metaestable (249  $\rightarrow$  206) da un pico a  $m^z$  de aproximadamente 170,4  $\left[ \frac{(206)^2}{249} \right]$ .

Entre las aplicaciones posibles de los derivados

1 del  $\alpha$ -fenilindol preparados conforme al procedimiento del presente invento, se puede citar en particular la estabilización de resinas vinílicas contra la degradación bajo el efecto del calor.

5 Para esta aplicación, se prefiere que el derivado del  $\alpha$ -fenilindol utilizado tenga una temperatura de sublimación suficientemente superior a la temperatura de utilización de la composición de resina, temperatura que generalmente está comprendida entre 190 y 220°C. Esta es la razón  
10 por la cual se utilizan los derivados del  $\alpha$ -fenilindol que son objeto del presente invento, es decir en los cuales las cadenas  $R_1$  y  $R_2$  tienen en total un número de átomos de carbono comprendido entre 4 y 20 y precisamente entre 8 y 16. Estos compuestos poseen en efecto una temperatura de sublimación de al menos 250°C y son además prácticamente insolubles en agua, lo que reduce sensiblemente los riesgos de emigración a los productos acuosos que se ponen en contacto con los productos manufacturados a partir de las composiciones de resinas estabilizadas.

20 La posición de las cadenas  $R_1$  y  $R_2$  sobre los anillos aromáticos no es crítica para la aplicación considerada. Esto permite indiferentemente la utilización de compuestos que son el objeto del invento en estado puro o de mezclas de dos o varios de ellos. Por razones de facilidad de síntesis, se prefiere sin embargo utilizar los compuestos  
25 en los cuales la cadena  $R_1$  está situada en posición para con relación al enlace fenil-indol.

Los derivados del  $\alpha$ -fenilindol se utilizarán generalmente en combinación con otros estabilizadores conocidos entre los cuales se pueden citar principalmente los ja-

1    bones de calcio y de zinc y los derivados orgánicos de estaño.

5    Los derivados del  $\alpha$ -fenilindol o una mezcla de estos derivados serán generalmente utilizados en cantidades molares correspondientes a las cantidades de  $\alpha$ -fenilindol no sustituido corrientemente utilizadas en las fórmulas de estabilización conocidas, es decir en valor absoluto 0,05 a 1 partes en peso y más precisamente 0,1 a 0,8 partes en peso por cada 100 partes en peso de resina venílica. Estas

10    cantidades corresponden, por cada 100 partes en peso de resina, respectivamente a aproximadamente 0,00025 a aproximadamente 0,0052 moles y aproximadamente 0,00052 a aproximadamente 0,0041 moles, cualquiera que sea el  $\alpha$ -fenilindol considerado.

15    Además, del estabilizante, las composiciones de resinas venílicas estabilizadas pueden contener otros ingredientes tales como los agentes destinados a mejorar las propiedades mecánicas de la resina, agentes que facilitan la utilización de las composiciones, lubricantes, pigmentos...

20    Por resina venílica, se quiere decir no solamente los homopolímeros del cloruro de vinilo sino también los copolímeros a base de cloruro de vinilo con monómeros tales como el acetato de vinilo y el propionato de vinilo, los acrilatos de alcoholilo, el cloruro de vinilideno, el nitrilo acrílico, el estireno, los fluoruros de vinilo y de vinilideno, las olefinas tales como el etileno y el propileno...

25    Los copolímeros a base de cloruro de vinilideno y los polímeros y los copolímeros de cloruro de vinilo sobreclorados pueden también formar parte de las composiciones.

30    Las composiciones de polímeros de cloruro de vini

1 lo estabilizadas con ayuda de sistemas que comprenden deri-  
vados del  $\alpha$ -fenilindol conformes con el invento sirven  
particularmente para la fabricación de materiales de embala  
je para productos alimenticios con la ayuda de máquinas que  
5 funcionan a una cadencia elevada, como es el caso principal  
mente de la extrusión y el soplado de botellas para el enva  
se de aguas minerales.

Se han preparado diversas fórmulas a base de poli  
(cloruro de vinilo) estabilizados por un sistema que hace  
10 intervenir el  $\alpha$ -fenilindol (a título de comparación) y ca-  
da uno de los derivados cuya preparación se describe en los  
ejemplos 1 a 4.

Las composiciones preparadas se describen en la  
tabla que figura a continuación en la cual se proporciona  
15 igualmente datos de estabilidad térmica para cada composi-  
ción.

Estos datos se determinan por un ensayo que con-  
siste en amasar las composiciones en un amasador de 2 cilin-  
dros calentados a una temperatura de 190°C, siendo regula-  
20 das las velocidades lineales de los cilindros en la rela-  
ción 1, 2. Estas condiciones de temperatura corresponden a  
contracciones térmicas experimentadas por la materia en el  
momento de su utilización, por extrusión, por ejemplo.

Para cada muestra, se anota después de cuanto  
25 tiempo la composición adquiere una coloración amarilla y  
después negra.

Las cantidades de los diversos ingredientes se ex-  
presan en partes en peso.

Del examen de la tabla, se pone de manifiesto que  
30 cada composición conserva su coloración inicial después de

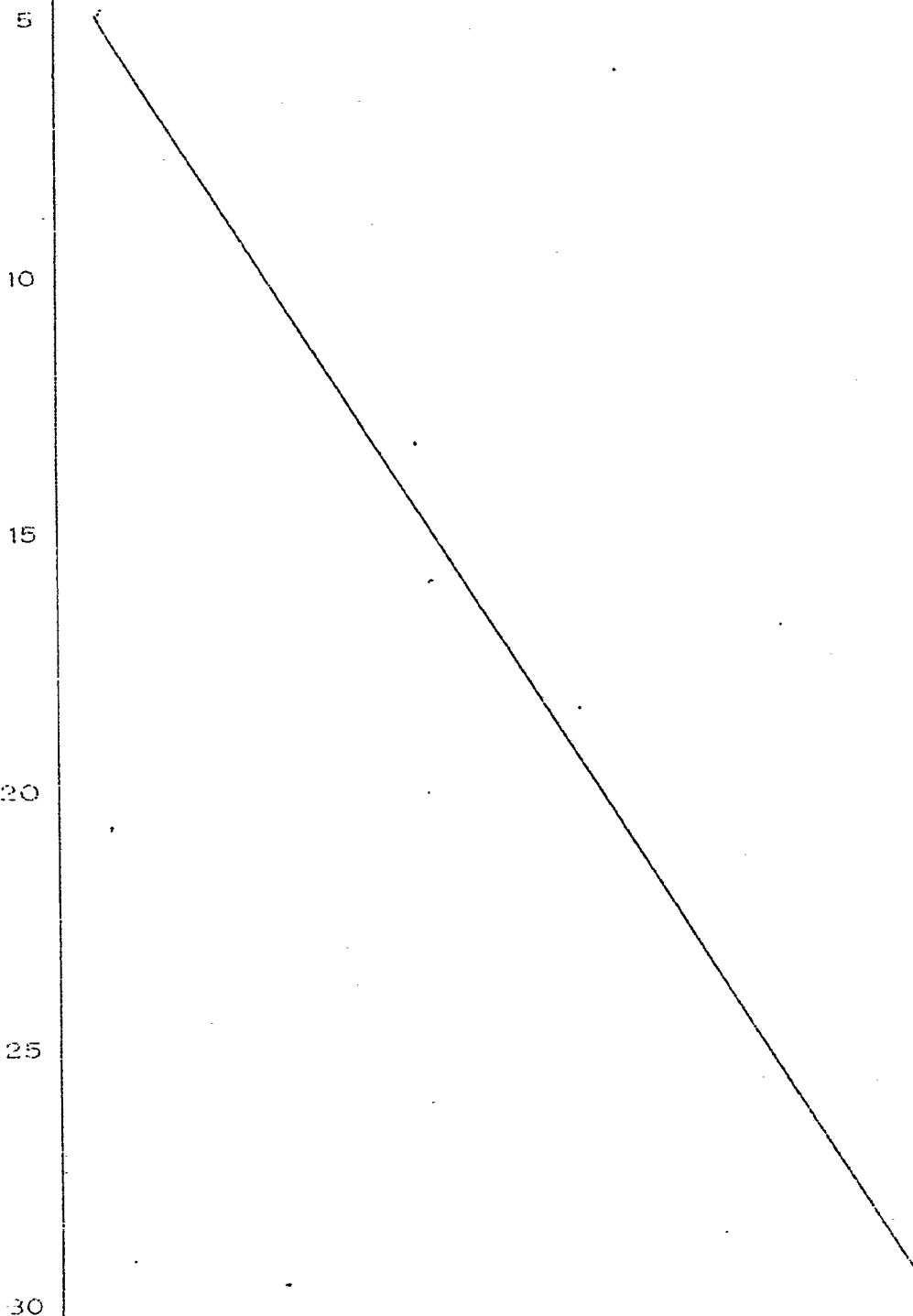
un tiempo de amasado (5 min) que corresponde aproximadamente a los tiempos de estancia en la materia en el aparato de utilización. Además, se puede tener en cuenta que desde el punto de vista de la eficacia los derivados del  $\alpha$ -fenilindol que son el objeto del presente invento son tan buenos estabilizantes como el  $\alpha$ -fenilindol no sustituido, sin embargo se utiliza una cantidad molar que corresponde a las cantidades del  $\alpha$ -fenilindol generalmente utilizadas.

Por otra parte, por medio de las composiciones descritas se han fabricado botellas por extrusión-soplado, a 190-220°C.

Durante esta operación, se determina la volatilidad, en el taller, del derivado de  $\alpha$ -fenilindol. Para hacer esto, se toma por aspiración una misma cantidad de aire al salir de los parísones. Se hace borbotear este aire en el alcohol contenido en recipientes enfriados a -70°C. El derivado del  $\alpha$ -fenilindol contenido en el aire se disuelve en alcohol y se valora después. A la vista de los resultados se pone de manifiesto que los derivados del  $\alpha$ -fenilindol conformes al invento netamente menos volátiles que los del  $\alpha$ -fenilindol no sustituido.

Las botellas fabricadas se llenan de agua y después se almacenan a 45°C durante 30 días. Se determina entonces la solubilidad del derivado de  $\alpha$ -fenilindol en el agua después de colocada en la botella. El ensayo consiste en tratar en cada caso, 10 l de agua, por fracción de 2 l, por medio de 100 ml de heptano normal. La solución obtenida se concentra hasta unos ml (2 ó 3) y después se examina esta muestra por cromatografía en capa delgada, lo que permite medir la cantidad de derivado de  $\alpha$ -fenilindol disuelta

1 que se refiere entonces a 1 litro de agua. Los resultados  
 obtenidos muestran igualmente la superioridad de los deri-  
 vados de  $\alpha$ -fenilindol conformes al invento sobre el  $\alpha$ -fe-  
 nilindol no sustituido.



Composiciones		Tabla									
Ensayo nº		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
5	- Poli(cloruro de vinilo) del tipo suspensión de número K en el 1,2-dicloroetano igual a 53	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	- Modificante acrílico	-	-	-	-	-	-	2	2	2	2
	- Cera de polietileno	-	-	-	-	-	-	0,1	0,1	0,1	0,1
	- Ester de glicerina	2	2	2	2	2	2	-	-	-	2
	- Aceite de soja epoxidado	3	3	3	3	3	3	-	-	-	3
	- Estearato de calcio	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	-	-	-	0,2
	- Etilhexoato de zinc	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	-	-	-	-
	- Dioctilmaleato de estaño	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	- $\alpha$ -fenilindol	0,25	0,45	-	-	-	-	1,5	1,5	1,5	-
	- $\alpha$ -(p- <u>octilfenil</u> )indol	-	-	-	-	-	-	0,3	-	-	-
	- $\alpha$ -(p- <u>dodecilfenil</u> )indol	-	-	0,45	0,6	-	-	-	0,4	-	-
	- $\alpha$ -(p- <u>terc-amilfenil</u> )indol	-	-	-	-	0,45	-	-	-	0,55	-
	- $\alpha$ -(p- <u>ciclohexilfenil</u> )indol	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,6
20	Ensayo de estabilidad térmica										
	Estabilidad térmica dinámica										
	en amasador de cilindros a 190°C	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	Coloración	-	15	12	15	9	15	9	9	9	18
	- incolora	-	25	24	26	21	25	42	42	42	27
	- amarilla	-	1	0,02	0,02	<0,02	<0,02	1	0,02	<0,02	-
	- negra	1	0,07	0,0003	0,0001	<0,0001	<0,0001	0,07	0,0001	<0,0001	-
25	Volatilidad en el taller del indol	1	1	0,02	0,02	<0,02	<0,02	1	0,02	<0,02	-
	Solubilidad del indol en el agua										
	después de colocarlo en botellas	0,07	0,07	0,0003	0,0001	<0,0001	<0,0001	0,07	0,0001	<0,0001	-

**POOR QUALITY**

Tabla

2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
-	-	-	-	-	2	2	2	-	-
-	-	-	-	-	0,1	0,1	0,1	-	-
2	2	2	2	2	-	-	-	2	2
3	3	3	3	3	-	-	-	3	3
0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	-	-	-	0,2	0,2
0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	1,5	1,5	1,5	-	-
0,45	-	-	-	-	0,3	-	-	-	-
-	0,45	0,6	-	-	-	0,4	-	-	-
-	-	-	0,45	0,8	-	-	0,55	-	-
-	-	-	-	-	-	-	-	0,6	-
-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,6
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
15	12	15	9	15	9	9	9	18	15
25	24	26	21	25	42	42	42	27	27
1	0,02	0,02	<0,02	<0,02	1	0,02	<0,02	-	0,05
0,07	0,0001	0,0001	<0,0001	<0,0001	0,07	0,0001	<0,0001	-	0,0005

		Ensayo nº	
Composiciones		1	2
5	- Poli(cloruro de vinilo) del tipo suspensión de número K en el 1,2-dicloroetano igual a 53	100	100
	- Modificante acrílico	-	-
	- Cera de polietileno	-	-
	- Ester de glicerina	2	2
	- Aceite de soja epoxidado	3	3
10	- Estearato de calcio	0,2	0,2
	- Etilhexoato de zinc	0,15	0,15
	- Dioctilmaleato de estaño	-	-
	- $\alpha$ -fenilindol	0,25	0,45
	- $\alpha$ -(p-octilfenil)indol	-	-
15	- $\alpha$ -(p-dodecilfenil)indol	-	-
	- $\alpha$ -(p-terc-amilfenil)indol	-	-
	- $\alpha$ -(p-ciclohexilfenil)indol	-	-
<u>Ensayo de estabilidad térmica</u>			
20	Estabilidad térmica dinámica Coloración		
	en amasador de cilindros - incolora min	0	0
	a 190°C - amarilla } después	-	15
	- negra } min	-	25
25	Volatilidad en el taller del indol $\text{mg}/\text{m}^3$	1	1
	Solubilidad del indol en el agua después de colocarlo en botellas $\text{mg}/\text{l}$	0,07	0,07

23.6.76

Tabla

1	2	3	4	5	6	7	8	9
100	100	100	100	100	100	100	100	100
-	-	-	-	-	-	2	2	2
-	-	-	-	-	-	0,1	0,1	0,1
2	2	2	2	2	2	-	-	-
3	3	3	3	3	3	-	-	-
0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	-	-	-
0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	-	-	-
-	-	-	-	-	-	1,5	1,5	1,5
0,25	0,45	-	-	-	-	0,3	-	-
-	-	0,45	0,6	-	-	-	0,4	-
-	-	-	-	0,45	0,8	-	-	0,55
-	-	-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-	-	-
0	0	0	0	0	0	0	0	0
-	15	12	15	9	15	9	9	9
-	25	24	26	21	25	42	42	42
1	1	0,02	0,02	<0,02	<0,02	1	0,02	<0,02
0,07	0,07	0,0001	0,0001	<0,0001	<0,0001	0,07	0,0001	<0,0001

Tabla

	5	6	7	8	9	10	11
10	100	100	100	100	100	100	100
-	-	-	2	2	2	-	-
-	-	-	0,1	0,1	0,1	-	-
2	2	2	-	-	-	2	2
3	3	3	-	-	-	3	3
2	0,2	0,2	-	-	-	0,2	0,2
5	0,15	0,15	-	-	-	-	-
-	-	-	1,5	1,5	1,5	-	-
-	-	-	0,3	-	-	-	-
6	-	-	-	0,4	-	-	-
-	0,45	0,8	-	-	0,55	-	-
-	-	-	-	-	-	0,6	-
-	-	-	-	-	-	-	0,6
0	0	0	0	0	0	0	0
15	9	15	9	9	9	18	15
26	21	25	42	42	42	27	27
0,02	< 0,02	< 0,02	1	0,02	< 0,02	-	0,05
,0001	< 0,0001	< 0,0001	0,07	0,00	< 0,0001	-	0,0005

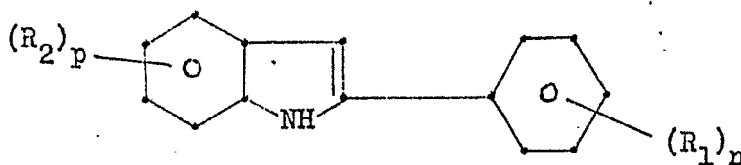
8	9	10	11
00	100	100	100
2	2	-	-
,1	0,1	-	-
-	-	2	2
-	-	3	3
-	-	0,2	0,2
-	-	-	-
,5	1,5	-	-
-	-	-	-
,4	-	-	-
-	0,55	-	-
-	-	0,6	-
-	-	-	0,6
0	0	0	0
9	9	18	15
42	42	27	27
0,02	< 0,02	-	0,05
0,00	< 0,0001	-	0,0005

### REIVINDICACIONES

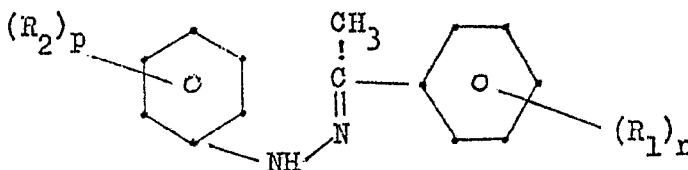
---

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.- Procedimiento para la fabricación de nuevos derivados del  $\alpha$ -fenilindol que responden a la fórmula general



en la cual:  $R_1$  y  $R_2$  son idénticos o diferentes y representan radicales alcohilo lineales o ramificados o radicales cicloalcohilo, estando comprendida la suma de los átomos de carbono de todos los radicales  $R_1$  y  $R_2$  entre 4 y 20,  $n$  es 0 o un número entero comprendido entre 1 y 5 y  $p$  es 0 o un número entero comprendido entre 1 y 4, siendo la suma de los índices  $n + p$  un número entero superior a 0, caracterizado porque se somete una fenilhidrazona de la fórmula general



en la cual  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $n$  y  $p$  tienen el mismo significado que

1 antes, a una transposición según la reacción llamada de Fischer en presencia de un catalizador ácido.

2<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque se emplea ácido polifosfórico como catalizador ácido.

3<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque p es 0, n es 1 y R<sub>1</sub> está situado en posición para con relación al enlace fenil-indol.

4<sup>a</sup>.- Procedimiento para la fabricación de nuevos derivados del  $\alpha$ -fenilindol.

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

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

Madrid, 01.JUL.1976

P.A.

Fernando de Elizaburu  
Por Feser.

