



PATENTE DE INVENCION

19	ES	11	21	NÚMERO	457028	10	A 1
		22		FECHA DE PRESENTACIÓN	24 MAR. 1977		

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO			

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA

64	TITULO DE LA INVENCION
"Procedimiento para la obtención de clorhidrato de p-clorofenoxiacetato de N-nicotinil-etanolamina"	

71	SOLICITANTE (S)
BOCADOR SOCIEDAD ANONIMA	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE	
calle Anselmo Clavé, núm. 98, ESPLEUGAS DE LLOBREGAT (Barcelona)	

72	INVENTOR (ES)
D. Dionisio Martín, D. Miguel Margarit y D. José Ricard	

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
M. Aureli Suñol	

2-1221-975

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

por VEINTE años

5. solicitada en España a favor de ROCADOR SOCIEDAD ANONIMA, de nacionalidad española, domiciliada en calle Anselmo Clavé, núm. 98, Esplugas de Llobregat (Barcelona), por "Procedimiento para la obtención de clorhidrato de p-clorofenoxiisobutirato de N-nicotinoil-etanolamina". - - - - -

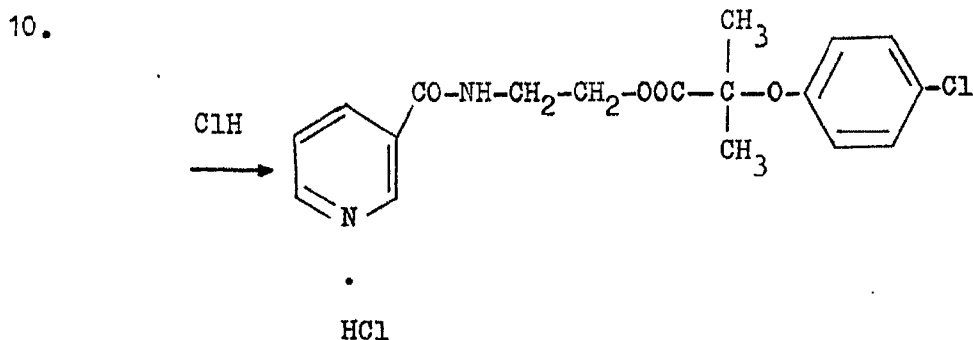
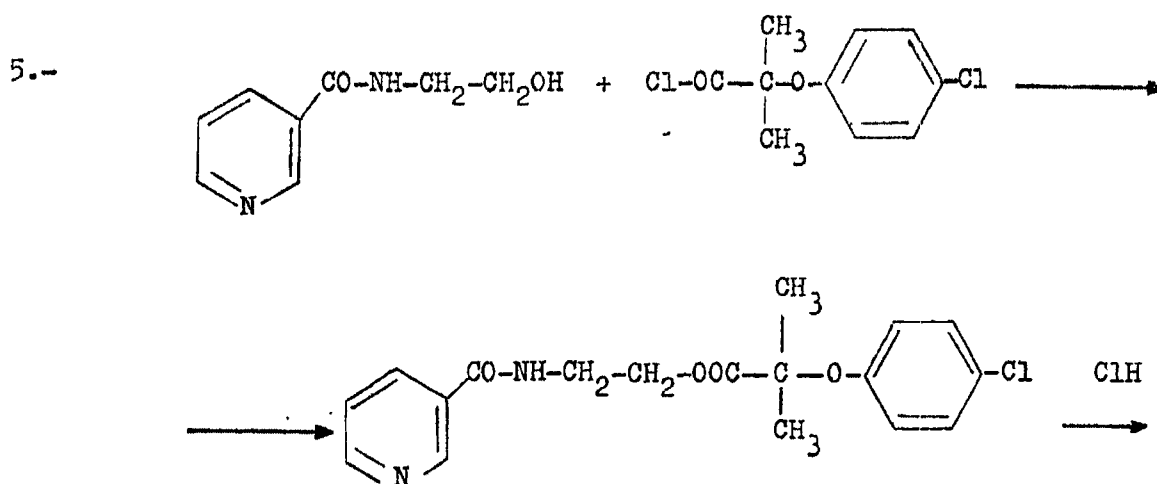
MEMORIA DESCRIPTIVA

10. La presente invención se contrae, conforme se indica en su enunciado, a un procedimiento para la obtención de clorhidrato de p-clorofenoxiisobutirato de N-nicotinoil-etanolamina. - - - - -

15. El procedimiento objeto de la invención tiene por finalidad la obtención de clorhidrato de p-clorofenoxiisobutirato de N-nicotinoil-etanolamina y se caracteriza esencialmente porque se hace reaccionar cloruro de p-clorofenoxiisobutirilo con cantidad equimolecular de N-nicotinoil-etanolamina en el seno de un disolvente inerte y en presencia de una amina terciaria como aceptor del cloruro de hidrógeno formado

durante la reacción, por ejemplo piridina, trietilamina o la propia N-nicotinoil-etanolamina. - - - - -

El procedimiento según la invención responde al siguiente esquema: - - - - -



15. El procedimiento se conduce perfectamente añadiendo lentamente el cloruro de p-clorofenoxiisobutirilo a una disolución o suspensión de N-nicotinoil-etanolamina y la amina terciaria en el disolvente inerte, a una temperatura que varía, en función del disolvente utilizado, desde 0°C , cuan-

do se usa piridina, hasta la temperatura de ebullición en el caso del cloroformo. Finalizada la adición se prolonga la reacción, a la misma temperatura, durante cinco horas. Completada la reacción se enfría la mezcla, se separa por filtrado el precipitado constituido por clorhidrato de amina terciaria, se lava con el disolvente inerte y filtrado y lavados se agitan con agua. - - - - -

5. Cuando el disolvente usado es soluble en agua, precipitará el crudo que se disuelve en cloroformo. La solución del crudo en un disolvente no soluble en agua se lava primcramente con solución diluída de hidróxido sódico y luego con solución saturada de cloruro sódico, para seguidamente secar con cloruro cálcico anhidro y finalmente saturar con cloruro de hidrógeno. - - - - -

10. Se precipita el clorhidrato de p-clorofenoxiisobutirato de N-nicotinoil-etanolamina añadiendo éter de petróleo. El sólido se recristaliza usando un alcohol de bajo peso molecular. - - - - -

15. Para facilitar la comprensión de las ideas expuestas se describe seguidamente un ejemplo de realización de la presente invención el cual, dado su carácter meramente ilustrativo, deberá ser considerado como desprovisto de todo alcance limitativo respecto a la amplitud de la protección legal que se recaba. - - - - -

20.

EJEMPLO

En un matraz de 250 cc., provisto de agitación magnética, de baño con regulación termostática, de refrigeración a reflujo y de embudo de adición, se introducen 15,1 gr.

5. (0,1 mol) de N-nicotinoil-etanolamina y 140 cc. de cloroformo. Se calienta la mezcla hasta disolución y se le añaden, por goteo y con buena agitación, 11,64 gr. (0,05 mol) de cloruro de p-clorofenoxiisobutirilo en caliente, tras lo cual se sigue agitando la mezcla a 60-70°C durante 5 horas. - - - - -

10. Transcurrido este tiempo, se deja enfriar la mezcla, se filtra para separar el sólido formado constituido por clorhidrato de N-nicotinoil-etanolamina, se lava dos veces dicho sólido en el mismo filtro con un poco de cloroformo. El sólido se seca a vacío a 50°C recuperándose 9,39 gr. de clorhidrato de N-nicotinoil-etanolamina (0,05 mol). - - - - -

15. El filtrado y el lavado se juntan, se agitan con solución diluída de hidróxido sódico por dos veces, se lavan después con solución de cloruro sódico hasta neutralidad, se separa, se seca una noche con cloruro cálcico anhidro, se filtra, se concentra al vacío hasta 125 cc., se satura con corriente de cloruro de hidrógeno seco, se añaden 75 cc. de éter de petróleo y se deja reposar un rato para que cristalice todo el clorhidrato. - - - - -

20. El clorhidrato cristalizado se separa por filtración, se lava con éter de petróleo y se seca al vacío, obteniéndose
- 25.

así 15,4 gr. de clorhidrato de p-clorofenoxiisobutirato de N-nicotinoil-etanolamina crudo, correspondientes a un 77,2% de los 0,05 moles que teóricamente se transforman. - - - -

5. Los 15,4 gr. de producto se recristalizan en 225 cc. de isopropanol y se obtienen 13,3 gr. (66,6%) de producto puro que funde a 174°C. - - - - -

Se comprueba su identidad con ayuda de: - - - - -

a.- Análisis elemental. - - - - -

b.- Contenidos teóricos: - - - - -

10. C - 54,13%; H - 5,01%; N - 7,01%; Cl - 17,79% - - - - -

c.- Contenidos determinados: - - - - -

C - 53,85%; H - 5,22%; N - 7,05%; Cl - 17,84% - - - - -
53,89% 5,08% 6,77% 17,95% - - - - -

d.- Espectroscopía IR

15. Presenta a 1.670 cm^{-1} banda correspondiente a vibraciones de tensión de enlace C = O del grupo -CO-NH-R. - -

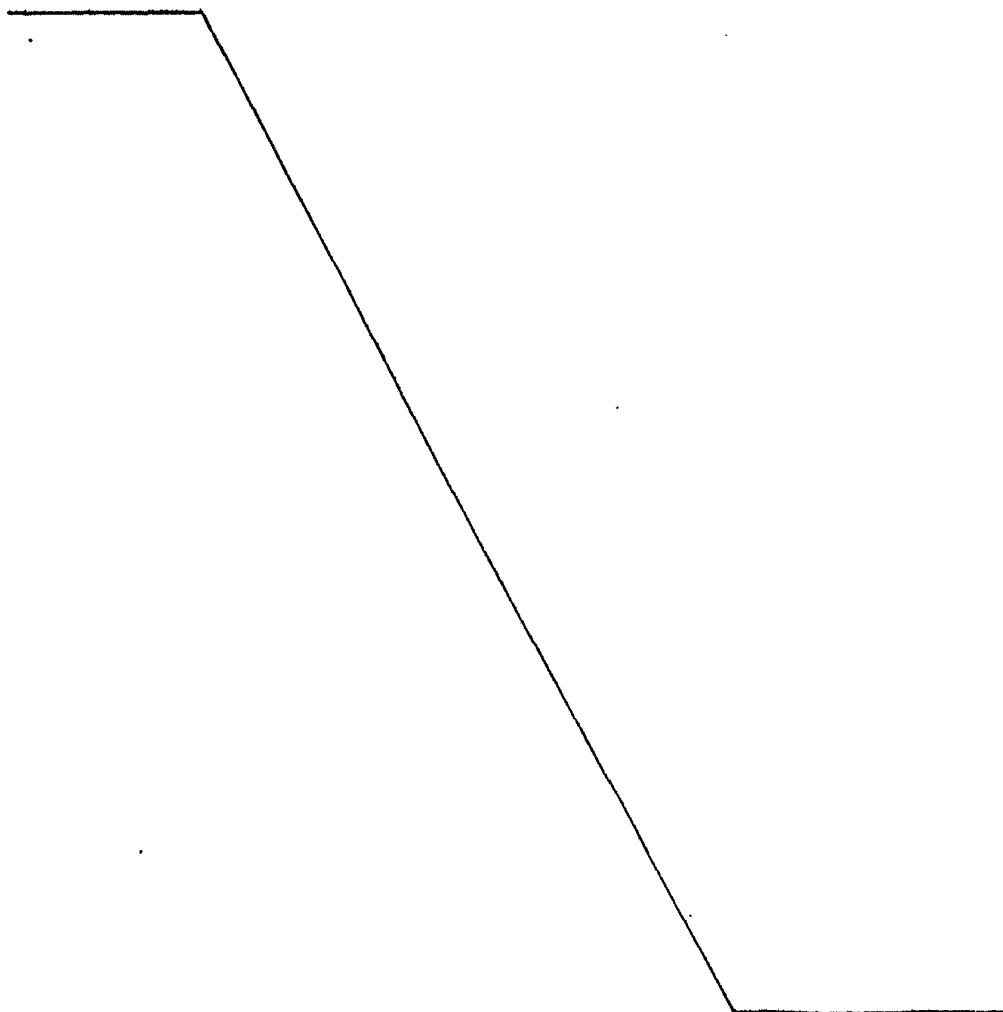
Presenta banda de vibraciones de tensión del enlace C = O del grupo éster a 1.730 cm^{-1} a diferencia de la N-nicotinoil-etanolamina de partida. - - - - -

20. e.- Valoración del ClH correspondiente al clorhidrato.

Experimentalmente determinado con un contenido del 99,8%

Descritas convenientemente las características de la invención, se hace constar que en la misma se podrán introducir cuantas variantes de detalle pueda aconsejar la experiencia, siempre que con ello no se modifique su esencialidad. - -

5. A los efectos consiguientes se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las reivindicaciones que siguen, - - - - -



REIVINDICACIONES

5. 1.- Procedimiento para la obtención de clorhidrato de p-clorofenoxiisobutirato de N-nicotinoil-etanolamina, caracterizado porque se hace reaccionar cloruro de p-clorofenoxiisobutirilo con cantidad equimolecular de N-nicotinoil-etanolamina en el seno de un disolvente inerte y en presencia de una amina terciaria como aceptor del cloruro de hidrógeno formado durante la reacción. - - - - -

10. 2.- "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE CLORHIDRATO DE p-CLOROFENOXIISOBUTIRATO DE N-NICOTINOIL-ETANOLAMINA". - -

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de siete hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

MADRID 21 MAR. 1977

P. A. M. CURELL SUÑOL

