

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



-4 ABR. 1978

CONCEDIDA

PATENTE DE INVENCION

10 ES

11

21

22

NUMERO

FECHA DE PRESENTACION

22 JUL 1977

A1

461473

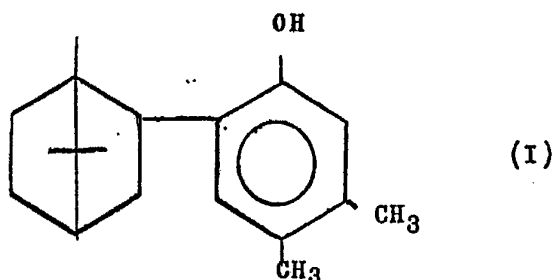
50 PRIORIDADES:		
51 NUMERO	52 FECHA	53 PAIS
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07 C//A61K	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
61 TITULO DE LA INVENCION "Procedimiento para la preparaci3n de un derivado terpenico"		
71 SOLICITANTE (ES) LABORATORIOS ESPINOS Y BOFILL, S.A.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE Mártires de la Santa Cruzada, 30 CORNELLA (Barcelona)		
72 INVENTOR (ES) D. José M ^e Espinós Taya, D. José A. Bofill Augé, D. Josep M ^e Sans Aldomá y D. Pedro Escursell Casablanca.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE D. Joaquin Bolibar Pera		

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

M e m o r i a d e s c r i p t i v a

Esta Patente de Invención tiene por objeto un nuevo procedimiento para la preparación de un derivado terpénico denominado 6-isobornil-3,4-xilenol (I) cuya fórmula desarrollada es

5



10

y del que son conocidos sus efectos terapéuticos, como eficaz antiséptico de las vías respiratorias.

15

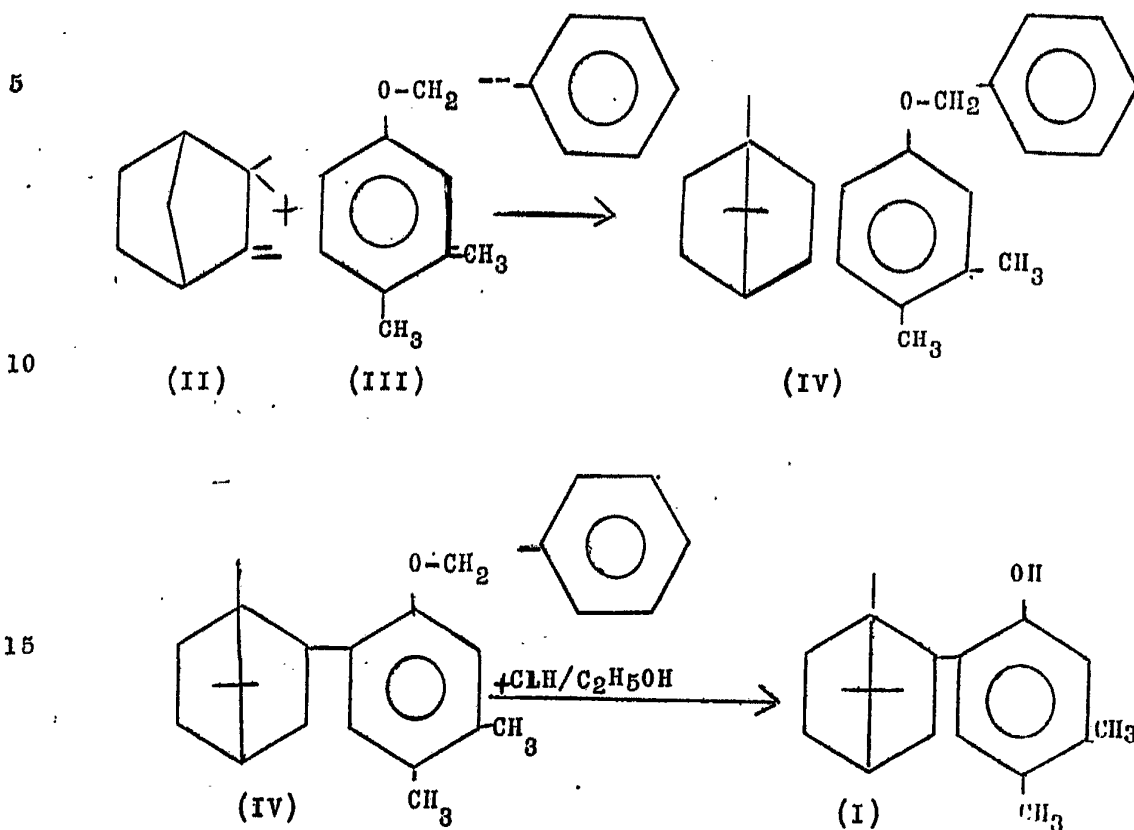
Este procedimiento se caracteriza por el empleo de materias primas de fácil adquisición, simple manejo y baja toxicidad, por la utilización de una técnica muy sencilla, por la formación de un nuevo producto intermedio, no descrito hasta ahora, por el uso de disolventes ordinarios y por la consecución de sustancias de gran calidad y ventajoso precio.

20

Según este procedimiento se hacen reaccionar canfeno (II); bencil 3,4-xilil eter (III) obtenido por reacción de 3,4-dimetilfenol y cloruro de bencilo, y tetracloruro de estaño disueltos en tolueno. En las adecuadas condiciones de concentración y temperatura se forma bencil 3,4-dimetil-6-isobornilfenil eter (IV). Este eter es fácilmente hidrolizable por suave calefacción en presen

25

cia de ácido clorhídico disuelto en alcohol. El proceso se puede representar por el siguiente esquema:



20 Para facilitar la comprensión de la Patente y sin que ello pueda considerarse, en modo alguno, limitación de su alcance, se da como ejemplo la siguiente preparación.

EJEMPLO.-

Preparación de 6-isobornil-3,4-xilonol.-

a) Bencil 3,4-dimetil-6-isobornilfenil eter.

25 Se disuelve 164 gr. (1,2 mols.) de canfeno en 250 ml. de tolueno. Se enfria la solución a 0° C. y se añaden 10 ml. de tetracloruro de estaño. Luego manteniendo la temperatura entre 0° y 5° C. se adiciona gota a gota una solución de 64 gr. (0,3 mols) de bencil 3,4-xilil eter en 100 ml.

de tolueno. Terminada la adición se mantiene la mezcla reaccionante a 0° C. durante 48 horas.

La solución toluénica se lava con agua, sosa cáustica al 10% y agua hasta pH neutro. Se separan el tolueno y el exceso de canfeno por destilación al vacío y se recristaliza el residuo con metilcellosolve" (monoeter metílico del etilenglicol). Con ello se obtienen 77 gr. del eter isobornílico como un sólido blanco que funde a 103 - 104° C.

El bencil 3,4-dimetil-6-isobornilfenil eter es soluble en etér de petróleo; parcialmente soluble en alcohol etílico e isopropanol e insoluble en agua, metanol y butanol.

Su espectro infrarrojo presenta las siguientes bandas de absorción .

	1.610 cm. ⁻¹	(6,21 μ m.)
15	1.505 cm. ⁻¹	(6,64 nm.)
	1.450 cm. ⁻¹	(6,90 nm.)
	1.265 cm. ⁻¹	(7,90 nm.)
	840 cm. ⁻¹	(11,90 nm.)
	730 cm. ⁻¹	(13,70 nm.)
20	695 cm. ⁻¹	(14,38 nm.)

b) 6-isobornil-3,4-xilenol.

Se suspenden 70 gr. (0,2 mols.) del etér anterior en 1.600 ml. de ácido clorhídrico 8N en solución alcohólica y se calienta a reflujo durante 6 horas. Se destila el alcohol a presión ordinaria; se extrae el residuo con 200 ml. de tolueno, se lava la solución toluénica con agua, sosa causticas 10% y agua, hasta pH neutro. Se seca la solución

con sulfato sódico y se destila el tolueno. El residuo se cristaliza con ácido acético acuoso con lo que se obtiene el 6-isobornil-3,4-xilenol en forma de sólido blanco que pesa unos 37 gr. y funde a 95 - 96° C.

5

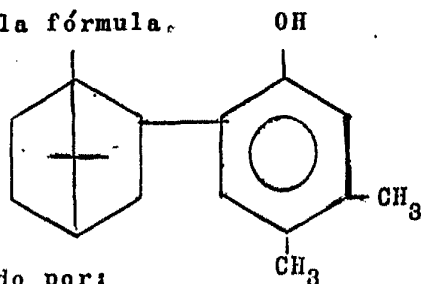
N O T A

Se reivindica como objeto de la Presente Patente de Invención

10

1.- Procedimiento para la preparación de un derivado terpénico, denominado 6-isobornil-3,4-xilenol, representado por la fórmula.

15

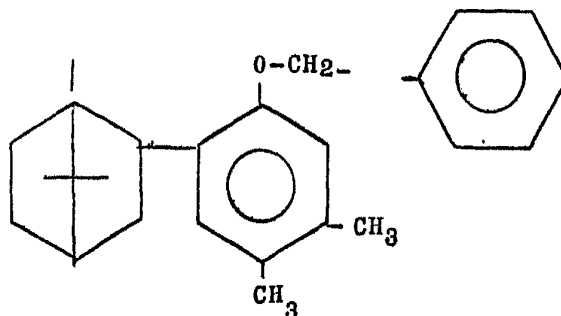


caracterizado por:

20

a) hacer reaccionar bencil-3,4-xilil eter y canfeno disueltos en disolvente orgánico en presencia de un catalizador ácido y a 0 --5° de temperatura, obteniendo como producto intermedio el bencil 3,4-dimetil-6-isobornilfenil eter de formula

25



b) Hidrolizar este bencil 3,4-dimetil -6-isobornilfenil eter.

calentándolo suavemente en presencia de ácido clorhídrico en solución alcohólica a temperatura comprendida entre 50 - 90^o C.

5 2.- Procedimiento para la preparación de un derivado terpénico denominado 6-isobornil-3,4-xilenol según la reivindicación anterior, caracterizado por realizar la reacción del bencil-3,4-xilis eter con canfeno en presencia de tetracloruro de estaño y en presencia de disolventes orgánicos.

10 3.- Procedimiento para la preparación de un derivado terpénico denominado 6-isobornil-3,4-xilenol según la reivindicación primera caracterizado por realizar la hidrólisis del bencil 3,4-dimetil-6-isobornilfenil eter con ácido clorhídrico en solución alcohólica y a temperatura
15 comprendida entre los 50 y los 90^o C.

4.- Procedimiento para la preparación de un derivado terpénico.

Esta memoria consta de seis paginas escritas por una sola cara.

BARCELONA, 22 JUL 1977

P.A.

