

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial

20 SET 1978

El presente documento se deposita en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

ES

NUMERO 467566

AI

FECHA DE PRESENTACION

4-3-78



ESPAÑA

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO 10069/77	10-3-77	Gran Bretaña

47 FECHA DE PUBLICIDAD	81 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07C	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

24 TITULO DE LA INVENCION

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DERIVADOS DE ISOBUTIRAMIDA".

71 SOLICITANTE (S)

SOCIETE D'ETUDES DE PRODUITS CHIMIQUES (PC CAS 153)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

4, rue Théodule-Ribot, 75017 París, Francia-

72 INVENTOR (ES)

André ESANU

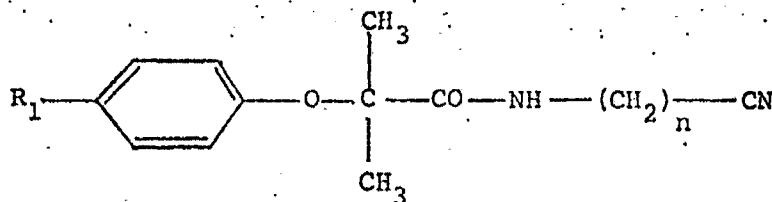
73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.- 68.208)

lfg

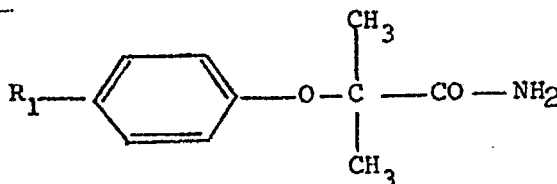
Esta invención se refiere a un procedimiento nuevo para la preparación de los derivados de isobutiramida que tienen la fórmula general siguiente:



en la que R_1 representa un átomo de halógeno y n es un entero de 2 a 6.

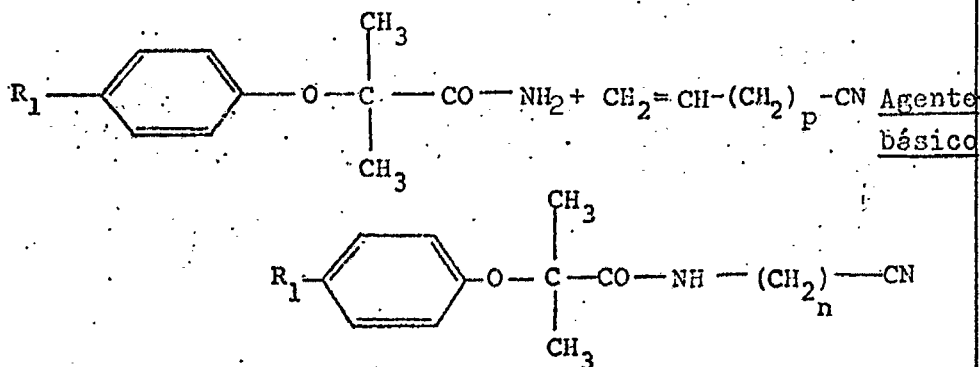
No obstante, han sido descritos diferentes procedimientos para la preparación de los mismos compuestos en las anteriores solicitudes de patente españolas N.º 456.943 y 456.941 de 17 de marzo de 1.977 de la firma solicitante.

El compuesto arriba indicado se puede preparar de acuerdo con la presente invención por la reacción, en dioxano, de la fenoxi-isobutiramida correspondientemente sustituida de la fórmula:



sobre el N-cianoalcohileno apropiado $\text{CH}_2 = \text{CH} - (\text{CH}_2)_p - \text{CN}$ (p es un entero de 0 a 4) en presencia de un agente básico, a una temperatura comprendida entre 50 y 65°C.

El esquema de reacción es como sigue:



5

10

La invención se comprenderá mejor a partir de los ejemplos que siguen:

Ejemplo 1:

N-cianoetil-p-clorofenoxi-isobutiramida

15

En un reactor de 5 litros provisto de medios de calentamiento, enfriamiento y agitación se prepara, a 60°C, una solución de 1220 g (5,71 moles) de p-clorofenoxi-isobutiramida en 1,8 litros de dioxano. Se añaden después 23 g de sosa pulverizada y lentamente (en 15 minutos), mientras que se mantiene la temperatura entre 60 y 65°C, 394 ml de acrilonitrilo. La mezcla de reacción se agita durante 15 minutos a la misma temperatura, se trata luego por 60 g de negro de humo, y se filtra. Se añaden al filtrado 1,6 litros de dioxano y, después de agitar, se añaden lentamente 10 litros de agua desmineralizada, se mantiene la agitación durante 2 horas y se deja en reposo la mezcla de reacción durante 12 horas. Después de la separación del precipitado, lavado con agua y secado a 40°C, se obtienen 1380 g de un producto de color beige que, después de la cristalización (isopropanol + agua) conduce a 1001 g (rendimiento 73%) de un producto cristalino blanco que funde a 71°C, cuyo análisis muestra una correspondencia muy satisfactoria con la

20

25

30

1038

fórmula $C_{13}H_{15}O_2N_2Cl$.

Ejemplo 2:

N-cianoetil-p-fluorofenoxi-isobutiramida

5 Se repitió el procedimiento del ejemplo 1, pero se reemplazó la p-clorofenoxi-isobutiramida por p-fluorofenoxi-isobutiramida. Se obtuvo un rendimiento de 64% de un producto cristalino blanco que fundía a 75°C, cuyo análisis muestra una correspondencia satisfactoria con la fórmula $C_{13}H_{15}O_2N_2F$.

10

Ejemplo 3:

N-cianobutil-p-clorofenoxi-isobutiramida

15 Se repitió el procedimiento del ejemplo 1, pero el acrilonitrilo se reemplazó por pentilenonitrilo; se obtuvo un rendimiento de 77% en un producto cristalino blanco que fundía a 88°C, cuyo análisis muestra una correspondencia satisfactoria con la fórmula $C_{15}H_{19}N_2O_2Cl$.

15

20 El interés de los compuestos preparados de acuerdo con la presente invención se ha demostrado en la Solicitud de Patente Española anterior Nº 456.941, de la firma solicitante, de fecha 17 de marzo de 1977.

20

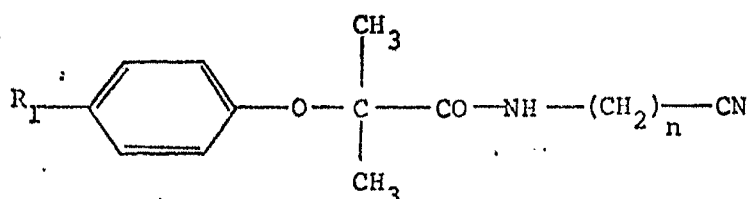
25

30

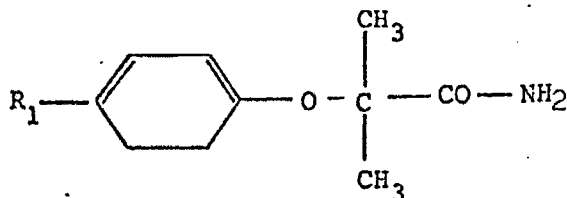
REIVINDICACIONES

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 derivados de isobutiramida que tienen la fórmula general siguiente:



en la que R_1 represente un átomo de halógeno y n es un entero de 2 a 6, que consiste en hacer reaccionar, en dioxano, la fenoxi-isobutiramida correspondientemente sustituida de la fórmula:



sobre el N-cianoalcohlileno apropiado $\text{CH}_2 = \text{CH} - (\text{CH}_2)_p - \text{CN}$ (p es un entero de 0 a 4) en presencia de un agente básico, a una temperatura comprendida entre 50 y 65°C.

2ª.- UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DERIVADOS DE ISOBUTIRAMIDA.


Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta memoria consta de cinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 04. MAR 1978

P.A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder



5

10

15

20

25

30