

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figura en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

ES

11

21

22

NUMERO	475735
FECHA DE PRESENTACION	1974

AI

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
-- --	-- --	-- --

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

64 TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE N-(NICOTINOIL-1-OXIDO)-O-(P-CLOROBENZOIL)-FENOXIISOBUTIRIL-ETANOLAMINA

71 SOLICITANTE (S)

ROCADOR S.A.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

ESPLUGUES (Barcelona) - C/Clavé, 92-112

72 INVENTOR (ES)

D. DIONISIO MARTIN, D. MIGUEL MARGARIT y D. HENE RICARD

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

MARCELINO CURELL SUÑOL

R-1221-984

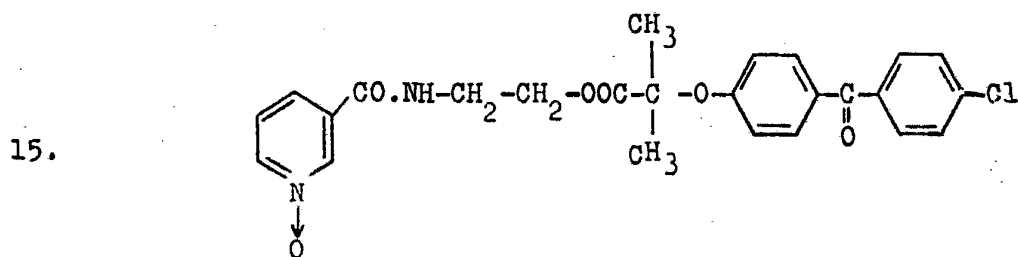
P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE años

solicitada en España a favor de ROCADOR S.A. entidad de nacionalidad española, domiciliada en ESPLUGUES (Barcelona), C/Clavé, 92-112, por "Procedimiento para la obtención de N-(nicotinoil-1-óxido)-O-[(p-clorobenzoil)-fenoxiisobutiril]-etanolamina".

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención, tal como indica su enunciado, se refiere a un procedimiento para la obtención de N-(nicotinoil-1-óxido)-O-[(p-clorobenzoil)-fenoxiisobutiril] etanolamina, de fórmula estructural:



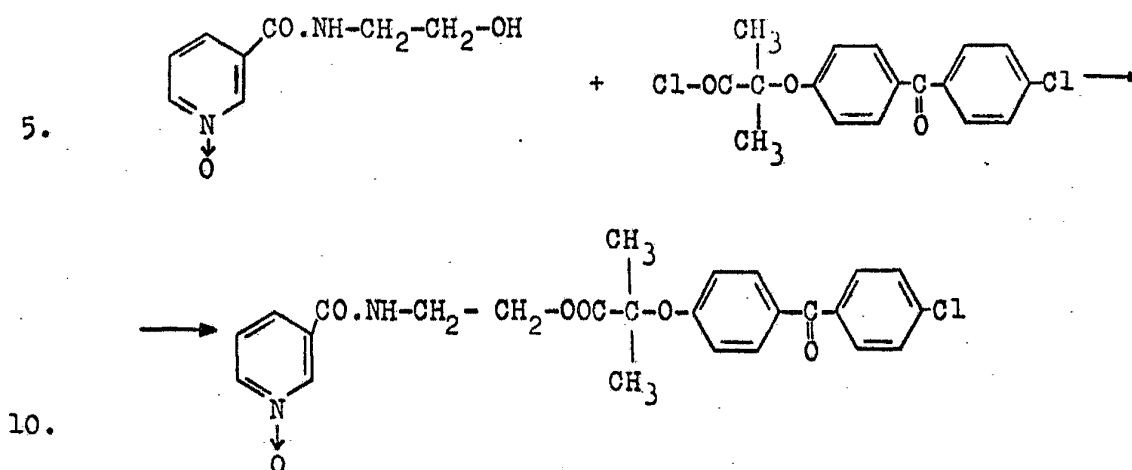
El procedimiento según la invención, se caracteriza fundamentalmente porque se hace reaccionar la N-(nicotinoil-1-óxido)-etanolamina con una cantidad equimolecular de cloruro de (p-clorobenzoil)-fenoxiisobutirilo, en el seno de un

disolvente inerte y en presencia de una amina terciaria que actúa como aceptor del cloruro de hidrógeno desprendido en la reacción. - - - - -

5. La amina terciaria está preferentemente elegida dentro del grupo formado por piridina, trietilamina y dimetilamina. - - - - -

10. El procedimiento se conduce preferentemente añadiendo lentamente el cloruro de (p-clorobenzoil)-fenoxiisobutirilo a una disolución o suspensión de la N-(nicotinoil-1-óxido)-etanolamina y la amina terciaria en el disolvente inerte a temperatura de reflujo. Finalizada la adición, se prolonga el reflujo durante algunas horas para completar la reacción. Se enfría la mezcla. Si el disolvente usado es soluble en agua, se precipita el producto de reacción crudo con exceso de agua
15. y se disuelve en un disolvente orgánico insoluble en agua como cloroformo, benceno o tolueno. Esta solución o bien la mezcla de reacción fría cuando se haya usado un disolvente en agua, se lava con solución diluida de carbonato sódico y luego con solución de cloruro sódico hasta neutralidad. El extracto orgánico se seca con sulfato sódico anhidro, se filtra
20. y se evapora a sequedad. El residuo se disuelve en un disolvente apropiado para su recristalización como acetona o alcoholes de bajo peso molecular (isopropanol, etanol, etc.) se decolora con carbón activo, se filtra y se deja cristalizar
25. el producto. - - - - -

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



15. Para facilitar la comprensión de las ideas, expuestas, a continuación se describe un ejemplo de realización del procedimiento según la invención, el cual debido a su carácter - ilustrativo, deberá considerarse desprovisto de todo alcance limitativo respecto a la protección legal que se solicita. -

EJEMPLO

20. En un matraz de fondo plano de 100 ml., provisto de agitación magnética, baño termostataado, refrigerante de reflujo con tubo de cloruro cálcico y embudo de adición, se colocan 2 gr. (0'01099 mol) de N-(nicotinoil-1-óxido)-etanolamina. Se añaden 40 ml. de benceno y 0'868 gr (0'01099 mol) de piridina. En el embudo de adición se coloca una disolución preparada con 4'07 gr. (0'01099 mol + 10%) en 20 ml. de benceno.

25. Se calienta el baño y cuando la mezcla del matraz refluja, se

le gotea con agitación, y manteniendo el reflujo, la solución contenida en el embudo de adición. Finalizada la adición se prolonga el reflujo durante tres horas y, sin necesidad de efectuar lavados acuosos, se evapora la mezcla a sequedad. El

5. residuo se disuelve en 40 ml. de sopropanol hirviendo, se decolora con carbón activo cinco minutos a ebullición, se filtra, se lava vaso y filtro con 20 ml. de isopropanol hirviente y los filtrados se concentran a 40 ml. y se dejan cristalizar una noche en refrigerador. A la mañana siguiente se filtran los cristales, se lavan con un poco de isopropanol frío y se secan a vacío. Se obtienen así 4'65 grs. de producto (87'7%) que recristalizado en 50 ml. de acetona incluida decoloración con carbón activo, rinden 3,54 gr. de cristales blancos que funden a 149'5 - 150 °C. - - - - -
- 10.

15. Se comprobó su identidad con ayuda de: - - - - -

Análisis elemental: - - - - -

	C	H	N	Cl
Composición teórica en %	62'18	4'80	5'80	7'34
% determinados experimentalmente	61'87	4'82	6'02	7'70
	61'99	4'73	5'91	7'47

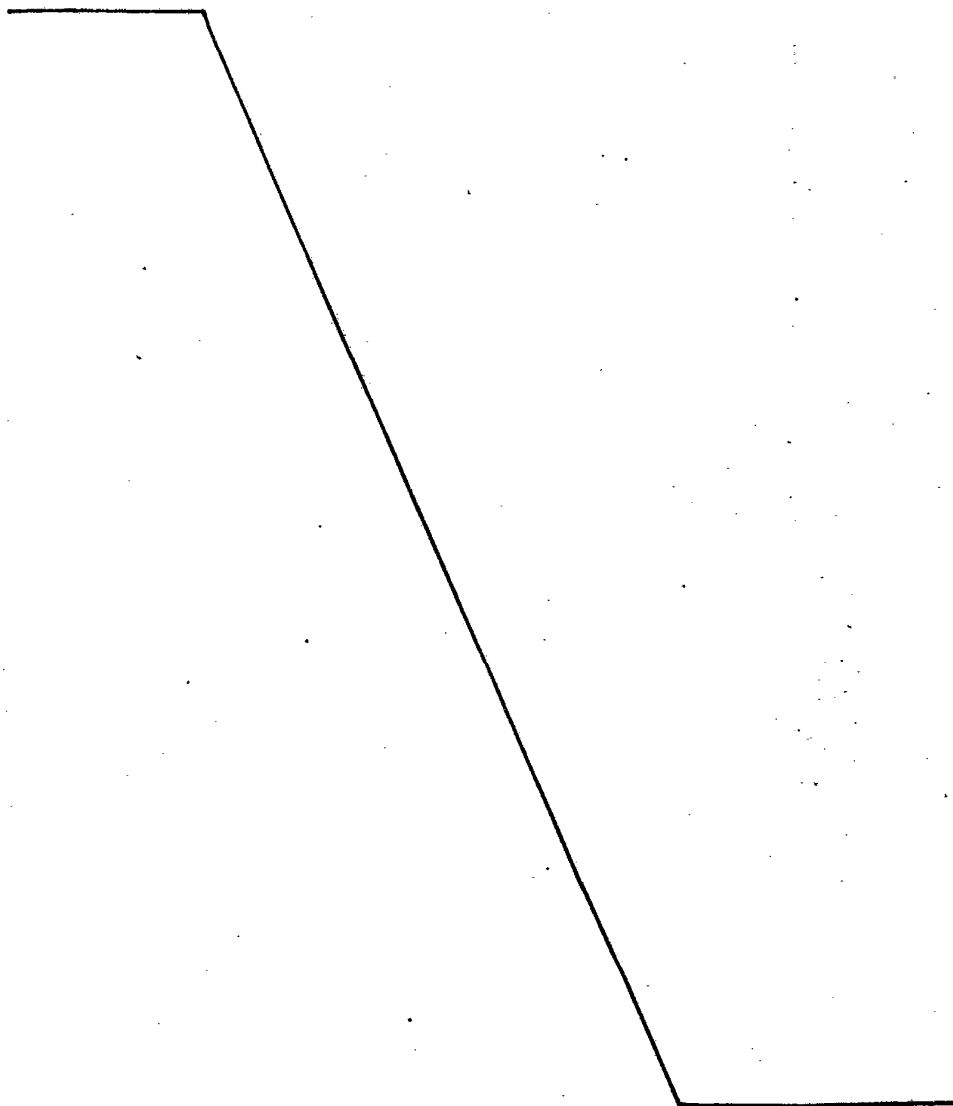
20. Espectroscopia infrarroja: - - - - -

Presenta a 1740 cm^{-1} banda correspondiente a vibraciones de tensión del enlace $\text{C}=\text{O}$ del grupo éster a diferencia de la N-(nicotinoil-1-óxido)-etanolamina de partida y mantiene la banda de vibraciones de tensión del enlace $\text{C}=\text{O}$ -

25. del grupo nicotinamido que aparece en el producto final a

1660 cm^{-1} y en el de partida aparecía, ligeramente más bajo,
a 1640 cm^{-1} . -----

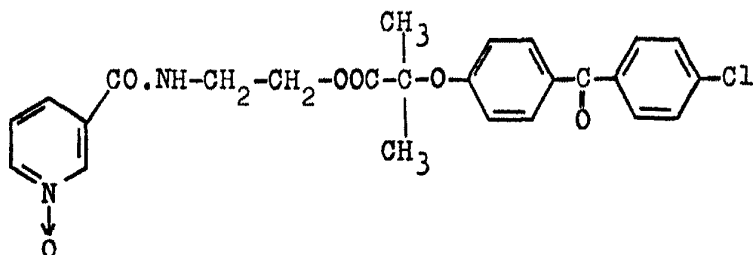
A los efectos consiguientes se declaran de novedad y
propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía,
5. las reivindicaciones que siguen. -----



REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de N-(nicotinoil-1-óxido)-O-[(p-clorobenzoil)-fenoxiisobutiril]-etanolamina de fórmula estructural: -----

5.



10.

caracterizado porque se hace reaccionar la N-(nicotinoil-1-óxido)-etanolamina con una cantidad equimolecular de cloruro de (p-clorobenzoil)-fenoxiisobutirilo, en el seno de un disolvente inerte y en presencia de una amina terciaria que actúa como aceptor del cloruro de hidrógeno desprendido en

15.

la reacción. -----

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la amina terciaria es elegida dentro del grupo formado por piridina, trietilamina y dimetilnilina.-

20.

3.- "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE N-(NICOTINOIL-1-OXIDO)-O-[(P-CLOROBENZOIL)-FENOXIISOBUTIRIL]-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 - 7. DIC. 1973

P. A. M. CURELL SUÑOL

