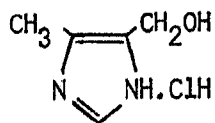


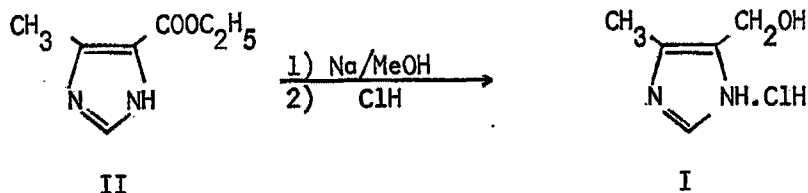
La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento de obtención de un derivado imidazólico de fórmula I:



I

El compuesto objeto de la presente invención es un intermedio en la síntesis de la N-ciano-N'-[2[[[4-metilimidazol-5-il)-metil]-tio]-etil]-N''-metil-guanidina, compuesto empleado en clínica como antiulceroso y ya reivindicado en nuestra Patente de Invención Nº 474.083.

Para la obtención del clorhidrato de 4-metil-5-hidroximetilimidazol (I) se parte del 4-metil-5-carbetoxiimidazol (II), el cual se reduce con sodio en metanol, seguido de acidificación con ácido clorhídrico según el proceso:



II

I

A título ilustrativo no limitativo dentro de la esencia de la invención, se describe un ejemplo referido al posible camino para la obtención de I, según las líneas del procedimiento preconizado industrializable naturalmente empleando cantidades mayores a las expuestas y guardando los criterios adecuados de proporcionalidad.

EJEMPLO: Clorhidrato de 4-metil-5-hidroximetilimidazol (I)

En un reactor provisto de agitador, termómetro y refrigerante de reflujo cuyo extremo se aísla de la humedad exterior, se sus-

penden 77 gr. de 4-metil-5-carbetoxi-imidazol (II) de p.f. = 204-206°C, color perfectamente blanco y bien desecado, en 800 ml de metanol anhidro. Se enfría la suspensión en baño de alcohol-nieve carbónica hasta que la temperatura de la suspensión sea --

5 -5°C. Se añaden 140 gr de sodio en fragmentos, previamente purificado por fusión en xileno, de modo que la adición dure 10 minutos aproximadamente. Cuando la reacción disminuye de intensidad, se calienta el reactor al b.m. hasta que todo el sodio queda disuelto y después se añaden 100 ml de metanol anhidro. Se enfría

10 a 0°C, se agregan 100 ml de agua y seguidamente ácido clorhídrico concentrado hasta reacción ácido al Congo, procurando que durante la acidificación la temperatura no pase de 25-30°C. Una vez añadido el ácido clorhídrico, aproximadamente 640-680 ml, se enfría a 5°C y se filtra el precipitado de cloruro sódico. Se leva

15 dicho precipitado con metanol y seguidamente se alcaliniza el filtrado con amoníaco acuoso. Se evapora el disolvente a sequedad. Cuando el residuo está completamente seco, se disuelve en 400 ml de etanol caliente y se refluje 30 minutos con enérgica agitación. Se deja enfriar a temperatura ambiente y se filtra el cloruro sódico

20 y el cloruro amónico residuales. Se concentra el filtrado a unos 100 ml y se acidifica con una disolución etanólica de cloruro de hidrógeno y se agrega igual volumen de acetona. Se deja --

25 cristalizar en nevera. Se obtiene así el clorhidrato del 4-metil-5-hidroximetil-imidazol (I) de p.f. = 138-142°C y espectro de infrarrojo concordante con los grupos funcionales de la molécula.

El rendimiento es del 65% sobre el previsto por la teoría.

Descrita la esencialidad de la invención de modo suficiente como para poder ser llevada a la práctica por técnico en la materia, se recaba hacer extensivo el privilegio que se solicita a las variaciones de detalle que no alteren a la esencia de la invención resumida en sus detalles de novedad en las siguientes reivindicaciones que extractan, resumen y complementan a la memoria que antecede.

5

10

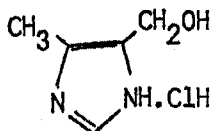
15

20

25

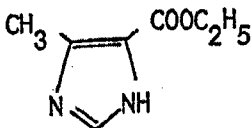
REIVINDICACIONES

19) - Procedimiento de obtención de un derivado imidazólico de fórmula I:



I

caracterizado por reducir el compuesto de fórmula II:



II

con un exceso de sodio en metanol, seguido de acidificación con un ácido mineral, preferentemente el clorhídrico, filtración del precipitado de cloruro sódico formado, lavado del mismo con metanol, alcalinización del filtrado con una base débil tal como el amoníaco acuoso, evaporación del disolvente a sequedad, disolución en etanol caliente y ulterior reflujo, enfriamiento, filtración de las sales residuales, concentración del filtrado, acidificación con una solución etanólica de cloruro de hidrógeno, adición de igual volumen de acetona y cristalización.

29) - PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE UN DERIVADO IMIDAZOLICO.

Todo ello tal y como ha quedado descrito y reivindicado en

la presente memoria que consta de cinco hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras. 7 FEB. 1979

Barcelona,

PASCUAL CIVANTO
P. P.

Firmado: Jaime Juncosa Miró

5

10

15

20

25