

PATENTE DE INVENCION

B. 202.000

165582



165582

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de productos
"de condensad ón".

=====
Solicitante: BÖHME FETTCHEMIE G.m.b.H.

domiciliados en Chemnitz, Alemania.

====

Se conoce el método de poner en reacción halogenuros de hidrocarburos, especialmente halogenuros alquílicos, con hexamtilenotetramina, utilizando disolventes, en particular cloroformo. Los tiempos y las temperaturas necesarias para estas reacciones dependen del peso molecular de los halogenuros alquílicos, de la naturaleza del halógeno combinado y finalmente también de la presencia de grupos activadores.

5.
10. En el procedimiento conocido resulta inevitable una cierta coloración oscura de los productos brutos obtenidos que, sin prévia purificación, en muchos casos no se disuelven tampoco de un modo claro en el agua.

Ahora bien, hemos descubierto que se puede fomentar mucho la condensación entre hexamtilenotetramina

165582



- 2 -

15. y ésteres de ácidos inorgánicos monovalentes, si se emplean como disolventes alcoholes monovalentes alifáticos, carbocíclicos o heterocíclicos, o bien alcoholes plurivalentes o sus ésteres, o también acetales o cetales abiertos o cíclicos, adicionando agua. La cantidad de agua a emplear se elige adecuadamente entre 0'1 y 40%. Se puede realizar la reacción, no solo con ésteres, relativamente inertes a la reacción, de ácidos inorgánicos monovalentes, como por ejemplo con bromuros y cloruros alquílicos de mayor peso molecular, sino también con ésteres de otros ácidos inorgánicos, como por ejemplo ácido nítrico.

25. Se realiza la reacción hirviendo al refrigerador de reflujo, o calentando a una temperatura más baja que el punto de ebullición del disolvente, el éster del ácido inorgánico junto con la cantidad equimolecular, o un pequeño exceso, de hexametenotetramina y con el disolvente que contiene agua y que se emplea por ejemplo en cantidad de 1 a 1 1/2 veces la suma de los componentes de reacción. Conviene elegir el disolvente de tal modo que a la temperatura de ebullición no tenga todavía lugar ninguna descomposición más intensa de hexametenotetramina o una coloración oscura, puesto que en este caso se podrá hervir en el refrigerador a reflujo para mantener la temperatura constante de reacción. Al cabo de hervir durante aproximadamente una hora, eventualmente también durante más tiempo, las soluciones resultan claras, decantándose en el fondo ciertas fracciones de hexametenotetramina no disueltas, sobre todo cuando se empleó un exceso de dicho compuesto.

Extrayendo pruebas exentas de disolvente y

165582

- 3 -



45. examinadas en cuanto a su solubilidad en el agua, se podrá observar la continuación de la reacción. Tratándose de disolventes de elevada temperatura de ebullición, la reacción está terminada casi siempre al cabo de pocas horas; con disolventes de bajo punto de ebullición queda terminada
50. al cabo de 20 - 24 horas. Después de eliminar el disolvente, eventualmente realizado en el vacío, queda el producto de reacción completamente incoloro al emplear disolventes que hierven a baja temperatura y solo de poco color con disolventes de punto de ebullición más elevado,
55. producto que, poco concentrado, se disuelve en forma clara y que puede utilizarse técnicamente sin mas operaciones ulteriores.

EJEMPLO 1.

60. 100 grs. de cloruro laurílico (MG 204), y
75 " " hexametenotetramina, con
225 " " propiandol-1,2 , y
25 cm. cub. de agua

- se calientan en el refrigerador a reflujo. Al cabo de una hora, una prueba de la mezcla de reacción resulta soluble de un modo claro en el agua. Después de eliminar el
65. disolvente en el vacío se obtiene un producto, claramente soluble en el agua y que produce una solución de fuerte espuma, representando una masa clara, altamente viscosa, de color rojo pardo.

- Un ensayo paralelo, sin emplear agua, da un
70. producto notablemente mas oscuro.

Ejemplo 2.

- Se hierven en el refrigerador a reflujo durante 3 horas, cloruro laurílico y hexametenotetramina en las proporciones del ejemplo 1, con 2,2-pentametileno-4-oximetilo-dihidrodioxol y agua. Después de eliminar el
- 75.

165582

- 4 -



disolvente en el vacío, se obtiene un producto claramente soluble en el agua y produciendo buena espuma. Representa una pasta homogénea de color rojizo, transparente en capa fina.

80. Un ensayo paralelo, sin emplear conjuntamente el agua, dá un producto extraordinariamente oscuro, a pesar de emplear un vacío de 120 mm. para reducir la temperatura.

Ejemplo 3.

85. Se hierven en el refrigerador a reflujo durante 2 horas:

204 grs. de cloruro laurílico, con
150 " " hexametenotetramina y
450 cm.cúb. de alcohol tetrahidrofurfúrico, así como
50 cm.cúb. de agua.

90. Después de eliminar el disolvente en el vacío, se obtiene una pasta clara, de color rojo-amarillento, que se disuelve de un modo claro en el agua, produciendo una solución de buena espuma.

95. En un ensayo paralelo, sin el empleo de agua, se forma un producto de color intensamente oscuro.

Ejemplo 4.

- Se hierven en el refrigerador a reflujo durante 4 horas:

100. 116 grs. de nitrato laurílico, con
75 " " hexametenotetramina y
225 cm.cúb. de éter monoetilico etilenoglicólico, así como
25 cm.cúb. de agua.

- Después de eliminar el disolvente en el vacío, se obtiene el producto en forma de una pasta clara, de color rojo-amarillento, que produce en el agua una solución clara de buena espuma.
- 105.

165582

- 5 -



Ejemplo 5.

Se hierven en el refrigerador a reflujo durante
5 horas:

110. 296 grs. de cloruro octadecílico, técnico, con
12% de cloro, y
150 " " hexametenotetramina, con
450 cm.cúb. de éter monoetílico etilenoglicólico, y
50 cm.cúb. de agua.

Después de eliminar el disolvente en el vacío, se obtiene
el producto en forma de una pasta de color débilmente

115. amarillento, que se disuelve de un modo claro en el
agua, formando una solución de intensa espumas.

Ejemplo 6.

Se hierven en el refrigerador a reflujo durante
3 horas:

120. 137 grs. de bromuro isobutílico y
150 " " hexametenotetramina, con
450 cm.cúb. de éter monoetílico etilenoglicólico, y
50 cm.cúb. de agua.

Después de enfriar la solución se separa el producto de

125. condensación en forma de finas agujas incoloras. Mediante
adecuados disolventes, tal como éter, puede ser nuevamente
precipitado y separado por filtración.

Ejemplo 7.

Se hierven durante 30 horas en el refrigerador
a reflujo:

130. 250 grs. de bromuro dodecílico y
150 " " hexametenotetramina, con
500 cm.cúb. de formal distílico y
55 cm.cúb. de agua.

135. Después de eliminar el disolvente, se obtiene una pasta
incolora que se disuelve en el agua con reacción neutra,
formando una solución de buena espuma.

Ejemplo 8.

Se hierven en el refrigerador de reflujo:

165582



- 6 -

140. 250 grs. de bromuro laurílico, y
150 " " hexametenotetramina, con
500 cm.cúb. de alcohol etílico técnico, desnaturado con esencia de petróleo y con una proporción de agua del 0'4%.

145. Al cabo de 26 horas se elimina el disolvente en el vacío, obteniendo una pasta viscosa, incolora, que se disuelve de un modo claro en el agua, formando una solución de buena espuma.

Ejemplo 9.

150. Se calientan en el refrigerador de reflujo:

204 grs. de cloruro laurílico (MG 204), y
150 " " hexametenotetramina, con
500 cm.cúb. de alcohol técnico desnaturado con bases de piridina y con una proporción de agua del 3'8%.

155.

Al cabo de 23 horas se vierte la solución alcoholica del producto de reacción, separándola así de una pequeña cantidad de hexametenotetramina que ha quedado sin disolver, y se evapora en el vacío. Se obtiene una

160. pasta fuertemente viscosa de color claro, rojo salmón, que se disuelve de un modo claro en el agua, formando una solución de buena espuma.

Ejemplo 10.

Se hierven en el refrigerador de reflujo durante

165. 24 horas:

204 grs. de cloruro laurílico (MG 204), con
150 " " hexametenotetramina y
450 cm.cúb. de alcohol etílico técnico, desnaturado con esencia de petróleo, y
50 cm.cúb. de agua.

170.

Se vierte, separando la poca cantidad de cristales de hexametenotetramina que han quedado sin disolver. Al enfriarse, se separa en pequeña cantidad el producto de condensación, cuyo contenido de nitrógeno resulta en

175. 15'9 y 16'2%, comparado con un valor teórico de 16'25%.

165582

- 7 - 165582



Después de evaporar en el vacío se obtiene una pasta incolora de fluidez muy viscosa que se disuelve de un modo claro en una concentración de 1 gr. por litro de agua, formando una solución acuosa de buena espuma.

180. U_n ensayo paralelo con alcohol, desnaturalizado con esencia de petróleo y exento de agua, dá al cabo de hervir durante 24 horas, después de evaporar, un producto que se separa en dos capas y se disuelve en el agua enturbiándola fuertemente.

185. N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle,

190. en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar que dicho invento corresponde a una patente presentada en Alemania con fecha 30 de marzo de 1943, nº B. 202.000 IVc/12 p, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales

195. en vigor y lo que constituye su esencia y por lo que se solicita patente de invención, por veinte años en España: "Procedimiento para la obtención de productos de condensación": caracterizándose por la siguiente:

REIVINDICACION

200. Procedimiento para la obtención de productos de condensación partiendo de hexametenotetramina y ésteres de ácidos inorgánicos monovalentes, caracterizado por el empleo de disolventes que presentan grupos hidroxilo u oxígeno combinado a modo de éter, o ambos, así como
205. cantidades limitadas, preferentemente unos 0'1 - 40% ,

165582

- 8 - 165582



de agua.

"Procedimiento para la obtención de productos de condensación": tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de ocho hojas escritas por una sola cara.

210.

Madrid 14 de abril de 1944.

BÖHME FETTCHEMIE G.m.b.H.

Per Poder de J. GÓMEZ ACERO