



201357

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

201357

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE AMIDA DE ACIDO METILEN-BIS-CLOROPROPIONICO", a favor de la firma alemana VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN A.-G., domiciliada en Wuppertal-Elberfeld, (Alemania).

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de amida de ácido metilen-bis-cloropropiónico.

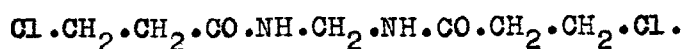
Sabido es que las reacciones químicas en la fase gaseosa resultan difíciles de dominar, particularmente con respecto a manifestaciones de desintegración. Ahora bien, se ha encontrado el hecho sorprendente de que, una mezcla de nitrilo de ácido acrílico, formaldehído y ácido clornídrico no se desintegra en la fase gaseosa a temperaturas hasta 400°C. y con presión normal, sino que da un nuevo compuesto químico con propiedades favorables aptas para reaccionar.

Según el invento, los participantes reaccionales arriba indicados son llevados a reacción en un horno, en presencia de un catalizador y gases inertes. Como catalizadores resultan apropiados, por ejemplo; Al_2O_3 , asimismo, mezclado con fosfato bórico, así como $AlCl_3$, o sustancias con actividad superficial, como trozos de arcilla. El producto reaccional que se va originando en esta operación, con buen rendimiento, está bien cristalizado y presenta la fórmula de sumación



$C_7H_{12}N_2O_2Cl_2$ y la fórmula estructural siguiente

201357



Presenta un marcado punto de fusión de 198°C. Esta combinación, por lo tanto, constituye una amida de ácido metilen-bis-cloropropiónico. Con amoníaco líquido, por ejemplo, forma la mono-ó diamina que corresponde a dicho compuesto. Resulta apropiada como producto intermedio para la preparación de materias artificiales.

El procedimiento para la preparación de amida de ácido metilen-bis-cloropropiónico es dilucidado mas detenidamente a base de los ejemplos siguientes:

EJEMPLO 1º.— Se introducen 120 g. de nitrilo de ácido acrílico y 110 g. de formaldehído (al 35%) a gotas, dentro de 3 a 5 horas, en un horno de calefacción eléctrica de 1,2 m. de largo. El horno es mantenido a temperaturas de 350 a 400°C. Simultáneamente son introducidos en este horno gas de ácido clorhídrico y nitrógeno. Como catalizador sirve Al_2O_3 , mezclado con BPO_4 , en cantidades de hasta 50 g. Convenientemente, el catalizador es finamente distribuido encima de un tamiz que se encuentra en el interior del horno. Después de un tiempo reaccional de 5 horas, aproximadamente, se vé originando la amida de ácido metilen-bis-cloropropiónico que presenta un punto de fusión de 198°C., resultando soluble en metanol y etanol, difícilmente, o, respectivamente, no soluble en otros diversos disolventes orgánicos, como por ejemplo, benzol, cloroformo, tetracloruro de carbono, y otros.

EJEMPLO 2º.— La ejecución es idéntica a la que se indica en el ejemplo 1º. Solo se utiliza, en vez de formaldehído, convenientemente, paraformaldehído. Un reducido contenido en humedad influye en sentido favorable en la reacción. Como catalizador es usado $AlCl_3$. Resulta el mismo compuesto que en ejemplo 1º, o sea la amida de ácido metilen-bis-cloropropiónico con un punto de fusión de 198°C.

EJEMPLO 3º.— La ejecución es idéntica a la del ejemplo 1º. Como

10 EN



201357

catalizador sirven trozos de arcilla. No obstante, se utiliza en lugar de formaldehído y ácido clorhídrico el ácido monocloroacético que se disgrega a las temperaturas elevadas hasta 400°C. de la manera siguiente: $\text{CH}_2 \cdot \text{Cl} \cdot \text{COOH} \longrightarrow \text{CH}_2\text{O} + \text{HCl} + \text{CO}$.

5 Los productos de disociación del ácido monocloroacético, es decir, formaldehído y ácido clorhídrico, reaccionan entonces del modo arriba indicado con nitrilo de ácido acrílico. Como producto reaccional es obtenida otra vez la combinación antes indicada, o sea, la amida de ácido metilen-bis-cloropropiónico, cuyo punto de fusión es de 198°C.

N O T A

10 Hecha la descripción del presente invento se hace constar, que esta solicitud se acoge a los beneficios de prioridad de la patente alemana V 3058 IVd/ 12 o, depositada en 18 de Enero de 1951, y que se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:

15 1.- Procedimiento para la preparación de amida de ácido metilen-bis-cloropropiónico, caracterizado porque, se hace reaccionar, nitrilo de ácido acrílico, formaldehído y ácido clorhídrico, en la fase gaseosa preferiblemente, a temperaturas de 380 a 400°C., entre sí.

20 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque, se hace reaccionar nitrilo de ácido acrílico con tales compuestos que, en la fase gaseosa, preferiblemente, a temperaturas de 380 a 400°C., dan formaldehído y ácido clorhídrico.

25 3.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque, se lleva a cabo la reacción en presencia de catalizadores, convenientemente, de Al_2O_3 , o en una mezcla de los mismos con fosfato bórico.

201357 10 EN



4.- Procedimiento para la preparación de amida de ácido metileno-
bis-cloropropiónico.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta
de cuatro hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a diez de Enero de mil novecientos cincuenta y dos.

VERBUNDIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN A.-G.
p.a.

INGENIERO INDUSTRIAL
D. M.