

204437

PATENTE DE INVENCION

SC/991.

2044



32

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Nuevo procedimiento para la preparación del aminoacetal"

=====

SOLICITANTES: SOCIÉTÉ DES USINES CHIMIQUES RHÔNE POULENC,
domiciliados en 21 Rue Jean Goujon, PARIS,
Francia.

=====

La presente invención, en cuya realización ha participado M. Serge Techelitcheff, tiene por objeto un nuevo procedimiento de preparación del aminoacetal. Dicho procedimiento consiste en fijar sobre el óxido etílico y vinílico un derivado del ácido nitroso con objeto de obtener el nitroso acetal que se reduce después a aminoacetal.

5.

Como derivados del ácido nitroso se pueden utilizar el nitrito etílico, que por adición sobre el óxido etílico y vinílico da directamente el nitrosoacetal, o el cloruro nitrosílico, en cuyo caso se transforma el compuesto de

10.



15. adición obtenido en nitrosoacetal por tratamiento con el alcohol amoniacal. La reacción de adición se efectúa con o sin catalizador a temperatura ordinaria o inferior, de preferencia entre -20° y $+10^{\circ}$. Se puede trabajar con el óxido etílico y vinílico puro o en solución, por ejemplo, en el éter anhidro.

20. La reducción del nitrosoacetal en aminoacetal puede efectuarse por cualquier método conocido para reducir un resto nitroso o grupo aminado y en particular por hidrogenación catalítica en presencia de níquel Raney o por cinc y ácido acético.

Los ejemplos siguientes representan a título no limitativo el modo en que puede realizarse la invención.

EJEMPLO 1.

25. En una molécula de nitrito etílico (75 g.) refrigerada por hielo carbónico y conteniendo 1% de eterato de fluoruro bórico se echa durante una hora, y manteniendo la temperatura entre 0 y 10° , una molécula (72 g.) de óxido etílico y vinílico; después de una hora de agitación la
30. reacción queda terminada. Se elimina el fluoruro bórico agitando con un exceso de fluoruro potásico. El líquido amarillo viscoso obtenido contiene 92% de nitrosoacetal cuyas constantes en estado puro son

P.E. : $99-100^{\circ}$; d_4^{26} : 1,042 ; n_4^{26} : 1,4331.

35. Se disuelve en 250 cm^3 de benceno el producto bruto obtenido precedentemente y se hidrogena bajo 50-70 Kg. en presencia de 20 g. de níquel Raney. La reacción se termina pasadas 3 horas. Después de creado del níquel, se obtienen por destilación 47,4 g. de aminoacetal.

40. EJEMPLO 2.

Se vierte en 30 minutos 65,5 g. (1 molécula) de



45. cloruro nitrosílico en una solución de 72 g. de óxido etílico y vinílico en 250 cm³ de éter anhidro mantenido a -20° después se añaden durante 15 minutos 670 cm³ de una solución alcohólica de amoníaco 1,5N. Se obtiene una solución que contiene 0,77 mol. de nitrosoacetal que se puede aislar del mismo modo que se ha explicado anteriormente.

La solución de nitrosoacetal así obtenida se hidrogena en 70-100 kg. en presencia de níquel Raney.

50. Por destilación se obtienen 31 g. de aminoacetal.

EJEMPLO 3.

55. El nitrosoacetal bruto obtenido trabajando como en el Ejemplo 1 se disuelve en 250 cm³ de ácido acético y esta solución se vierte sobre una suspensión agitada y mantenida por debajo de 20° de 265 g. de polvo de cinc en 250 cm³ de alcohol etílico absoluto. Una vez que ha terminado la colada, se echa en 500 cm³ de benceno y se orea el sólido. Se vierte la solución en 1000 g. de potasa a 50% y se extrae 3 veces la capa acuosa por 250 cm³ de benceno.

60. Después de destilación del benceno se obtienen 55 g. de aminoacetal.

N O T A

65. 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, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con fecha 10 de octubre de 1951,

70. n° 617.462, accogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo



204437

lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España:

"Nuevo procedimiento para la preparación del aminoacetal";

75.

caracterizándose por lo siguiente:

1º.= Nuevo procedimiento para la preparación del aminoacetal, caracterizándose porque se prepara el nitrosoacetal añadiendo un derivado del ácido nitroso sobre el óxido etílico y vinílico reduciéndose después por métodos conocidos el citado nitrosoacetal en aminoacetal.

80.

2º.= Nuevo procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizándose porque como derivados del ácido nitroso se puede utilizar el nitrito etílico, efectuándose la reacción de adición con o sin catalizar a temperatura ordinaria o inferior, de preferencia entre -20º y +10º.

85.

3º.= Nuevo procedimiento para la preparación del aminoacetal; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de cuatro hojas escritas a máquina por una sola cara.

90.

Madrid, 9 de julio de 1952.

SOCIÉTÉ DES USINES CHIMIQUES
RHÔNE POULENC.

P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MODET

