

204673



24

204673

P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA POLICONDENSACIÓN DE AMIDAS DE ÁCIDO ALQUILLEN-, ALQUILIDEN- y ARALQUILIDEN-BIS-HALOGENOCARBOXÍLICO", a favor de la firma alemana VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN, A.- G., domiciliada en Wuppertal-Elberfeld (Alemania Occidental).

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la policondensación de amidas de ácido alquilen-, alquiliden- y aralquiliden-bis-halógenocarboxílico, de índole nueva.

Tales policondensados son obtenidos, si se transpone una amida de ácido alquilen-, alquiliden- o aralquiliden-bis-halógenocarboxílico de la siguiente estructura: Hal.(CH₂)_n.CO.NH.CH.NH.CO.(CH₂)_n.Hal

R

(R = H, grupo alquilo, o -arilo) (Hal = halógeno)

con amoniaco líquido en autoclave a temperatura normal o poco aumentada, tratando el producto intermedio que se vá formando en esta operación, o en corriente de nitrógeno a temperaturas hasta 250°C, o transponiéndole, seguidamente, con un ácido dicarboxílico alifático o aromático, particularmente con ácido adípico. Resulta posible, asimismo, calentar el producto intermedio, primeramente obtenido, en el vacío por mas allá de su punto de fusión. Al observar las condiciones, según

204673



el invento, se obtiene en cada caso policondensados que pueden utilizarse para masas plásticas. Los productos intermedios que al efecto se v \acute{a} n formando son, o mono-, o diaminocompuestos de las respectivas amidas de \acute{a} cido bis-halogenocarb \acute{o} xilicos. Su formaci \acute{o} n depende de las condiciones reaccionales que prevalecen en el respectivo caso.

Si se hace reaccionar, por ejemplo, con amida de \acute{a} cido metil \acute{e} n-bis-cloropropi \acute{o} nico a temperatura interior en autoclave hasta 20 horas, amoniac \acute{o} l \acute{i} quido, en cuya operaci \acute{o} n se v \acute{a} presentando, correspondiente a esta temperatura, una presi \acute{o} n de 9-10 atm \acute{o} sferas, aproximadamente, se obtiene un correspondiente monoaminocompuesto de la f \acute{o} rmla siguiente:

$$\text{Cl} \cdot (\text{CH}_2)_2 \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot (\text{CH}_2)_2 \cdot \text{NH}_2$$

Este compuesto tiene un punto de fusi \acute{o} n de 240 $^{\circ}$. Si esta monoamina es tratada en el vac \acute{i} o a 0,5 m/m de Hg., y a una temperatura de 115 $^{\circ}$ C., en la corriente de nitr \acute{o} geno, se obtiene, bajo disociaci \acute{o} n cuantitativa de HCl en el recipiente de destilaci \acute{o} n un producto de policondensaci \acute{o} n, de coloraci \acute{o} n clara, que puede ser utilizado para masas pl \acute{a} sticas.

Si se emplea como producto de partida una amida de \acute{a} cido metil \acute{e} n-bis-cloropropi \acute{o} nico y si se transpone \acute{e} ste en el autoclave con una presi \acute{o} n de hasta 20 atm., aproximadamente, y a una temperatura poco mas o menos de 60 $^{\circ}$ C. con amoniac \acute{o} l \acute{i} quido de unas 20 horas, aproximadamente, se v \acute{a} formando una correspondiente diamina seg \acute{u} n la ecuaci \acute{o} n siguiente:

$$\text{Cl} \cdot (\text{CH}_2)_2 \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot (\text{CH}_2)_2 \cdot \text{Cl} + 2 \text{NH}_3 \longrightarrow \text{NH}_2 \cdot (\text{CH}_2)_2 \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot (\text{CH}_2)_2 \cdot \text{NH}_2 + 2 \text{HCl}$$

la diamina, as \acute{i} formada, que presenta un punto de fusi \acute{o} n de 140 $^{\circ}$ C., puede ser condensada, asimismo, con \acute{a} cido ad \acute{i} pico, dando un policondensado de constituci \acute{o} n lineal. Resulta apropiado para la preparaci \acute{o} n de masas pl \acute{a} sticas.

EJEMPLO 1 $^{\circ}$.-- 200 g. de amida de \acute{a} cido metil \acute{e} n-bis-cloropropi \acute{o} nico son tratados con 1000 cm 3 de amoniac \acute{o} l \acute{i} quido en autoclave a tempera-

204673



tura ordinaria. La duración reaccional llega hasta 20 horas. Se forma una solución homogénea que deja, después de la evaporación del amoníaco excedente, una masa semisólida. Después de acabada la elaboración y purificación se obtiene el correspondiente compuesto monoamínico de la siguiente estructura: $Cl.(CH_2)_2.CO.NH.CH_2.NH.CO.(CH_2)_2.NH_2$

Esta monoamina tiene un punto de fusión de 240°C.

Este compuesto es fundido bajo la introducción de nitrógeno a presión normal y calentado en el vacío (2m/m. de Hg.) a 180-190°C, manteniendo esta temperatura durante 3 horas. En el transcurso de la condensación se disocia ácido clorhídrico. El producto de condensación que, después de terminada la reacción, queda remanente en el recipiente de destilación, presenta coloración clara y resulta apropiado para la preparación de masas plásticas.

EJEMPLO 2º.- 200 g. de amida de ácido metilén-bis-cloropropiónico son calentados con 1000 g. de amoníaco líquido hasta 20 horas en el autoelave a una presión de 20 atm., aproximadamente, y a una temperatura de 60°C. Se forma un líquido homogéneo. Después de la evaporación del amoníaco en exceso es obtenido, una vez separados productos reaccionales inorgánicos, un producto sólido que presenta un punto de fusión de 140°C. y que representa la diamina de la amida de ácido metilén-bis-cloropropiónico.

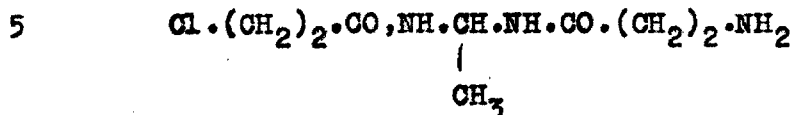
Entonces son calentados 188 g. de la diamina obtenida con 146 g. de ácido adípico en 2 litros de etanol durante 3 horas bajo reflujo. Después de terminada la reacción, es separado, por aspiración, de un pequeño residuo de substancia insoluble y el producto de condensación, de coloración clara, es concentrado en el vacío. En esta operación se obtiene un policondensado con un punto de fusión de 215 - 220°C.

EJEMPLO 3º.- 100 g. de amida de ácido etiliden-bis-cloropropiónico son tratados con 1000 cm³ de amoníaco líquido hasta 20 horas a temperatura interior en autoelave (a 8-10 atm.). Se forma un líquido homo-

204673 24



géneo que deja, después de separado por evaporación el amoníaco excedente, una masa semisólida. De ella puede aislarse un producto sólido que funde a 185-190°C. Es la monoamina de la amida de ácido etilidienbis-cloropropiónico de la siguiente fórmula:



20 g. de este compuesto obtenido son fundidos bajo introducción de nitrógeno a presión normal, siendo seguidamente, ulteriormente condensados bajo presión disminuida (0,5 m/m. de Hg.). Después de una duración reaccional de 3 - 5 horas queda remanente en el recipiente de destilación un producto de policondensación de coloración clara que igualmente puede utilizarse para masas plásticas.

N O T A

15 Hecha la descripción del presente invento se hace constar, que esta solicitud se acoge a los beneficios de prioridad de la patente alemana n° V 3607 IVo/ 39 c., depositada en 26 de Julio de 1951, y que se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:

20 1ª.- Procedimiento para la policondensación de amidas de ácido alquilen-, alquiliden- y aralquiliden-bis-halógenocarboxílico, caracterizado porque, se transponen amidas de ácido alquilen-, alquiliden-o aralquiliden-bis-carboxílico monómeras con amoníaco líquido, fundiendo las amidas obtenidas y tratándolas en la corriente de nitrógeno a temperaturas de hasta 250°C.

25 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque, las amidas obtenidas con amoníaco líquido son transpuestas con ácidos dicarboxílicos.

204673



3^a.- Procedimiento para la policondensación de amidas de ácido alquilen-, alquiliden- y aralquiliden-bis-halógenocarboxílico.

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

Madrid, a 24 de Julio de 1952.

VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN, A.- G.

p. a.

EDWIN MARILLAS

P P

A large, stylized handwritten signature in black ink, consisting of several loops and a long horizontal stroke.