

207624 - 7F



P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

207624

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE SOLUCIONES DE LOS POLICON-
DENSADOS DE AMIDAS DE ÁCIDO ALQUILIDEN- Y ARALQUILIDEN-BIS-TIOCARBO-
XÍLICOS", 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 pre-
paración de soluciones de los policondensados de amidas de ácido al-
quiliden- y aralquiliden-bis-tiocarboxílico.

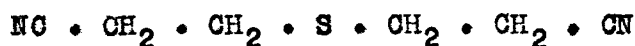
Es conocido que los polimerizados de azufre, como por ejemplo
5 los llamados tioplastos o tiocoles, son insolubles en los disolven-
tes orgánicos usuales. También disolventes conteniendo azufre, como
por ejemplo CS_2 , solo hacen hincharse ligeramente a los tioplastos,
sin disolverlos. Los productos de policondensación de índole nueva
de las amidas de ácido bis-tiocarboxílico que se originan partiendo
10 de amidas de ácido alquiliden- y aralquiliden-bis-halógenocarboxíli-
co bajo la influencia de tiosulfato sódico y/o sulfuros amónicos, al-
calinos, o alcalinotérreos hidrosolubles, resultan solo difícilmente
solubles, en parte insolubles del todo, en los disolventes usuales.

Ahora bien, se ha encontrado que se llega a soluciones irrecusar-
15 bles y utilizables, si se emplea para los poli-bis-tio-compuestos



207624-78

antes mencionados, disolventes conteniendo azufre. Este hallazgo es sorprendente y nuevo, puesto que estos disolventes no disolvían los tioplastos conocidos hasta el presente. Por otra parte, se ha mostrado como disolvente conteniendo azufre, muy particularmente favorable, el monosulfuro de β, β' -diciandiétilo de la siguiente composición:



así como el disulfuro de β, β' -diciandiétilo de la composición:



El compuesto indicado en último lugar representa una sustancia sólida y presenta un punto de fusión de 48°. Ambos compuestos se convierten, al disolverse en el calor, en un líquido viscoso.

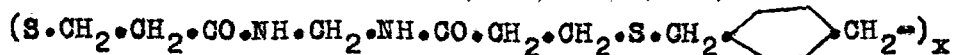
El compuesto de disulfuro se origina según el siguiente modo reaccional: 50 gr. de nitrilo de ácido β -cloropropiónico son calentados, juntamente con 250 gr. de tiosulfato sódico y 250 gr. de agua, bajo agitación, durante 15 horas, a 80°. Seguidamente se incorpora a gotas a la mezcla inicial anterior una solución de Na_2S al 50% (78 gr. de Na_2S). En esta operación se va segregando una capa oleaginosa que es separada y sacudida con éter. Al sacudir se solidifica la capa oleaginosa. La sustancia bruta que de este modo se presenta tiene un punto de fusión de 48° y resulta en este estado apropiada como excelente disolvente para los arriba citados polítiocompuestos. No hace falta someter esta sustancia aun a un proceso de purificación, porque solamente en estado bruto es apropiada como disolvente particularmente bueno para los productos de policondensación, ya mencionados antes, de las amidas de ácido bis-tiocarboxílico. Las soluciones obtenidas conforme al invento, pueden hilarse seguidamente con arreglo a los procedimientos usuales. Las soluciones pueden utilizarse para la determinación de valores-K (viscosidad, grado de polimerización).

EjemPlo 1º.— 5 gr. de cada uno de los compuestos, conteniendo



207624 7F

azufre, siguientes:



5 y 50 gr. de monosulfuro de β, β' -diciandietilo, son calentados paulatinamente en un baño de parafina durante 2 a 3 horas a 150-160º bajo agitación. Se va formando una solución clara.

10 EJEMPLO 2º.- A 50 gr. de monosulfuro de β, β' -diciandietilo, que es convenientemente calentado con ayuda de un baño de parafina a 150-160º, se adiciona por porciones 5 gr. de un policondensado de amida del ácido etilen-bis-tiopropiónico bajo agitación continua. Se va formando una solución clara.

15 EJEMPLO 3º.- 150 gr. de disulfuro de β, β' -diciandietilo, (Punto de fusión 48º), no recristalizado, y 20 gr. de un policondensado de la amida de ácido metilen-bis-tiopropiónico, son calentados, bajo agitación, continua, a temperaturas hasta de 100º. Resulta una solución clara.

N O T A

20 Hecha la descripción del presente invento se hace constar, que esta solicitud se acoge a los beneficios de prioridad de la patente alemana Nº V 4317 IVc/ 39 b., depositada en 9 de Febrero de 1952, y que se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:

25 1º.- Procedimiento para la preparación de soluciones de los policondensados de amidas de ácido alquiliden- y aralquiliden-bis-tiocarboxílico, caracterizado porque, se utilizan como disolventes compuestos conteniendo azufre, como sulfuro de β, β' -diciandietilo, o disulfuro de β, β' -diciandietilo.

2º.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado

207824



porque, se utiliza como disolvente una mezcla de los anteriores compuestos, conteniendo azufre.

5 3^a.- Procedimiento para la preparación de soluciones de los poli-condensados de amidas de ácido alquiliden- y aralquiliden-bis-tiocarboxílico.

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

Madrid, a 7 de Febrero de 1953.

VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN, A.- G.

P. a.

VE ISEHN MIRALLI