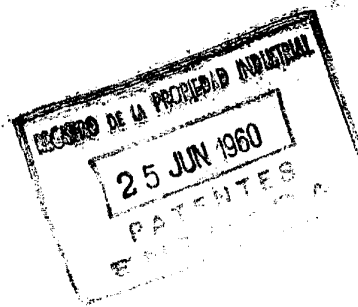


259213

P.- 19.767

Pat.Abt. Lt.



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de CHEMISCHE WERKE WITTEN GESELLSCHAFT MIT BESCHRANKTER HAFTUNG, entidad alemana, establecida en Postfach 107, Witten/Ruhr, Alemania, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE LAS SALES AMONICAS DE ACIDOS CARBOXILICOS".

=====

Las sales amónicas de ácidos carboxílicos orgánicos son especialmente valiosas, puesto que a partir de ellas se pueden obtener con facilidad por ejemplo las correspondientes amidas, nitrilos u otros compuestos adecuados, que son apropiados para diversos fines de utilización. Aparte

259213



de ésto, las sales amónicas en solución acuosa pueden ser transformadas en los ácidos puros, mediante el tratamiento con ácidos minerales, dado el caso después de filtración.

5 Es muy difícil aislar las sales amónicas de ácidos orgánicos a partir de sus soluciones acuosas, puesto que son muy fácilmente solubles en agua, separándose por cristalización únicamente después de la extracción parcial o completa del agua.

10 Para la obtención de sales amónicas de ácidos carboxílicos orgánicos existen dificultades especiales, debido a que los ácidos orgánicos son a menudo difícilmente solubles en agua, por lo cual es preciso hacer reaccionar soluciones muy diluídas, es decir, muy lastradas, con amoniac. Algunos ácidos orgánicos únicamente pueden ser trans-
15 formados en las sales amónicas correspondientes, empleando un exceso considerable de amoniac o aplicando presión.

Es ya sabido que la dimetilformamida es apropiada como disolvente para sustancias orgánicas, especialmente también para ácidos orgánicos de otro modo apenas -
20 solubles, tales como p.e. el ácido tereftálico, el ácido isoftálico o los ácidos tricarbóxicos aromáticos. Se ha aprovechado ya la fácil solubilidad de p.e. el ácido tereftálico en dimetilformamida para la purificación del ácido tereftálico del ácido p-toluílico adherido. El inconveniente de este método de purificación estriba en que el ácido
25 tereftálico disuelto en dimetilformamida a la temperatura de ebullición, no recristaliza nada más que en la mitad al ser enfriado a alrededor de 5° C. El ácido isoftálico no puede ser purificado por este procedimiento, por que la solubilidad del ácido isoftálico en dimetilformamida es demasiado grande.
30

259213



5 Se ha descubierto ahora que pueden obtenerse las -
sales amónicas de ácidos carboxílicos con un rendimiento
casi cuantitativo, si se disuelven los ácidos carboxíli-
cos en dimetilformamida y en la solución obtenida se ha-
ce entrar amoniaco en la cantidad estequiométricamente -
necesaria.

10 De acuerdo con otra forma de realización del pro-
cedimiento según el invento, resulta también posible par-
tir de los ésteres de ácidos dicarboxílicos o de ácidos
policarboxílicos, que posean al menos un grupo carboxilo
libre, y obtener sus sales monoamónicas o alternativamen-
te sus sales mono o polismónicas, haciendo reaccionar los
compuestos citados con cantidades estequiométricas de amo-
niaco.

15 Como ácidos pueden ser utilizados p.e. los ácidos
mono y dicarboxílicos alifáticos, como el ácido mirístico,
el ácido adípico o los ácidos carboxílicos aromáticos, ta-
les como el ácido benzóico, el ácido o-ítálico, el ácido
tereftálico, el ácido isortálico, el ácido trimesínico o
20 sus semi o diésteres, siempre que los compuestos posean
al menos un grupo carboxilo libre.

25 Las sales amónicas de los ácidos carboxílicos ote-
nidas, son sustancias cristalinas que pueden ser separa-
das de la dimetilformamida mediante decantado, centrifuga-
do, aspiración o filtración, representando el filtrado di-
metilformamida prácticamente pura.

30 Mediante destilación de tal filtrado se comprobó que
el residuo de la destilación es $< 0,5\%$, con relación al
peso del filtrado. El filtrado, por lo tanto, puede ser
devuelto sin más al proceso.

259213



El procedimiento de acuerdo con el invento puede - realizarse, tanto por cargas, como también de manera continua. Se puede trabajar también aplicando presión.

5 Aparte de que con las pequeñas cantidades de dimetilformamida adherentes puede ser transformado inmediatamente en una solución acuosa o descompuesto con ácidos, se puede separar y recuperar fácilmente la dimetilformamida mediante calentamiento en el vacío a 40-60°. Puede ser recomendable separar la dimetilformamida adherida mediante lavado de la
10 sal amónica con un disolvente apropiado.

Las sales amónicas de ácidos carboxílicos aromáticos, obtenidas de acuerdo con el invento, y que una vez centrifugadas tienen adherida nada más que 3 - 5 % de dimetilformamida, son apropiadas para múltiples tratamientos ulteriores y, sin preparación alguna, pueden ser utilizadas por -
15 ejemplo directamente para la esterificación pudiendo además ser empleadas directamente para la policondensación, especialmente cuando se trata de las sales amónicas del ácido tere o isoftálico.

20

Ejemplo I

50 g de ácido mirístico se disuelven a temperatura ambiente en 450 g de dimetilformamida y, agitando, se hacen entrar 4 g de amoníaco a una velocidad de 0,3 l/minuto.
25 El precipitado blanco, de cristales finos, es extraído por succión a la trompa, se lava con éter y se seca. Se obtienen 48 g de sal amónica = 89,3% de la teoría, con un contenido de nitrógeno de 5,5% (calculado: 5,7%).

Ejemplo 2

30

100 g de ácido adípico se disuelven a temperatura



259213

ambiente en 400 g de dimetilformamida. Agitando se introducen a 22° C. 25 g de amoniaco, con una velocidad de 0,5 l/minuto. Debido al calor de la reacción, sube la temperatura a 90°C al cabo de 15 minutos. Una vez enfriado a temperatura ambiente, se extrae por succión a la trompa el precipitado, bien cristalizado. La dimetilformamida adherida se elimina por destilación en el vacío. El rendimiento de sal amónica asciende a 119 g = 97% de la teoría, con los índices siguientes:

	<u>hallado:</u>	<u>calculado:</u>
IE:	626	625
N ₂ :	15,3%	15,5%

Ejemplo 3

50 g de ácido benzóico se disuelven en 200 g de dimetilformamida. Un débil enturbiamiento, que no desaparece tampoco al calentar, se elimina mediante filtración. Agitando se introducen a 30°, 8 g de amoniaco. El cabo de aproximadamente 3 minutos se forma un débil enturbiamiento que cada vez se hace más intenso. La temperatura asciende hasta 52°C. El precipitado, bien cristalizado, es extraído por succión y se lava con éter y se seca. Se obtienen 53 g de sal amónica = 93% de la teoría, con los índices siguientes:

	<u>hallado:</u>	<u>calculado:</u>
IE:	405	404
N ₂ :	9,8%	10,1%

Ejemplo 4:

50 g de ácido tereftálico se disuelven en 500 g de

259213



5 dimetilformamida, calentando a 110°C. Mientras se agita, se introducen entonces 12 g de amoníaco. El precipitado se extrae por succión y se lava con éter y se seca. Se obtienen 58 g de sal amónica = 96,2% de la teoría, con un contenido de nitrógeno de 13,8% (calculado: 14%).

Ejemplo 5

10 40 g de ácido isoftálico se disuelven en 250 g de dimetilformamida. Mientras se agita, se hacen entrar a temperatura ambiente 4 g de amoníaco. El precipitado se extrae por succión y se lava con éter y se seca. Se obtienen 35,3 g de sal monoamónica = 80% de la teoría, con los índices siguientes:

		<u>hallado:</u>	<u>calculado:</u>
15	IE:	610	612
	N ₂ :	7,4%	7,65%

Ejemplo 6

20 120 g de éster monometílico del ácido tereftálico se disuelven a temperatura ambiente en 500 g de dimetilformamida. Agitando bien, se introduce amoníaco, que es absorbido por completo. En cuanto el material de reacción ofrece un perceptible olor a amoníaco, ha terminado la reacción. El aumento de peso asciende a 11,5 g. El precipitado, bien cristalizado, puede ser extraído fácilmente por succión y lavado con éter. Después de secado da un peso de 129,6 g de sal amónica = 98,4% de la teoría. El éter de lavado se expulsa por destilación, el residuo se junta con el filtrado y la dimetilformamida se expulsa por destilación. Quedan 1,5 g de residuo, que es sal amónica pu-

25

30

259213



ra. Índices de la sal amónica del éster monometílico del ácido tereftálico:

	<u>hallado:</u>	<u>calculado:</u>
5	IE:	569
	N ₂ :	7,1%

Ejemplo 7

25 g de ácido trimesínico (ácido 1,3,5-benzoltricarboxi-
lico) son disueltos a temperatura ambiente, en 300 g de dime-
tilformamida. En la solución se introduce amoniaco, mientras
se agita bien, hasta que la solución, huele perceptiblemen-
te a amoniaco. La temperatura sube hasta 42° C. El precipi-
tado cristalino es aspirado a la trompa, lavado con 100 g
de dimetilformamida, lavado con éter y secado. Se obtienen
30,2 g de sal amónica = 96,8% de la teoría.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en
Alemania, el 27 de Junio de 1.959, bajo el número C 19.298
IV/12 o, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vi-
gente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se pre-
sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente
de Invención en España, por VEINTE años, son los siguien-
tes:

1º. - Un procedimiento para la obtención de las sa-
les amónicas de ácidos carboxílicos, caracterizado porque
en soluciones en dimetilformamida de ácidos carboxílicos
o de ésteres de los ácidos carboxílicos, que contienen al

259213



5 menos un grupo carboxilo libre, se introduce amoníaco en la cantidad estequiométrica necesaria para la formación de la sal amónica deseada, dado el caso, aplicando presión, y por que las sales amónicas obtenidas se separan de la dimetilformamida de la manera en sí conocida.

2º. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el procedimiento se realiza de manera continua.

10 3º. - Un procedimiento para la obtención de las sales amónicas de ácidos carboxílicos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

15

25 de Mayo de 1957

Madrid,

P. A.