



17 JUN 1962

278231
278231

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

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

formulada el 12 de Junio de 1962, con el Núm. 278.231

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN AG, entidad alemana, establecida en Glanzstoff-Haus, Wuppertal-Elberfeld, República Federal Alemana, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE TRIAMINO-TRIAZOLES".

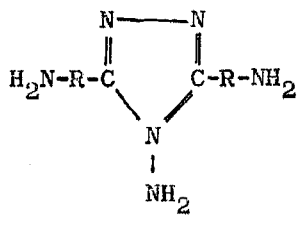
Es sabido que en la reacción de los ácidos carboxílicos, ésteres de los ácidos carboxílicos, ésteres de los ácidos iminocarboxílicos o nitrilos, con la hidrazina, se forman compuestos dihidrotetracínicos que, en determinadas condiciones, se pueden convertir en los correspondientes compuestos monoamino-triazólicos.

Se ha descubierto ahora que, ante la natural sorpresa, se pueden obtener en una sola fase de trabajo, sin necesidad de aislar productos intermedios, los triamino-triazoles de la fórmula general

17 JUN 1950



278231



74

5

donde R significa el grupo C_xH_{2x} ó $-\text{CH} \begin{array}{l} \text{CH}_2-\text{CH}_2 \\ \text{CH}_2-\text{CH}_2 \end{array} \text{CH}-$ y x

puede ser un número de 3 a 7, si para ello se hace reaccionar una lactama con hidrazina. La reacción tiene lugar calentando los participantes de la reacción dentro de recipientes cerrados a temperaturas de entre 150 y 250°, con preferencia entre 180-230°, en presencia de un gas inerte. Convenientemente se trabaja en un autoclave esmaltado o en un autoclave de acero inoxidable con inserción de vidrio. Después de separados el exceso de hidrazina y el agua, se obtienen los productos finales con una gran pureza y un rendimiento muy bueno.

Como lactamas pueden emplearse, de acuerdo con el invento: pirrolidona, piperidona, caprolactama, enantiolactama, caprilactama o también las lactamas sustituidas por grupos alcohólicos bajos, tales como la caprolactama C-metílica o C-etílica o endolactamas, tales como la lactama hexahidro-p-aminobenzóica.

Los triamino-triazoles pueden ser utilizados como sustancias bases para la fabricación de colorantes y medicamentos.

El procedimiento será explicado con detalle a base de algunos ejemplos.

19. Obtención de Bis-3,5-(ω-aminopropilo)-4-aminotriazol.

17 g de pirrolidona, junto con 40 g de hidrato de hidrazina al 100% recién destilado, se calientan a 210°C en una bomba durante 6 horas y bajo atmósfera de nitrógeno. Después de extraído el exceso de hidrazina y el agua mediante destilación sobre un baño de agua hirviente y a presión reducida, queda un aceite vis

27823117



coso, incoloro, que se purifica mediante destilación bajo vacío a 260-265°C y 0,01 mm Hg. La masa cristalina, incolora e hidrosoluble, posee un punto de fusión de 68-72°C.

29. Obtención de Bis-3,5-(ω -aminopentil)-4-aminotriazol.

5 22,6 g de ϵ -caprolactama, junto con 40 g de hidrato de hidrazina al 100% recién destilado, se calientan durante 6 horas a 220°C en una bomba y bajo atmósfera de nitrógeno. Después de extraído el exceso de hidrazina y el agua mediante destilación sobre un baño de agua hirviente y al vacío de una trompa de agua, se obtiene, después de enfriar, una masa cristalina incolora, que durante 10 12 horas se extrae con éter en un Soxhlet, siendo recristalizada desde 10 a 12 veces la cantidad de éster acético. Agujas o plaquitas incoloras, solubles en agua e insolubles en éter, con un punto de fusión de 89-91°C.

15 30. Obtención de Bis-3,5-(ω -aminopentil)-4-aminotriazol.

1130 g de ϵ -caprolactama, junto con 2000 g de hidrato de hidrazina al 100% recién destilado, se calientan durante 6 horas a 210°C en un autoclave de 10 litros, de acero inoxidable con inserción de vidrio, bajo atmósfera de nitrógeno. La presión sube con ello hasta 50-60 atm de sobrepresión. El tratamiento ulterior es el mismo que ha sido descrito en el ejemplo 29.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana, el 19 de Julio de 1961, bajo el Núm. V21.021 Ivd/12p, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en

278231

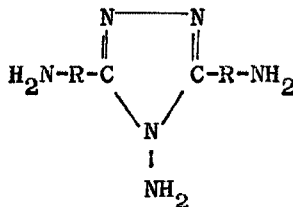


17

España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento para la obtención de triamino-tria-
oles de la fórmula general:

5



donde R significa el grupo C_xH_{2x} ó $-\text{CH} \begin{array}{l} \text{CH}_2-\text{CH}_2 \\ \text{CH}_2-\text{CH}_2 \end{array} \text{CH}-$ y x

10 puede ser un número de 3 a 7, caracterizado por hacerse reaccio-
nar lactamas e hidrazinas a temperaturas de entre 150 a 250° en
recipientes cerrados y en presencia de un gas inerte.

2.- Un procedimiento para la fabricación de triamino-tria-
oles.

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

Esta Memoria consta de cuatro hojas escritas a máquina por
una sola cara.

Madrid, 17 JUL 1962

P.A.

Alberio de Elzaburu
Por Poder