



9 APR. 1963

287222

PATENTE
DE
INVENCION

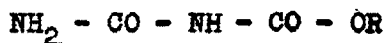
por "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR DERIVADOS DEL ACIDO ALOFANICO", a favor de la firma italiana MONTECATINI, Società Generale per l'Industria Mineraria e Chimica, domiciliada en MILANO (Italia), Largo G. Donegani, 1-2 .

- 3 -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos compuestos orgánicos que pueden representarse por la fórmula general siguiente:

5.



donde R es un radical arilo substituido o un radical bisfenólico substituido en el que los substituyentes pueden ser OH, alkilo o grupos alkilénicos.

10.



287222

Como ejemplos apropiados de los compuestos pertenecientes a la fórmula general anterior, cabe mencionar:

- 5. - el alofanato de p-hidroxifenilo
- el alofanato de dimetil-bisfenol
- el alofanato de 4,4'-butiliden-bis-(3-metil-6-tercibutilfenol)
- el alofanato de 2,2'-metilen-bis-(4-etil-6-tercibutilfenol)
- 10. - el alofanato de 2,2'-metilen-bis-(4-metil-6-tercibutilfenol)
- y el alofanato de 2,6-tercibutil-4-metilfenol.

15. Estos productos son polvos blancos, cristalinos, que resultan escasamente solubles en los disolventes hidrocarburos, el agua y el éter y más solubles en los alcoholes.

Los puntos de fusión son, por lo general, superiores a 160°C.

20. Los compuestos objeto de este invento pueden hallar aplicación útil como aditivos en el campo de los plásticos.

Otro objeto de este invento es un procedimiento para preparar compuestos orgánicos de la fórmula general



donde R tiene el significado ya expuesto antes,

que consiste en hacer reaccionar un mol de cloruro de alofanilo, obtenido según las técnicas conocidas, con un mol de



287222

un compuesto arílico o bisfenólico sustituido que contenga por lo menos un grupo hidroxilo libre, y en general, uno o varios sustituyentes más, elegidos entre los radicales hidroxílicos, alifáticos o alquilénicos.

5. Esta reacción puede llevarse a cabo en un medio anhidro inerte, tal como un disolvente hidrocarburo alifático, cicloalifático o aromático, en presencia o ausencia de catalizadores, y se desarrolla según la ecuación siguiente:



15. El compuesto hidroxil se disuelve en el disolvente hidrocarburo, y su disolución, si se desea, se facilita calentando la suspensión a 50-100°C, y de preferencia a 60-70°C.

Luego se añade el cloruro de alofanilo en forma de polvo y en cantidad igual o inferior a un mol por mol de compuesto hidroxil.

20. La reacción se desarrolla en fase heterogénea, pues el cloruro de alofanilo está en suspensión y el compuesto hidroxil está en solución; el producto de la reacción se precipita en forma de un sólido voluminoso.

25. El alofanato así formado se filtra luego y se lava con disolventes apropiados (por ejemplo, éter, agua) para eliminar los compuestos de partida que no han reaccionado y los productos secundarios de la reacción.

Como se informa más adelante, la composición



287222

19 APR 1957

porcentual de los compuestos obtenidos es prácticamente igual a la teórica.

Los ejemplos que siguen ilustran el método para preparar los compuestos objeto de este invento, sin limitar el alcance del mismo.

5.

E J E M P L O 1.

Preparación del alofanato de dimetil-bisfenol

A 1500 cc de tolueno anhidro se añadieron 224 g de dimetil-bisfenol, que se disolvieron calentando la suspensión a 60°C.

10.

Luego se agregaron a la solución, en varias etapas y agitando, 60 g de cloruro de alofanilo. Al final de la adición se enfrió la suspensión hasta temperatura ambiente y se la filtró. Después de lavar con éter etílico y a continuación con agua, se secó el producto a 50°C en vacío.

15.

Se obtuvieron así 120 g de alofanato de dimetil-bisfenol con la composición porcentual siguiente:

20.

	C %	H %	N %
Calculado	65	5,7	8,9
Hallado	64	5,7	9,5

25.

El espectro infrarrojo muestra que se ha producido la reacción entre el bisfenol y el cloruro de alofanilo; en efecto, son manifiestas en el espectro infrarrojo las absorciones del grupo



1963

287222



5. en las longitudes de onda de 5,70, 5,82, 6,38, 8,05 y 13 micras (comparación con los espectros 3679, 3680 y 3681 de la colección Sadtler).

La presencia del núcleo aromático se confirma por las bandas en 6,62 y 12,0 micras.

10. El espectro ultravioleta del producto en etanol muestra una absorción entre las 270 y las 280 micras, atribuibles a un núcleo fenólico.

E J E M P L O 2.

15. Preparación del alofanato de 4,4'-butiliden-bis-(6-tercibutil-3-metil-fenol)

En 400 cc de benceno anhidro, mantenido a 60°C, se disuelven 32 g de 4,4'-butiliden-bis-(6-tercibutil-3-metilfenol).

20. A esta solución se añaden luego 5 g de cloruro de alofanilo, procediendo de acuerdo con las indicaciones del ejemplo 1.

25. Se obtienen 12,5 g de alofanato de 4,4'-butiliden-bis-(6-tercibutil-3-metilfenol), que tiene el siguiente contenido porcentual de nitrógeno:

	N %
Calculado	5,84
Hallado	5,9

2872229 AB



5. El espectro infrarrojo del producto de la reacción presenta bandas intensas en 5,84, 6,30, 8,10 y 12,95 micras, que están ausentes en el compuesto intermedio 4,4'-butiliden-bis-(6-tercibutil-3-metilfenol) y son atribuibles a la presencia de un grupo -CO-NH-COOR.

Bandas de escasa intensidad en las 6,20, 6,62 y 13,6 micras revelan también la presencia de un núcleo aromático sustituido.

10. El espectro ultravioleta del producto de la reacción en etanol muestra absorciones en 269, 277 y 286 micras, que, a causa de su posición y coeficiente de extracción, son atribuibles a un núcleo aromático sustituido con grupos aceptores de electrones.

15. EJEMPLO 3.

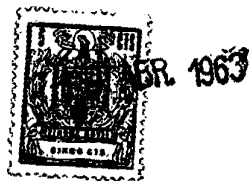
Preparación del alofanato de p-hidroxifenilo

20. En 3500 cc de tolueno mantenido a 70°C se disuelven 22 g de hidroquinona. Luego se añaden a la solución 25 g de cloruro de alofanilo, procediendo según los detalles expuestos en el ejemplo 1.

Se obtienen 31 g de alofanato de p-hidroxifenilo, que tiene la composición porcentual siguiente:

25.

	C %	H %	N %
Calculado	48,7	4,6	14,3
Hallado	48,1	4,4	14,9



287222

EJEMPLO 4.

Preparación del 2,6-di-tercibutil-4-metilfenol

5. Procediendo tal como se ha descrito en el ejemplo 1, se añadieron 12 g de cloruro de alofanilo a 3.500 cc de benceno que contenían 22 g de 2,6-di-tercibutil-4-metilfenol, mantenidos a 70°C.

Se obtuvieron 25 g de alofanato de 2,6-di-tercibutil-4-metilfenol de la composición siguiente:

	% de C	% de H	% de N
10. calculado	66,7	8,4	9,1
hallado	66,3	8,2	9,4

EJEMPLO 5.

Preparación del alofanato de 2,2'-metilen-bis(4-etil-6-tercibutilfenol)

15. Procediendo tal como se ha descrito en el ejemplo 1, se añadieron 12 g de cloruro de alofanilo a 1000 cc de benceno que contenían 36 g de 2,2'-metilen-bis(4-etil-6-tercibutilfenol), mantenidos a 65°C.

20. Se obtuvieron 39 g de alofanato de 2,2'-metilen-bis (4-etil-6-tercibutilfenol) de la composición siguiente:

	% de C	% de H	% de N
calculado	71,3	8,3	6,1
hallado	71	8,1	6,6

25.

EJEMPLO 6.

Preparación del alofanato de 2,2'-metilen-bis(4-metil-6-tercibutilfenol)

30. Procediendo tal como se ha descrito en el ejemplo 1, se añadieron 12 g de cloruro de alofanilo a 1000 cc



19 ABR.

de benceno que contenian 34 g de 2,2'-metilen-bis(4-metil-6-tercibutilfenol), mantenidos a 65°C.

Se obtuvieron 37 g de alofanato de 2,2'-metilen-bis(4-metil-6-tercibutilfenol) de la composición siguiente:

	% de C	% de H	% de N
calculado	70,4	8,0	6,6
hallado	69,9	7,8	7,0

19 APR 1963



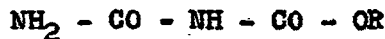
287222

NOTA

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la demanda de patente italiana Nº 7760/62 del 20 de abril de 1962.

5. 1. Un procedimiento para preparar derivados del ácido alofánico, caracterizado por el hecho de que el cloruro de alofanilo se hace reaccionar con un compuesto arílico o bisfenólico sustituido, que contiene por lo menos un grupo hidroxilo libre en el que los substituyentes pueden ser -OH, al-
10. kilo o grupos arilo, procediendo en un medio inerte anhidro, elegido entre los hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos o aromáticos.

15. 2. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado porque se obtienen compuestos de la fórmula general



donde R es un radical arilo sustituido o un radical bisfenólico sustituido en el que los substituyentes pueden ser -OH, alkilo o grupos alkilénicos.

20. 3. Un procedimiento para preparar derivados del ácido alofánico.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de nueve hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

25. Madrid, a 19 de abril de 1963.

P. a.

JANRE ISEFIN MIRALLES
P.P.