

348859

12 MAR 1968



Número 348.859

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UGINE KUHIMANN

RESIDENCIA: 10 rue du Général Foy, PARIS (8e)

FRANCIA

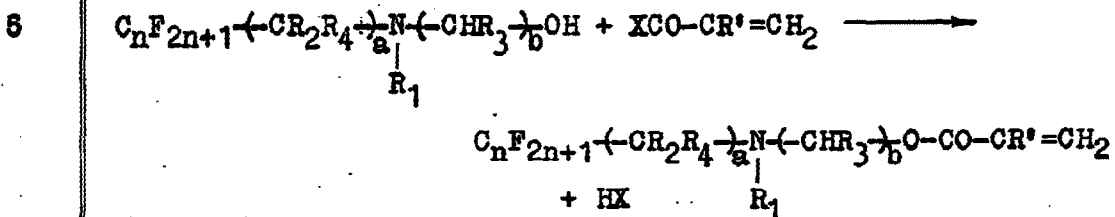
ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION  
DE NUEVOS COMPUESTOS ORGANICOS FLUO-  
RADOS"

Prioridad: Patente francesas n.º PV 89.676 del 2-1-67,  
PV 121.188 15-9-67 y  
PV 127.254 7-11-67.





1 con productos acrílicos de fórmula  $XCO-CR'=CH_2$ , en el que X está constituido por 1 átomo de cloro, un grupo OH, un grupo  $O-CO-CR'=CH_2$  o un radical alcoxilo de 1 a 8 átomos de carbono, según el esquema:



10 En el caso en que X es 1 átomo de cloro, se opera en presencia de un aceptor de hidrácido, tal como las aminas terciarias que contienen de 3 a 20 átomos de carbono, por ejemplo trimetilamina, trietilamina, tripropilamina, tri-butilamina, tripentilamina y piridina.

15 En el caso en que X es el grupo OH, se opera en presencia de un aceptor de agua, tal como el ácido sulfúrico o un tamiz molecular; igualmente se puede eliminar el agua por destilación azeotrópica con ayuda de un disolvente inerte frente a los reactivos.

20 En el caso en que X es un grupo alcoxilo, se opera en presencia o no de un catalizador de trans-esterificación, tal como catalizadores ácidos o básicos, por ejemplo el ácido sulfúrico, el ácido para-toluensulfónico, una resina ácida o un alcoholato de aluminio. Se puede mantener el alcohol formado en el medio de reacción o eliminarlo por destilación después de la reacción.

25 Los nuevos compuestos de acuerdo con el invento tienen aplicaciones muy interesantes y variadas. Así, los monómeros obtenidos pueden ser polimerizados o copolimerizados con otras moléculas acrílicas, metacrílicas o vinílicas, según los procedimientos habituales.

30



-5-  
348859

30 DIC

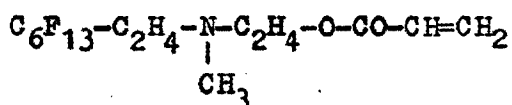


1 hidrato de trietilamina precipitado y se añade éter etílico  
al filtrado con objeto de precipitar el clorhidrato de tri-  
etilamina que permanece en solución en el cloruro de meti-  
leno. Después de filtrar, se eliminan los disolventes por  
5 evaporación a vacío. Se añade hidroquinona (0,1 g) al lí-  
quido residual y se destila. De esta forma se obtienen dos  
fracciones:

10 a) Fracción 90-110°C/0,05 mm Hg, 48 g: Esta fracción está  
constituida por  $C_6F_{13}-C_2H_4-\underset{\substack{| \\ CH_3}}{N}-C_2H_4-O-CO-CH=CH_2$

b) Residuo sólido: 2 g de un sólido polimerizado.

El rendimiento de la experiencia se eleva a 85 % de



### 15 EJEMPLO 3

Sobre una solución de  $C_4F_9-C_2H_4-N(C_6H_5)-C_2H_4-OH$   
(53,6 g, 0,14 moles), trietilamina (15 g, 0,15 moles) e  
hidroquinona (0,2 g) en cloruro de metileno (140 g), se  
añade gota a gota y con agitación constante cloruro de acri-  
20 lilo (13,5 g, 0,15 moles), manteniendo una temperatura in-  
ferior a 5° mediante un baño de hielo. Después de la reac-  
ción, se filtra el clorhidrato de trietilamina precipitado  
y se añade éter etílico al filtrado con objeto de precipi-  
tar el clorhidrato de trietilamina que permanece en solu-  
25 ción en el cloruro de metileno. Después de filtrar, se eli-  
minan los disolventes por evaporación a vacío, se añade hi-  
droquinona (0,2 g) y se destila el líquido residual. De es-  
ta forma se obtienen dos fracciones:

30 a) Fracción 150-160°C/0,1 mm Hg, 50,1 g: Esta fracción está  
constituida por  $C_4F_9-C_2H_4-N(C_6H_5)-C_2H_4-O-CO-CH=CH_2$ ,

348859

30 D



1 b) Residuo sólido: 2,5 g.

Este acrilato se obtiene con un rendimiento del 82 %.

EJEMPLO 4

5 Sobre una solución de  $C_4F_9-C_2H_4-N(C_6H_{11})-C_2H_4-OH$   
(54,5 g, 0,14 moles), trietilamina (15 g, 0,15 moles) e  
hidroquinona (0,2 g) en cloruro de metileno (140 g), se  
añade gota a gota y con agitación constante cloruro de acri-  
lilo (13,5 g, 0,15 moles), manteniendo una temperatura infe-  
rior a  $5^{\circ}$  con un baño de hielo. Después de la reacción, se  
10 filtra el clorhidrato de trietilamina precipitado y se aña-  
de éter etílico al filtrado con el fin de precipitar el  
clorhidrato de trietilamina que permanece en solución en el  
cloruro de metileno. Después de filtrar, se eliminan los  
disolventes por evaporación a vacío, se añade hidroquinona  
15 (0,2 g) y se destila el líquido residual. De esta forma se  
obtienen dos fracciones:

a) Fracción 125-135°/0,1 mm Hg, 55,7 g: Esta fracción está  
constituída por  $C_4F_9-C_2H_4-N(C_6H_{11})-C_2H_4-O-CO-CH=CH_2$ ,

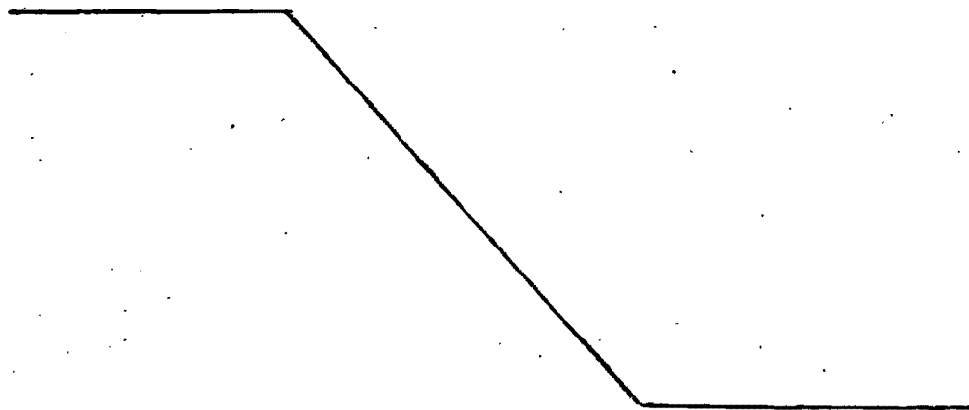
b) Residuo sólido: 2,8 g.

20 Este acrilato se obtiene con un rendimiento del 90 %.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita  
recaerá sobre las siguientes:

25

30



34833

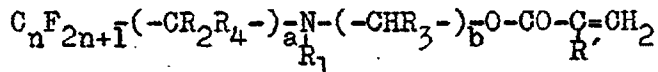


1

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de nuevos compuestos orgánicos fluorados que responden a la fórmula general:

5



en la que

10

$C_n F_{2n+1}$  representa una cadena perfluorada lineal o ramificada,

$n$  es un número entero comprendido entre 4 y 20 y frecuentemente comprendido entre 6 y 12,

$a$  es un número par comprendido entre 2 y 4 y preferiblemente igual a 2,

$b$  es un número entero comprendido entre 1 y 10

$R'$  representa un átomo de hidrógeno o un radical metilo,

15

$R_2$  y  $R_4$  pueden ser idénticos o diferentes y están constituidos por un átomo de hidrógeno o por un radical alcohilo inferior de 1 a 3 átomos de carbono,

20

$R_3$  representa un átomo de hidrógeno o un radical alcohilo inferior de 1 a 3 átomos de carbono,

$R_1$  es un radical alcohilo de 1 a 20 átomos de carbono, un radical arilo, un radical alqueno de 3 a 10 átomos de carbono, un radical cicloalqueno de 5 a 12 átomos de carbono, un radical cicloalcano de 3 a 10 átomos de carbono, el radical

25

$C_n F_{2n+1} (-CR_2 R_4 -)_a$ , o el radical  $-CO-CR' = CH_2$ ; cuyo

procedimiento consiste en hacer reaccionar entre 0% y 100%

30

con los aminoalcoholes de fórmula  $C_n F_{2n+1} (-CR_2 R_4 -)_a N (-CHR_3 -)_b OH$  con productos acrílicos de fórmula  $XCO-CR = CH_2$  en la que X



1 es un átomo de cloro, un grupo OH, un grupo  $O-CO-CR'=CH_2$   
o un radical alcoxilo de 1 a 8 átomos de carbono.

5 2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, ca-  
racterizado porque el agente aceptor de hidrácido está cons-  
tituido por aminas terciarias de 3 a 20 átomos de carbono.

10 3. Un procedimiento según la Reivindicación 1, ca-  
racterizado porque el agente aceptor de agua es ácido sul-  
fúrico, de una riqueza de 80 a 100 %, ácido sulfúrico fu-  
mante conteniendo de 0 a 30 % de  $SO_3$  libre o tamices mole-  
culares.

15 4. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en  
el que el catalizador de trans-esterificación está consti-  
tuido por catalizadores alcalinos o ácidos, tales como áci-  
do sulfúrico, ácido para-toluensulfónico, resinas ácidas y  
alcoholatos de aluminio.

20 5. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en  
el que los monómeros no saturados de las familias de los  
citados productos son homopolimerizados o copolimerizados  
con monómeros acrílicos, metacrílicos o vinílicos siguiendo  
los procedimientos habituales.

25 6. Se reivindica por último como objeto sobre el  
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:  
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS COMPUESTOS  
ORGANICOS FLUORADOS".

30

30

348859



1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de nueve páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 30 de Diciembre 1.967

BERNARDO UNGRIA

p.p.

10

15

20

25

30