

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DIMEROS Y POLI-
MEROS DE 1,2-DIHI-DRO-2,2,4-TRIMETILQUINOLEINA", a favor
de la firma española CEDISA QUIMICA ORGANICA, S.A., do-
miciliado en MONTMELÓ (Barcelona) Gran Vial, 25

= . =

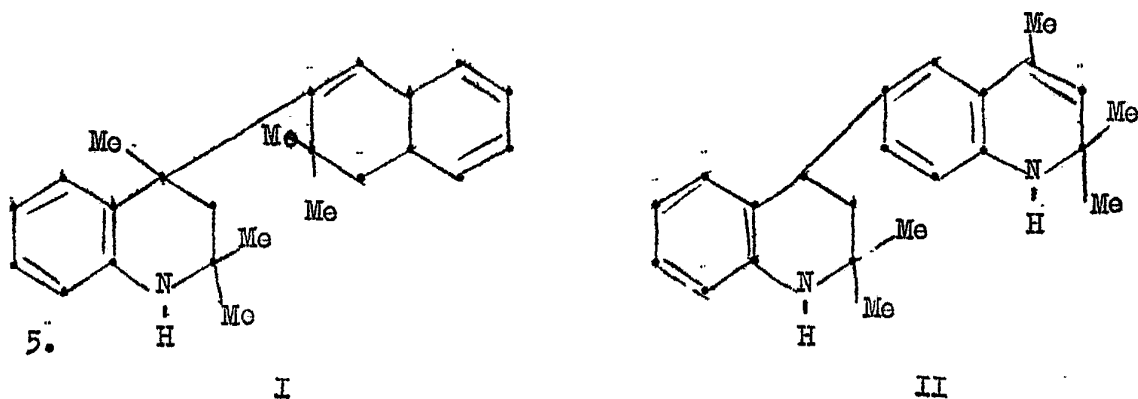
MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedi-
miento para convertir el monómero 1,2-dihidro-2,2,4-tri-
meil quinoleina en un sólido pardo rojizo que constituye
el dímero del compuesto referenciado. El dímero citado se
utiliza como agente antioxidante en la industria.

5.

Zalukayev y Zheltokhina estudiaron la composi-
ción del citado dímero hidrolizando su acetilderivado con
el fin de determinar el tipo de isómero que se forma, re-
sultando que puede corresponder a una de las dos estructu-
ras isoméricas I y II de fórmulas

10.



donde Me representa $-CH_3$.

10. Según el proceso de la presente invención se obtiene una mezcla de ambos isómeros, de aquí que el producto resultante posea un punto de fusión en la escala de 75° a 100° C, siendo que a cada uno de los citados isómeros purificados corresponden respectivamente los siguientes puntos de fusión: para el isómero I: $178-179^{\circ}$ C, y para el isómero II: $95,5-97^{\circ}$ C.

15. Generalmente la industria trabaja con una composición mixta de ambos isómeros.

20. La polimerización del monómero se lleva a cabo en la invención en presencia de catalizadores de conversión ácidos, con el fin de lograr mayores rendimientos de transformación. Diversos ensayos han conducido a la conclusión de que pequeños porcentajes de agua en el monómero perjudican la polimerización, por lo que es necesario conocer perfectamente el contenido en agua en el material de partida.

25. A título de catalizadores de la conversión al dímero se han ensayado, con carácter satisfactorio, ácidos sulfónicos, ácido clorhídrico concentrado, ácido sul-

fúrico, peróxido de benzoilo, pero los que mejor resultado han dado son los cloruros de metales divalentes y trivalentes, en especial estos últimos.

5. Con objeto de facilitar la explicación de la realización del procedimiento, se dan los siguientes ejemplos, con carácter ilustrativo y no limitativo de la invención:
10. Ejemplo 1.- En un balón de 500 c.c., provisto de agitador, refrigerante y termómetro, se incorporan 200 gr del monómero 1,2-dihidro-2,2,4-trimetil quinoleína. Se añaden 30 c.c. de ácido clorhídrico de 22° Bé y se calienta por espacio de 16 horas. Finalizado este período de tiempo, se neutraliza el clorhídrico con hidróxido sódico, se lava el producto y se destila. Se obtiene un residuo, que constituye el producto polimerizado con un punto de fusión de 78-105°C. Rendimiento: 100 gr.
15. Ejemplo 2.- En un balón dispuesto como en el ejemplo anterior se cargan 200 gr del citado monómero. Se cataliza la conversión con Cl_3Al anhidro, manteniendo el tratamiento durante 4 horas. La masa resultante se neutraliza con hidróxido sódico al 50 %. El producto resultante se destila, quedando como residuo el polímero, con un punto de fusión de 82-110° C. El producto es perfectamente soluble en acetona y alcohol.
20. Ejemplo 3.- En un balón, dispuesto como en el ejemplo 1, se cargan 100 gr de monómero y 80 c.c. de tolueno. Se cataliza la reacción con Cl_3Al . Después de espesarse la masa, se neutraliza con hidróxido sódico al 50 %. Se decanta la capa orgánica y se destila recogiendo al tolueno

que se recupera y quedando como residuo el producto polimerizado, el cual presenta un punto de fusión de 82-110°C

5. Ejemplo 4. - En el mismo tipo de reactor a que nos vamos refiriendo se cargan 200 gr del mismo monómero. Se añade cloruro de cinc y, después de espesarse la masa, se neutraliza el catalizador con sosa al 50%. Se destila el producto y el residuo obtenido de 110 gr, presenta un punto de fusión de 81-101°C.

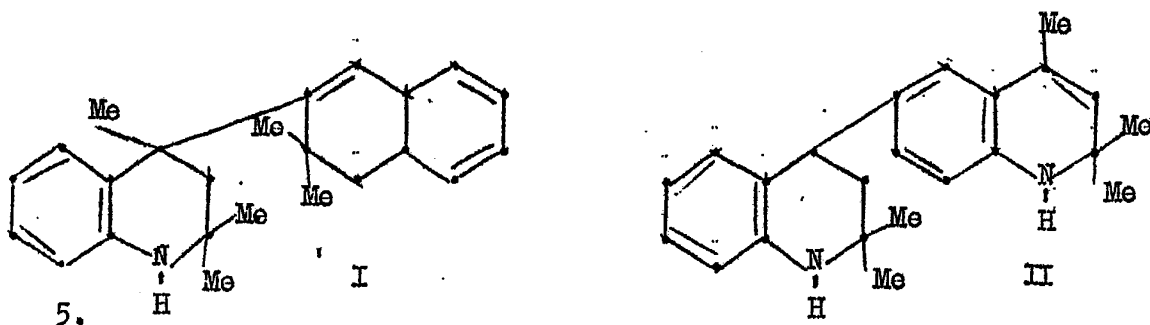
10. En todos los casos la presencia de agua dificulta la fase final de polimerización. Los catalizadores Cl_3Al y Cl_2Zn son los más favorables en este tipo de conversión. La presencia de tolueno favorece la eliminación del agua que pudiera haber en el monómero, desplazando el equilibrio en favor de la polimerización.

15. La invención, dentro de su esencialidad, se puede llevar a la práctica en otras formas de realización que difieran en detalle de las comprendidas en la memoria descriptiva a título de ejemplo y para las cuales se invoca la misma protección que para las comprendidas en el espíritu de las reivindicaciones.
- 20.

NOTA

Descrito el objeto del presente invento, lo que se declara nuevo y de propia invención comprende las siguientes reivindicaciones:

25. 1. Procedimiento para la preparación de dimeros y polímeros de 1,2-dihidro-2,2,4-trimetilquinoleína, que responde a la constitución isomérica de fórmulas I o II



donde Me representa $-CH_3$.

10. caracterizado porque se somete a tratamiento térmico el monómero 1,2-dihidro-2,2,4-trimetilquinoleína en presencia de un catalizador de transformación seleccionado entre los ácidos sulfónicos, clorhídrico concentrado, sulfúrico, y también peróxido de benzoino, cloruros de metales divalentes y trivalentes, neutralizándose la masa reaccionante al término de la fase de polimerización y destilando la fase líquida del producto formado.

15. 2. Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado porque, en una forma preferente de su realización, se conduce la polimerización en presencia de Cl_3Al o Cl_2Zn como catalizadores y en medio disolvente, tipo tolueno, que facilita el arrastre de agua, posiblemente presente en el monómero, desplazando el equilibrio hacia la conversión al dímero previsto.

20. 3. Procedimiento para la preparación de dímeros y polímeros de 1,2-dihidro-2,2,4-trimetilquinoleína.

25. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 6 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a
p. a.

2 JUL 1975

JAIMÉ ISERN

p. a.

Firmado: JOSE L. MORA