



10	ES	11	NUMERO	454194	10	AI
		21				
		22	FECHA DE PRESENTACION	14 DIC. 1976		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES.	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	P 25 58 148.0		23 de diciembre de 1.975		República Federal Alemana.

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			CO 7C		

64	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE BIS-(N-ACILAMINOMETIL)ETERES

71	SOLICITANTE (S)
	CASELLA FARBERWERKE MAINKUR AKTIENGESELLSCHAFT

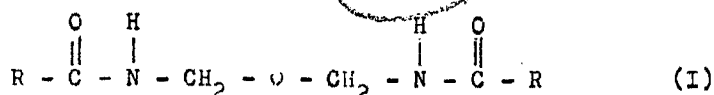
	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	Hanauer Landstrasse 526,6000 Frankfurt a.M.-Fechenheim, República Federal Alemana.

72	INVENTOR (ES)
	Dr. Steffen PIESCH

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	D. JAIME GOMEZ-ACEBO Y MODET

El objeto de la invención es un procedimiento mejorado y continuo para la obtención de bis-(N-acetilaminometil)éteres de fórmula general I



5 donde R significa hidrógeno o metilo.

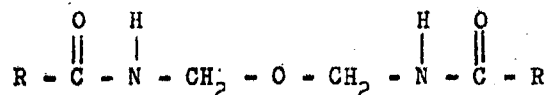
La obtención de los mencionados compuestos según métodos discontinuos ya es conocida y se realiza, por ejemplo, según las enseñanzas de la patente suiza 487 846 mediante tratamiento de la correspondiente N-metilolacilamido bajo condiciones extractoras de agua en presencia de cantidades catalíticas de un ácido fuerte a una temperatura entre 0 y 50°C bajo eliminación continua del agua de reacción, ó, en el caso del derivado de formilo según las enseñanzas de un trabajo de Couch, impreso en Elektro Chimica Akta 1964, tomo 9, páginas 327 - 336, mediante electrolisis de N-metilformamida.

15 Estos modos de trabajo discontinuos tienen sin embargo considerables desventajas al trabajar con grandes cantidades. Aparte de rendimientos mas reducidos al sobrepasar determinadas cantidades de preparado se presentan una serie de productos secundarios gaseosos, tales como amoniaco, metilamina, dimetilamina, trimetilamina y dióxido de carbono que afectan el medio ambiente. Sorprendentemente se puede evitar la formación de estos productos secundarios y lograr un considerable aumento del rendimiento si la preparación de estos compuestos se efectua según la presente invención en forma continua y a temperaturas considerablemente mas altas.

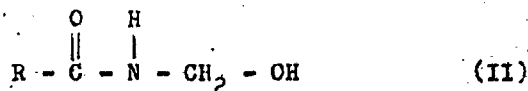
25 Se ha de considerar como totalmente sorprendente que a pesar de un aumento de la temperatura en una reacción, que según el estado de la técnica entre 0 y 50°C ya transcurre en forma insatisfactoria con respecto a los rendimientos y a los productos secundarios,

no tenga por resultado un ulterior empeoramiento, sino una mejora esencial de la reacción y con ello por primera vez una síntesis técnicamente aprovechable para el bis-(N-acilaminometil)éter.

Objeto de la invención es, por lo tanto, un procedimiento para la obtención de bis-(N-acilaminometil)éteres de fórmula general I



donde R significa hidrógeno o metilo, por reacción de N-metilolacilamidas de fórmula general II



a temperatura más elevada en presencia de un ácido fuerte, caracterizado porque trabajando en forma continua la N-metilolacilamida de fórmula II, mezclada con un ácido fuerte, se expone bajo presión normal o presión mas reducida durante un breve periodo de tiempo a una temperatura de 80 a 250°C, preferentemente a una de 120 hasta 155°C, el agua de reacción disociada en forma de vapor se evacua bajo enfriamiento y se extrae el bis-(N-acilaminometil)éter de fórmula general I que se obtiene en forma fundida, en forma continua.

Si bien la reacción transcurre impecablemente a presión normal es especialmente ventajoso trabajar bajo presión mas reducida, especialmente a una entre 200 y 500 Torr.

Aparativamente se ha acreditado especialmente el empleo de un evaporador de capa delgada, sobre el cual se aplica el material a reaccionar en forma continua. Igual de bien se puede realizar la reacción también sobre un tubo calentado o un dispositivo aparativo equivalente.

Como ácido a agregar a la N-metilolacilamida es especialmente adecuado el ácido sulfúrico. Resultados iguales o prácticamente igual de buenos se logran también con ácido clorhídrico concentrado, ácido fosfórico, ácido nítrico, ácido metanosulfónico, éterato de trifluoruro de boro, etc.

Las N-metilolacilamidas empleadas como productos de partida, esto es, la metilolformamida o bien metilolacetamida, ya son conocidas y su obtención se describe, por ejemplo, en Liebigs Annalen der Chemie, tomo 343, página 264 y en la patente alemana 164 610.

Los bis-(N-acilaminometil)éteres obtenidos según la presente invención son valiosos productos intermedios en el sector de las resinas sintéticas y debido a su carácter bifuncional tienen la propiedad de crear enlaces o miembros puente entre otras moléculas adecuadas.

15 Ejemplo

5,5 kg de metilolformamida (73,33 moles) y 50 cc de ácido sulfúrico concentrado se alimentan a 165°C y una presión entre 200 y 300 Torr en forma continua a un evaporador de capa delgada. El agua de reacción que se libera como vapor se retira por enfriamiento y el producto de reacción se obtiene como aceite incoloro que se retira en forma continua. Se obtienen así 4320 g (89,2 % de la teoría) de bis-(N-acilaminometil)-éter en forma de un aceite incoloro y 1215 g de condensado de destilación (agua de reacción). El producto que se obtiene en forma oleaginosa cristaliza lentamente a cristales incoloros del punto de fusión 104°C y se pueden recrystalizar en metanol.

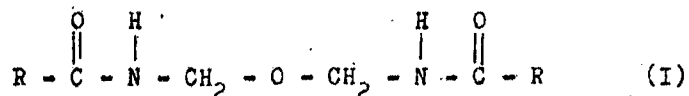
Empleando en el ejemplo de arriba en lugar de metilolformamida metilolacetamida se obtiene en un rendimiento del 90 % el bis-(N-acetilaminometil)éter, asimismo de alta pureza.

NOTA

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

Reivindicaciones

1. Procedimiento para la obtención de bis-(N-acilaminometil)éteres de fórmula general I



10 donde R significa hidrógeno o metilo, por reacción de N-metilolacilamidas de fórmula general II



a temperatura más elevada en presencia de un ácido fuerte, caracterizado porque trabajando en forma continua la N-metilolacilamida de fórmula II, mezclada con un ácido fuerte, se expone bajo presión normal ó presión mas reducida, durante un breve periodo de tiempo, a una temperatura de 80 a 250°C, preferentemente a una de 120 hasta 155°C, el agua de reacción separada en forma de vapor se evacua bajo enfriamiento y el bis-(N-acilaminometil)éter de fórmula general I, que se obtiene en forma fundida, se extrae en forma continua.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se efectúa a una presión de 200 hasta 500 Torr y/o una temperatura entre 120 y 155°C.

3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque la reacción se efectúa en un evaporador de capa delgada.
4. Procedimiento para la obtención de bis-(N-acilaminoetil)éteres, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta Memoria consta de 6 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

14 DIC. 1976

CASELLA FARBWERKE MAINKUR
AKTIENGESELLSCHAFT

FRANZ JOSEF Y KADET
Friedrich-L. Gockel-Fabrik

