

146352

140352



MEMORIA DESCRIPTIVA

para

solicitar una PATENTE de INVENCION por VEINTE años, en ESPAÑA, por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PRODUCTOS DE CONDENSACION", a favor de la razón social I.G. FARBE-INDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT, domiciliada en Frankfurt a Main (Alemania).

====oo00oo====

En la patente alemana acta 655.999 se describe entre otras cosas un procedimiento, según el cual se transfor-

CLARKE MOBERTS & CO. A - VIKING  
DE INDUSTRIA

man ácidos aminometanosulfónicos con ácidos carboxílicos de alto peso molecular o con los derivados de éstos últimos, obteniéndose productos de reacción con los cuales queda siempre mezclada cierta porción de jabones correspondientes a los mencionados ácidos carboxílicos.

Ahora bien, se ha descubierto que se obtienen productos de condensación análogos con rendimientos prácticamente cuantitativos, haciendo reaccionar amidas de ácidos carboxílicos que contienen en su molécula a lo menos un átomo de hidrógeno ligado al nitrógeno y a lo menos 6 átomos de carbono en ligación alifática o cicloalifática, con compuestos aldehído-bisulfíticos o cetona-bisulfíticos o los componentes de los mismos, en caso dado en presencia de disolventes. Los productos de reacción también pueden contener substituyentes o llevar intercalados en su esqueleto de carbono hetero-átomos o grupos heteroatómicos.

Como amidas que se prestan para la ejecución del presente procedimiento, pueden mencionarse, por ejemplo, las amidas de los ácidos siguientes: ácido caprónico, ácido alfa-etilhexílico, ácido caprínico, ácido laurínico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido undecilénico, ácido oléico, ácido 9.10-dicloroesteárico, ácido ricinoléico. En lugar de éstos ácidos puros pueden también utilizarse mezclas industriales como, por ejemplo, ácido de la grasa de las pepitas de palma y de coco, ácido alifático de aceite de palma, ácido alifático de aceite de soya, ácido alifático de aceite de linaza, ácido alifático de aceite de pescado, ácidos alifáticos endurecidos de aceite de soya y de pescado, ácidos carboxílicos que se obtienen en la oxidación de para-



20

25

30

finas, por ejemplo fracciones que contienen principalmente los ácidos carboxílicos con 7 - 9 átomos de carbono, o las fracciones que contienen en principal los llamados ácidos alifáticos jabonosos, o sea ácidos carboxílicos con 12 - 18 átomos de carbono. Además son utilizables el ácido p-isooctilbenzónico, el ácido isooctilfenoxiacético, el ácido dodecifenoxiacético, el ácido diisobutilbenzónico, el ácido triisobutilfenilacético, el ácido triisobutilhidrocínámico, el ácido p-butilciclohexil-gama-butírico, el ácido dodeciloxiacético, el ácido octadecilmercaptopropiónico, la miristilsarcosida, la monododecilamida del ácido succínico, la mono(p-dodecil)-anilida del ácido diglicólico, el ácido N-dodecil-N-metilaminoacético, el ácido p-(octilsulfonil)-aminobenzónico, los ácidos montánicos, los ácidos nafténicos y los ácidos resinosos y los productos de hidrogenación de los mismos.

Además pueden utilizarse amidas substituídas, en tanto que contengan un átomo de hidrógeno ligado al nitrógeno, por ejemplo metilamidas, etilamidas, butilamidas, bencilamidas y arilidas.

Amidas adecuadas, que contienen a lo menos 6 átomos de carbono en ligación alifática o cicloalifática, son, por ejemplo, la amida del ácido laurínico, la amida del ácido oléico, la metilamida del ácido de la grasa de coco, la butilamida del ácido caprílico, la dodecilamida del ácido acético, la isoheptilamida del ácido fórmico, la oxetilamida de mezclas de ácidos carboxílicos con 7 - 9 átomos de carbono, como se los obtiene en la oxidación de parafinas, la isooctilamida del ácido caprílico, la butilamida del ácido propiónico, la tetradecilamida del ácido benzónico, la hexadecilamida del



CLARKE, MOBEY & CO.

ácido p-clorobenzóico, la butoxetilamida del ácido caprínico, la dimetilaminoetil-amida del ácido oléico ( $C_{17}H_{33}CO.NH.CH_2.CH_2.N(CH_3)_2$ ), la N-metil-N-octadecenil)-amida del ácido acetilaminoacético ( $CH_3.CO.NH.CH_2.CO.N(CH_3).C_{18}H_{35}$ ).

65

Como aldehidos se pueden mencionar en primer lugar el formaldehido o sus polímeros o derivados como son los acetales, pero también son utilizables otros aldehidos como son el acetaldehido, el butiraldehido, el isohexaldehido, el benzaldehido o cetonas, como la acetona.

70

Bisulfitos que se pueden utilizar según el presente invento, son en primer lugar las sales alcalinas o alcalino-térreas del ácido sulfuroso, por ejemplo las sales potásicas y sódicas.

75

El procedimiento puede ser ejecutado de manera que una amida se calierta por ejemplo junto con aldehido bisulfítico o acetona bisulfítica, agitando bien la masa en fusión. También son utilizables mezclas de compuestos aldehido-bisulfíticos con compuestos cetona-bisulfíticos. Pero también es posible hacer reaccionar la amida con los componentes del compuesto aldehido-bisulfítico o cetona-bisulfítica. Además se puede transformar la amida primero en el compuesto metilólico y hacerlo reaccionar después con un bisulfito.

80

Se ha mostrado oportuno introducir en la masa en fusión substancias sólidas finamente dispersas en calidad de agente diluyente. Por ésta medida queda garantizado un calentamiento invariable de la masa reactiva y por otra parte se obtienen por ella de las masas en fusión que algunas veces no se dejan agitar sino con dificultad, polvos que son fácil-

85



90 mente agitables. Como tales substancias sólidas finamente dispersas entran en consideración la arena o la harina fósil que, una vez efectuada la reacción, vuelven a eliminarse del producto de reacción, o bien sales como la sal común, sulfato sódico o sulfato de magnesio.

95 Algunas veces puede ser de utilidad operar en presencia de un disolvente orgánico de un punto de ebullición elevado como son el xilol, el diclorbenzol o la piridina. Empleando los dos compuestos citados en primer lugar, se logra separar con facilidad el agua que se forma en la reacción,  
100 de la mezcla por destilación oceotrópica. También en medio acuoso resulta posible en muchos casos efectuar las reacciones según el presente invento, máxime cuando la amida del ácido carboxílico, que sirve de materia de partida, es acuoso-soluble o muestra cierta afinidad al agua.

105 Operando en medio anhidro, es decir en medio de fusión, o en presencia de un disolvente orgánico que no se mezcla con agua, se puede acelerar la reacción por la adición de agentes condensantes como es el cloruro de zinc.

110 Según sean las materias de partida utilizadas, la temperatura de la reacción varía dentro de amplios límites. Utilizando como materia de partida amidas de ácidos alifáticos de elevado peso molecular, la temperatura de reacción más favorable esté comprendida entre 120° y 180° C. Por regla general las reacciones indicadas se realizan sin presión.

115 Solamente en algunos casos especiales es necesario operar bajo presión y en recipientes cerrados.

Los productos de reacción se distinguen por su elevada actividad capilar y se prestan como agentes auxiliares



CLARKE, MODET Y Co

120 para la industria textil, por ejemplo como agentes de lavado, humectantes, reblandecedores o emulsionantes.

E J E M P L O S  
=====

125 1).- Iguales partes en peso de amida del ácido oléico y de formaldehido-bisulfito sódico comercial se calientan, agitando, a 155°C. Al cabo de una hora y media se inicia una reacción, produciéndose una pequeña elevación de la temperatura. La masa muy fluída que al principio espuma ligeramente, se vuelve más densa dentro de 3 horas ulteriores, quedando, sin embargo, todavía agitable. Una prueba se disuelve ya en agua fría, produciéndose, empero, un enturbiamiento débil, y manifiesta un excelente poder espumante. Agregando al producto de reacción la misma cantidad en peso de sal común y agitando ulteriormente durante 9 horas a 155°C, se obtiene un polvo amarillento que se disuelve claramente en agua sin ninguna coloración. El resultado del análisis del producto cristalizado en metanol diluido, responde a la fórmula  $C_{17}H_{33}CO.NH.CH_2SO_3Na$ .

135 En lugar de la amida del ácido oléico se puede emplear con el mismo éxito la amida del ácido laurínico.

140 2).- 28 partes en peso de la amida del ácido oléico se disuelven en 30 partes en peso de xilol, se introducen 32 partes en peso de formaldehido-bisulfito (al 80 %) y se calienta el todo a 145 - 155°C con empleo de un refrigerador de salida, agitando bien y completando la cantidad de xilol que se separa por destilación. A fin de facilitar la destilación del xilol y del agua de reacción, se puede aplicar un vacuo ligero. Después de agitado durante varias horas, el



CLARKE, MODET & Co

xilol se expulsa mediante vapor de agua. El producto de reacción se disuelve claramente en agua tibia, produciéndose una fuerte espuma. La solución queda límpida también después de  
150 la adición de ácido clorhídrico diluido.

3).- 30 partes en peso de la metilolamida del ácido esteárico se disuelven en 150 partes en peso de piridina y se hace hervir el todo junto con 11 partes en peso de polvo comercial de bisulfito sódico durante unas 20 horas y bajo  
155 reflujo. Después de eliminado por destilación la piridina y de lavado el residuo mediante benzol, se obtiene por recristalización en metanol el compuesto siguiente en estado de pureza:  $C_{17}H_{35}CONH.CH_2.SO_3Na$ . Se presenta en forma de un polvo blanco que se desintegra a  $275^{\circ}C$ , sin que se produzca una verdadera fundición.  
160

4).- 20 partes en peso de la amida industrial del ácido laurínico se calientan, agitando, durante 4 horas a  $155^{\circ}C$  juntas con 45 partes en peso de acetaldehido-bisulfito sódico industrial. Una vez recristalizado el producto resultante, se obtiene un polvo blanco y claramente acuo-soluble que también en solución ácida espuma muy fuertemente. Para muchos fines técnicos, empero, puede prescindirse de ésta recristalización, pudiéndose utilizar también el producto en  
bruto.  
165

5).- Calentando (durante  $3\frac{1}{4}$  horas a  $155^{\circ}C$  y durante  $6\frac{1}{4}$  horas a  $180^{\circ}C$ ) 84 partes en peso de la amida del ácido oléico industrial y 138 partes en peso de acetona-bisulfito sódico industrial y procediendo de la manera indicada en el ejemplo 4º, se obtiene un polvo de las mismas calidades.  
170

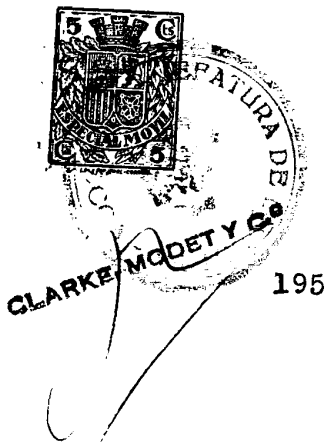


CLARKE, MODET Y C<sup>o</sup>

175 6).- 60 partes en peso de la amida del ácido oléi-  
co industrial se calientan durante 5 horas a 150° juntas con  
94 partes en peso de benzaldehido-bisulfito sódico industrial.  
El producto de reacción extraído mediante acetona, se presen-  
ta en forma de un polvo que se disuelve fácil y claramente  
180 en agua. Estas soluciones muestran una fuerte actividad ca-  
pilar.

185 7).- En la preparación de ácidos alifáticos jabono-  
sos a partir de parafina se obtiene también una porción con-  
siderable de ácidos carboxílicos conteniendo 5 - 11 átomos  
de carbono, que se prestan tanto como los ácidos alifáticos  
jabonosos para la ejecución del presente procedimiento. Un  
ácido conteniendo 7 átomos de carbono se transformó mediante  
amoníaco en la amida correspondiente del punto de fusión a  
83 - 89°C. 39 partes en peso de dicha amida y 84 partes en  
190 peso de formaldehido-bisulfito sódico industrial se mantie-  
nen durante 3 horas a la temperatura de 155°C. A continuación  
100 gramos de sal común se reparten finamente en el producto  
de reacción. La mezcla resultante se agita y se calienta du-  
rante 2 horas en un baño de aceite de 230 - 240° de tempera-  
tura. De ésta manera se obtiene, sin la necesidad de una pu-  
rificación ulterior un producto de reacción que se disuelve  
claramente en el agua y muestra una fuerte formación de es-  
puma.

200 8).- 60 partes en peso de la metilamida del ácido  
oléico industrial, 60 partes en peso de formaldehido-bisul-  
fite sódico industrial y 600 partes en peso de o-diclorben-  
zol del punto de ebullición a 179°C se mantienen a la ebu-  
llición hasta que se haya eliminado el agua separada. El re-



205 siduo que se recoge por aspiración y se purifica mediante acetona, se disuelve claramente ya en agua fría y también al agregar ácido. En ambos casos las soluciones muestran un excelente poder espumante.

210 9).- 280 partes en peso de la amida obtenida de ácido oléico industrial se agregan a 220 partes en peso de una pasta al 90 % de un compuesto formaldehido-bisulfítico. A fin de eliminar el agua, se calienta, agitando, la masa reactiva y sigue calentando a 120 - 170°C hasta que el producto de reacción se disuelva claramente en agua, lo que se verifica fácilmente por medio de una prueba. Una vez enfriado, el producto se tritura para obtener un polvo blanco.

220 10).- A 510 partes en peso de una solución neutra al 50 % de sulfito sódico se agregan 175 partes en peso de formalina al 35 %, se neutraliza con ácido sulfúrico y se concentra por evaporación, hasta obtener una pasta al 80 %. 200 partes en peso de la pasta así obtenida de formaldehido-bisulfito al 80 % se mezclan con 150 partes en peso de la amida del ácido de la grasa de coco. Después de eliminado el agua bajo agitación, se sigue calentando a 160°C, hasta que el producto de reacción se haya vuelto acuo-soluble.

225 Descrita que ha sido la naturaleza de la presente invención y la manera como la misma puede ser llevada a la práctica, se declara que lo que se reivindica como de propiedad y derecho exclusivo son las siguientes:

R E I V I N D I C A C I O N E S

=====

230 1).- Procedimiento para la obtención de productos de condensación caracterizado porque se hacen reaccionar



CLARKE MODEL Y C<sup>o</sup>

235 bajo calentamiento amidas de ácidos carboxílicos que contienen en su molécula a lo menos un átomo de hidrógeno ligado al nitrógeno y a lo menos 6 átomos de carbono en ligación alifática o cicloalifática, con compuestos aldehído-bisulfíticos o cetona-bisulfíticos o los componentes que integran éstos compuestos, en caso dado en presencia de disolventes.

240 2).- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se hace reaccionar un bisulfito con el compuesto obtenido de una amida de ácido carboxílico y aldehído.

245 3).- Procedimiento según la reivindicación 1ª o 2ª caracterizado porque se efectúa la reacción en presencia de substancias sólidas finamente dispersas, en especial de sales inorgánicas, y en ausencia de disolventes.

4).- Como nuevos compuestos los productos de condensación obtenidos de las amidas de ácidos carboxílicos que contienen en su molécula a lo menos 6 átomos de carbono en ligación alifática o cicloalifática, con compuestos aldehído-bisulfíticos o cetobisulfíticos o los componentes que integran éstos compuestos.

5).- Procedimiento para la obtención de productos de condensación, con arreglo a la presente memoria descriptiva y reivindicaciones anteriores.



MANEJO 250  
 Jose  
 Manf