




1 47697

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

a favor de la razón social suiza J. R. GEIGY A. G., establecida en BASILEA (Suiza), por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE NUEVOS DERIVADOS AMINICOS DE ACIDOS GRASOS".

-. -

MEMORIA DESCRIPTIVA

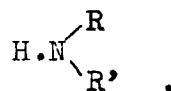
Se ha descubierto que se pueden obtener nuevos derivados amínicos de ácidos grasos que poseen propiedades valiosas cuando se dejan reaccionar ácidos grasos halogenados con halógeno fácilmente sustituible o sus derivados sobre mono-aminas de elevado peso molecular no sustituidas o sustituidas de modo cualquiera, primarias o secundarias, de la fórmula $\text{HN} \begin{matrix} \text{R} \\ \text{R}' \end{matrix}$, en la cual ha de representar: R hidrógeno, un grupo alquilo o aralquilo, y R' un radical de la fórmula (alquilo- de elevado peso molecular) que puede ser ligado en el N-átomo tanto con el radical alifático como el aromático, dejando reaccionar estas amidas del ácido graso halogenado sobre amoníaco o aminas simples o mezcladas, (en caso dado combinado alifáticamente en el carbono por hidroxilo y, respectivamente o halógeno) sustituidas o no sustituidas primarias, secundarias o ter-



ciarias, alifáticas, alifáticas-aralifáticas, alifáticas-hidroaromáticas, alifáticas-aromáticas, hidroaromáticas, aromáticas o cíclicas.

20 Cuando con ello se producen bases primarias, secundarias o terciarias, pueden ser tratadas ulteriormente con los medios de alquilización o aralquilización usuales, no sustituidos o sustituidos por halógeno y, respectivamente o, hidroxilo, saturados o no saturados. Las nuevas aminas del ácido graso amínico también se pueden transformar en sales
25 de ácidos orgánicos o inorgánicos.

Las amidas de ácido graso halogenadas empleadas como productos intermedios, se obtienen por ejemplo haciendo reaccionar ácidos grasos halogenados o derivados apropiados, como los ésteres o cloruros sobre aminas primarias o secundarias del tipo
30



representando R hidrógeno, un radical alquílico o aralquílico, y R' un residuo aralquílico o alcarílico de elevado peso molecular, cuyo grupo alquílico también puede ser cíclico. Como ejemplos se citan p-laurilanilina, p-estearil
35 anilina o bencilamina α -sustituidas de elevado peso molecular, por ejemplo, α -undecilbencilamina, α -heptadecilbencilamina, según se obtienen a base del procedimiento Leukhart de arilquetonas mediante formiato amónico, o bien
40 de las mismas quetonas por hidrogenación catalítica en presencia de agua. Para ello han resultado ser especialmente valiosas las quetonas arilalquílicas que contengan un hidrocarburo saturado de a lo menos 8 C-átomos. Como ejemplos se citan: Quetonas que se obtienen del benzol, ácido palmítico, del toluol y ácido palmitínico, del dodecilbenzol
45



y ácido acético, de anisol y ácido caprínico.

La transformación de las amidas del ácido graso halogenadas con las aminas antes citadas, tiene lugar según métodos conocidos, en la cual, empleando amoníaco respectivamente aminas primarias, secundarias o terciarias, se producen las correspondientes aminas del ácido graso amínicas primarias hasta cuaternarias. Cuando para la transformación de las aminas éstas se eligen de manera que se producen amidas del ácido graso amínicas, se puede seguir alquilando ulteriormente hasta la sustitución cuaternaria. Esto tiene lugar con los medios de alquilización y aralquilización usuales, verbigracia con los ésteres del ácido mineral de alcoholes saturados o no saturados como halogenuros alquílicos, aralquílicos o alquilénicos, hidrinas halogenadas, ácidos grasos halogenados, ésteres de ácidos grasos halogenados, amidas de ácidos grasos halogenadas, sulfatos dialquílicos, etc., por adición de ésteres de ácidos sulfónicos, etc.

Estos nuevos compuestos nitrogenados, con excepción de los compuestos cuaternarios son insolubles en el agua como bases. Se dejan hacer solubles en el agua según los métodos generalmente conocidos para los derivados del amoníaco. Empleando ácidos inorgánicos u orgánicos se producen sales, por ejemplo clorhidratos, sulfatos, fosfatos, fluosilicatos, formiatos, cloracetatos, oxalatos, citratos, tartratos, etc.

Los nuevos derivados del ácido graso amínicos se emplean como medios para proteger lana, pieles, plumas, pelos, cuero, papel, fibras naturales o artificiales, u objetos que contengan estas materias, contra la polilla



y otros insectos nocivos a la lana.

Por sustitución ulterior o, en caso dado, por transformación con ácidos, o tratamiento ulterior con medios de alquilización o aralquilización, se consiguen
80 medios contra los parásitos animales, medios para la protección de las plantas, fungicidas, bactericidas, así como medios auxiliares textiles.

EJEMPLO 1.-

300 partes de lauroilbenzol (obtenido del ácido
85 graso de semilla de palma, fracción Pe $_{14 \text{ mm}}$ 150-220° y benzol) se mezclan con 210 partes de formiato amónico concentrado (830 partes de ácido fórmico al 85 % neutralizado con 1080 partes de amonfaco al 25 % y concentración a
90 900-950 partes). Durante 4 horas se calienta a 180-185° bajo removido a fondo, separándose agua por destilación. Después de haber mantenido a esta temperatura durante 5-6 horas, el compuesto formílico producido de la α -undecil-bencilamina es saponificado con 1000 partes en volumen de lejía de sosa cáustica alcohólica al 20 %, siendo
95 obtenida la amina libre por extracción con éter. Por destilación (Pe $_{14 \text{ mm}}$ 185-240°) se obtiene un aceite claro, fácilmente soluble en ácido clorhídrico diluido con olor básico muy pronunciado.

A 130 partes de α -undecil-bencilamina se añaden
100 a gotas bajo refrigeración al hielo y removido fuerte 60 partes de cloruro de acetilo clorado. La pulpa tensa obtenida se calienta durante 2 horas a 95° dejando reposar durante la noche. Se enfría y se añaden lentamente 300 partes de solución dimetilamina al 20 %. La masa se
105 calienta con facilidad y se sigue removiendo durante 14 ho-



110 ras a temperatura ordinaria. Luego se extrae con éter lavando la solución etérea a fondo con agua, y después del secado con sulfato sódico se expulsa el éter en el baño de agua. Se obtiene la α -undecil-bencil-dimetilaminoacetamida en forma de masa viscosa pardo oscura. Esta base puede ser transformada en soluble en agua por formación de sal con ácidos como ácido clorhídrico, ácido acético, etc.

115 34,6 partes de la base anterior se mezclan con 12,6 partes de sulfato dimetílico produciéndose un notable desarrollo intenso de calor; para completar la reacción se mantiene aun durante la noche a 100°. El producto final, o sea el compuesto amónico cuaternario, es una pasta semisólida que se disuelve claro en el agua.

EJEMPLO 2.-

120 Exactamente de la misma manera según se ha descrito en el ejemplo 1, se pueden emplear sulfato dietílico, cloruro bencílico, bromuro alílico, glicolclorhidrina, glicerinclorhidrina, etc., en cantidades molares para la obtención de compuestos amónicos cuaternarios de la α -undecil-bencil-dimetilaminoacetilamida. De un modo general se obtienen pastas semisólidas que se disuelven muy fácilmente en el agua, cuyas soluciones acuosas poseen un considerable poder espumeante.

EJEMPLO 3.-

130 A 1 mol de p-laurilanilina obtenida según la patente británica 468.226 se añaden a gotas poco a poco 1,2 mol de cloruro de acetilo clorado y se remueve durante 12 horas a 90-100°. Luego se recoge en éter, se lava a fondo con agua y se introduce el aceite remanente después de la expulsión del éter en 1000 partes en volumen de solución dimetilamínica



al 20 %. La solución se calienta automáticamente a unos 40° y es mantenida a esta temperatura durante 24 horas. Por extracción de la emulsión acuosa con éter se recupera la anhídrida laurílica del ácido dimetilaminoacético.

140 35 partes de anhídrida laurílica del ácido dimetilaminoacético se remueven con 2,5 partes de sulfato dimetílico, con lo cual se produce un considerable autocalentamiento. Se calienta durante algunas horas a 100°, y finalmente se obtiene una pasta oscura, viscosa, que se disuelve fácilmente en el agua.

EJEMPLO 4.-


Exactamente de la misma manera, según se ha descrito en el ejemplo 3, se puede emplear sulfato dietílico, cloruro bencílico, bromuro alílico, gliclorclorhidrina, glicerín- α -clorhidrina, etc., en cantidades molares para la formación del compuesto amónico cuaternario de la anhídrida laurílica del ácido dimetilaminoacético.

N O T A

Es objeto de esta patente de invención que se solicita "Procedimiento para la obtención de nuevos derivados amínicos de ácidos grasos", que se caracteriza y define por las reivindicaciones siguientes, que constituyen su novedad y sobre las cuales ha de recaer la propiedad y explotación exclusiva : -

160 1.- Procedimiento para la obtención de nuevos derivados amínicos de ácidos grasos, caracterizado porque se dejan reaccionar ácidos grasos halogenados con halógeno fácilmente sustituible o sus derivados sobre monoamina de elevado peso molecular no sustituidas o sustituidas de modo cualquiera, primarias o secundarias, de la fórmula $\text{HN} \begin{matrix} \text{R} \\ \text{R}' \end{matrix}$,



en la cual ha de representar: R hidrógeno, un grupo alquilo o aralquilo, y R' un radical de la fórmula (-alquilo de elevado peso molecular) que puede ser ligado en el N-átomo tanto con el radical alifático como con el aromático, dejando reaccionar estas amidas del ácido graso halogenado sobre amoníaco o aminas simples o mezcladas, (en caso dado combinado alifáticamente en el carbono por hidroxilo y, respectivamente o halógeno), sustituidas o no sustituidas, primarias, secundarias o terciarias, alifáticas, alifáticas-aralifáticas, alifáticas-hidroaromáticas, alifáticas-aromáticas, hidroaromáticas, aromáticas o cíclicas.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, en caso dado, las bases producidas se transforman en sales respectivamente las sales ácidas halogenadas en sales de otros ácidos.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las correspondientes bases primarias, secundarias o terciarias son tratadas ulteriormente, en caso dado una o varias veces con medios de alquilización o aralquilización sustituidos o no sustituidos, saturados o no saturados.

4.- Procedimiento para la obtención de nuevos derivados amínicos de ácidos grasos.

La presente memoria consta de siete hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, 29 Diciembre 1939. Año de la Victoria.

JAMME ISERN MRRALLES
P. P.