

165207



165207

165207

C E R T I F I C A D O  
D E  
A D I C I O N

a la patente No. 165.181 a favor de la razón social suiza:  
GESELLSCHAFT FUR CHEMISCHE INDUSTRIE IN BASEL (Sociedad  
para la Industria Química en Basilea), residente en Basilea  
(Suiza) por: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA PATENTE PRINCIPAL".

MEMORIA DESCRIPTIVA

En la patente principal No. 165.181 se indica que se  
obtienen nuevos derivados de amidas cuando se transforman  
amidas que presentan a lo menos dos átomos de carbono unidos  
y en a lo menos un átomo de nitrógeno de amida un átomo de  
5 hidrógeno, formaldehído y compuestos que contienen a lo menos  
un grupo hidroxílico alcohólico unido a una cadena de car-  
bono compuesta de a lo menos dos átomos de carbono así como  
a lo menos un grupo que condiciona o aumenta la solubilidad  
en el agua, o a lo menos un sustituto transformable en tal  
10 grupo, en caso dado en presencia de un medio que acelera la  
reacción, y transformando, en caso dado, en el mencionado  
grupo un sustituto transformable en un grupo que condiciona  
o aumenta la solubilidad en el agua.

Ahora bien, se ha encontrado que igualmente se pueden  
15 obtener productos de condensación valiosos cuando en el pro-  
cedimien\_to de la patente principal en lugar de las amidas



165207

y del formaldehído respectivamente de las correspondientes metilolamidas se emplean compuestos metílicos halogenados que contienen a lo menos una vez la agrupación atómica-X-CH<sub>2</sub>-halógeno (X = a un grupo - C<sup>O</sup> combinado con el átomo de nitrógeno a CH<sub>2</sub>-halógeno), y a lo menos dos átomos de carbono unidos.

Como compuestos metílicos halogenados de la agrupación atómica indicada -X-CH<sub>2</sub>-halogenada, pueden ser empleados los siguientes: amidas metílicas halogenadas, por ejemplo las amidas clorometílicas que derivan de las amidas indicadas en la patente principal, que son obtenibles de las amidas según métodos conocidos. Tales amidas de ácido halogenometilcarboxílicas pueden ser preparadas verbigracia con ayuda de formaldehído y de hidrógenos halogenados, además por reacción con éteres  $\alpha$ .  $\alpha'$ -dihalogendimetílicos, por ejemplo a 90-100°, con lo cual -caso de partir de amidas de ácido carboxílico- se producen derivados metílicos halogenados que derivan de las diaminas de metileno N.N'-diaciladas que se producen intermediariamente.

Como compuestos que contienen a lo menos un grupo hidroxílico unido a una cadena de carbono compuesta de a lo menos 2 átomos de carbono, así como a lo menos un grupo que condiciona o aumenta la solubilidad en el agua o a lo menos un sustituto transformable en tal grupo, pueden ser aplicados los compuestos indicados en la patente principal.

La transformación de los compuestos metílicos halogenados citados con los compuestos hidroxílicos de la clase referida, se verifica ventajosamente en presencia de disolventes que no reaccionan con los compuestos metílicos halogenados, verbigracia en presencia de vinagre glacial, acetona, o dioxan. Por calentamiento, por ejemplo a 70-100°, es aumentada la rapidez de la reacción.

165207



Un sustituto en caso dado presente en los productos del procedimiento, transformable en un grupo que condiciona o aumenta la solubilidad en el agua, puede ser transformado en tal grupo según los métodos indicados en la patente principal.

Los productos del procedimiento pueden ser empleados como materias auxiliares textiles. Son especialmente valiosos los productos solubles en el agua que contienen un resto alifático o cicloalifático con a lo menos 12 átomos de carbono; pueden servir por ejemplo como medios de lavado o de igualación, o de medios que abren cables de lana de celulosa. Los productos del procedimiento pueden ser empleados por si solos o juntamente con otros usuales en la aplicación de medios auxiliares textiles, verbigracia sales orgánicas.

En los ejemplos siguientes las partes han de entenderse por partes en peso siempre que no haya otras indicaciones al respecto.

Ejemplo 1.-

13,5 partes del producto de condensación de amida de ácido esteárico (obtenida de ácido esteárico técnico) y éter *a, a'*-diolordimetílico se disuelven a temperatura ordinaria en 20 partes en volumen de vinagre glacial. Se añade agitando la solución de 8 partes de ácido glicólico anhidro en 5 partes en volumen de vinagre glacial. Después de un calentamiento durante 3 horas a 80-90°, el vinagre glacial es separado por destilación en el vacío, se disuelve el remanente en alcohol absoluto, se neutraliza con solución de hidróxido sódico concentrada, expulsando el alcohol por destilación. Se obtiene un polvo debilmente amarillento que es soluble en el agua con escasa opalescencia bajo espumeo. Mediante ácidos, las soluciones se descomponen rapidamente al calor con pérdida de la propiedad del espumeo. El nuevo producto

165207



puede ser empleado como material auxiliar textil, por ejemplo para hacer impermeable al agua productos textiles resistentes al lavado.

5 El producto de condensación de amida de ácido esteárico y éster  $\alpha, \alpha'$ -diclorodimetílico, puede ser preparado como sigue:

Se calientan agitando en un baño de  $90-100^{\circ}$  256 partes de éster  $\alpha, \alpha'$ -diclorodimetílico y 150 partes de amida de ácido esteárico. Primeramente se produce una solución clara de la cual se separan poco a poco partículas insolubles, poniéndose espesa la mezcla de reacción. Cuando la masa de reacción se vuelve nuevamente líquida, se añaden otras 150 partes de amida de ácido esteárico. La mezcla de reacción que por lo pronto se pone espesa, al seguir agitando se vuelve líquida después de lo cual nuevamente se introducen 150 partes de amida de ácido esteárico. Después de una agitación sucesiva durante 2 - 3 horas en un baño de  $95-100^{\circ}$  habrá terminado la transformación lo que se conoce en que una prueba calentada durante corto tiempo con piridina es recogida por el agua en forma de una solución clara que espumea al ser agitada.

Ejemplo 2.-

5 partes de oxietansulfonato sódico se disuelven en 2 partes en volumen de agua. Después de ser mezcladas con 1,7 partes de ácido sulfúrico concentrado, la solución es concentrada por evaporación en el vacío a  $80-90^{\circ}$  para el secado. El remanente es finamente pulverizado, suspendido en 30 partes de volumen de acetona y añadido bajo agitación a fondo a una solución de 6,5 partes del producto de condensación de amida de ácido esteárico (obtenida de ácido esteárico técnico) y éster  $\alpha, \alpha'$ -diclorodimetílico (véase ejemplo 1) en 25 partes en volumen de acetona.

Después de una agitación durante 10 horas a temperatura

165207



ordinaria, y habiendo separado la acetona por destilación, seguido de disolución en alcohol, neutralización con solución de hidróxido sódico y concentración, se obtiene una masa sólida casi inodora que después de la extracción con acetona es soluble en agua bajo espumeo.

Ejemplo 3.-

A una solución de 5,4 partes de glucosa anhidra en 50 partes en volumen de vinagre glacial, se añaden bajo agitación a 70-75° 6,8 partes del producto de condensación de amida de ácido esteárico (obtenida de ácido esteárico técnico) y *d.d'*-éster diclorodimetílico (véase ejemplo 1). A los 30 minutos una prueba es soluble en agua. El vinagre glacial es separado por destilación en el vacío, el remanente neutralizado en solución de alcohol metílico con solución de hidróxido sódico, se calienta hasta ebullición y se refrigera. Después de la recogida por filtración y secado, se obtiene un residuo sólido que después de una recristalización repetida de alcohol metílico resulta soluble en el agua, prestandose como emulsionador.

Ejemplo 4.-

20 partes del producto de condensación descrito en el ejemplo 1, se disuelven en 1000 partes de agua de 60° y se mezclan bajo agitación con 20 partes en volumen de ácido fórmico. Con esta solución se impregna una pieza de tela de algodón, se retuerce, se seca a 50° y se calienta durante 15 minutos a 135°. Después de este tratamiento, el tejido posee un apresto impermeable al agua que no desaparece incluso después de un lavado con jabón. Merced a este tratamiento el tejido, además, adquiere un tacto blando excelente que resiste incluso al lavado con jabón.

Se puede conseguir aproximadamente el mismo efecto

165207



cuando se sustituye el ácido fórmico por ácido acético o cloruro amónico. Sin embargo, también se puede operar sin adición de ninguna clase siempre que se prolongue la duración del calentamiento.

5

Ejemplo 5.-

Para el lavado de lana sucia se puede proceder del modo siguiente: Con una proporción de líquido de lavaje de 1:30 y a 40-45°, el material es tratado durante 1/2 hora con un líquido de lavaje acuoso que contiene 1,5 gr por litro del producto obtenible según el ejemplo 2; después se separa por centrifugación, se lava y se seca. El material así tratado resulta perfectamente limpio.

10

N O T A

Hecha la descripción del presente certificado de adición que se solicita a la patente No. 165.181, se hace constar que esta solicitud se acoge a la prioridad de la solicitud de patente de adición Nr. 84.131, depositada en Suiza el 19 de Julio de 1943, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

15

20

1.- Procedimiento para la obtención de nuevos productos de condensación, caracterizado porque se transforman conjuntamente compuestos metílicos halogenados que contienen a lo menos una vez la agrupación atómica -X-CH<sub>2</sub>-halógeno (X = a un grupo  $\begin{matrix} \text{O} \\ \diagup \\ \text{C} \\ \diagdown \\ \text{N} \end{matrix}$  combinado con el átomo de nitrógeno en CH<sub>2</sub>-halógeno), y además a lo menos 2 átomos de carbono unidos, y compuestos que presentan a lo menos un grupo hidroxílico alcohólico unido a una cadena de carbono compuesta de a lo menos 2 átomos de carbono, así como a lo menos un grupo que condiciona o aumenta la solubilidad en el agua o a lo menos un sustituto transformable en tal grupo, y transformando, en caso dado, en el mencionado grupo un sustituto transformable en un grupo que condiciona o aumenta la solubilidad en agua.

25

30



165207

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la transformación es verificada en presencia de disolventes que no reaccionan con los compuestos metálicos halogenados.

5.- 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque como disolvente se emplea vinagre glacial.

10 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque como compuestos metálicos halogenados se emplean las amidas metálicas halogenadas que derivan de amidas de ácido carboxílico alifáticas con a lo menos 12 átomos de carbono.

15 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque como compuestos que presentan a lo menos un grupo hidroxílico alcohólico así como a lo menos un grupo que condiciona o aumenta la solubilidad en el agua, se emplean ácidos oxisulfónicos.

20 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque como compuestos que presentan a lo menos un grupo hidroxílico así como a lo menos un grupo que condiciona o aumenta la solubilidad en el agua, se emplean ácidos oximonocarboxílicos.

25 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque como compuestos que presentan a lo menos un grupo hidroxílico alcohólico así como a lo menos un grupo que condiciona o aumenta la solubilidad en el agua, se emplean mono- o polisacaridas solubles en el agua.

30 8.- Procedimiento para el lavado de materiales, caracterizado porque se tratan con productos anionactivos obtenibles según las reivindicaciones 1-7, que contienen un resto alifático o cicloalifático con a lo menos 12 átomos de carbono.

9.- Procedimiento para hacer impermeable al agua materiales de fibras, caracterizado porque se impregnan con so-

165207



luciones de los productos obtenibles según las reivindicaciones 1-7 que contienen un resto alifático con a lo menos 16 átomos de carbono, secando después y tratando posteriormente al calor en presencia de un ácido.

5 10.- Mejoras introducidas en la patente principal.

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

Madrid, a 18 de Marzo de 1944.

GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCHE INDUSTRIE IN BASEL  
(Sociedad para la Industria Química en Basilea )

P. a.

JAIME ISERN MIRALLES  
P. P.