



1950

194220 194220

MEMORIA DESCRIPTIVA

=====

PAIS : ESPAÑA

DURACION : 20 Años

OBJETO : "Procedimiento de fabricación de nuevos productos
emulsionantes, detergentes, mojadores, dispersivos,
suavizadores, bactericidas e insecticidas".

=====

A nombre de Madame VALLERNAUD, nacida Jeanne, Sophie BARNIER.

Residente en : 5, Avenue Maurice Faure - VALENCE (Drôme)

Francia.

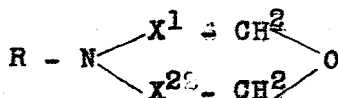
Nacionalidad : Francesa.



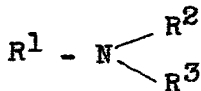
194220

Sabido es que es posible obtener esteres calentando amino-alcoholes que pierden una molécula de agua durante esa operación. Las patentes holandesas 25.980 y 27.399 describen procedimientos que permiten obtener dichos esteres o amino-alcoholes sustituidos.

Así pues, la solicitante ha comprobado que es posible obtener directamente oxacinas de la fórmula :



en la que R es un radical que pone pesado el átomo de ázoe mientras que X¹ y X² representan cada cual uno o dos grupos CH², partiendo de amino-alcoholes de la fórmula



en la que R¹ es un radical que encierra más de 12 átomos de carbono mientras que R² y R³ son cadenas de uno o más átomos de carbono y que contienen obligatoriamente por lo menos una función alcohol, si se elevan los citados amino-alcoholes a



temperaturas que sobrepasen aquella en que se produce la esterificación conocida de por sí.

Los amino-alcoholes de que se habla pierden entonces una primera molécula de agua durante la esterificación y una
5 segunda molécula de agua cuando se calienta a una temperatura elevada. Así pues se obtienen directamente oxacinas partiendo de los amino-alcoholes precitados.

Las cadenas de R^1 pueden contener heteroátomos cíclicos o alifáticos y pueden estar ligadas, bien sea directamente con el átomo de azoe, o con un sustituyente ya existente
10 y ello por mediación de uno o más heteroátomos, por ejemplo enlaces ester, éter o amida. Conviene utilizar cadenas alifáticas que encierren más de 12 átomos de carbono, con preferencia entre 12 y 23 átomos de carbono.

Según el invento, se utilizan con ventaja como bases
15 iniciales las di- y las trietanolaminas que, amidadas o esterificadas con ácidos tales como los ácidos lauríneo, esteárico, palmítico, oleico, abiético, etc., dan fácilmente los amino-alcoholes substituidos de cadena larga hidrocarbonada o esters
20 que, cuando se calientan a temperaturas superiores á 180° y que pueden ir hasta 280° , en presencia o en ausencia de catalizadores, bien sea a la presión atmosférica, bien sea a una presión inferior, o a una presión superior, dan fácilmente, por eliminación de una nueva molécula de agua, las oxacinas
25 deseadas.

Algunos de estos productos son bases débiles que se pueden salificar por medio de ácidos, con preferencia ácidos orgánicos de peso molecular poco elevado, tales como los ácidos fórmico y acético. Pueden ser peralcoilados, arilados o aral-
30 quilados y pueden ser sulfonados o fosfatados para mejorar



1950

algunas de sus propiedades.

194220

Ciertos productos obtenidos presentan propiedades emulsionantes, detergentes, mojadoras, dispersivas, suavizadoras, bactericidas e insecticidas muy pronunciadas.

5 Los siguientes ejemplos se dan solamente a título indicativo y no tienen ningún carácter limitativo en cuanto al alcance del invento:

EJEMPLO 1

10 Se calientan juntas 1 molécula de ácido oleico y 1 molécula de trietanolamina entre 180 y 200° C hasta eliminación de una molécula de agua. La base obtenida así es un ester de la trietanolamina.

15 Se calienta dicho ester entre 230 y 260° C hasta eliminación de una nueva molécula de agua, lo cual dura unas 3 horas. Se obtiene así una oxacina.

El producto salificado con ácido fórmico o acético es un excelente emulsionante.

20 Se sulfona una parte de este producto de condensación con tres partes de ácido sulfúrico a 66° Bé entre 0 y 10° C. Se precipita el sulfonato en hielo, se deanta y neutraliza con sosa cáustica a 20° Bé. Se obtiene así un producto de un gran valor detergente y dispersivo.

EJEMPLO 2

25 Se calienta 1/3 de molécula de aceite de ricino entre 180 y 200° C durante tres horas con una molécula de trietanolamina. Se obtiene el ester ricínico de la trietanolamina que es una base débil pudiendo ser salificada por medio de ácidos.

30 Se calienta dicho ester en presencia de 1 % de ácido sulfúrico a 66° Bé hasta eliminación de una nueva molécula de agua. Se obtiene una oxacina que, salificada con ácido acé-



194220

tico, tiene buenas propiedades mojadoras, dispersivas, igualadoras y suavizadoras.

Se adiciona a una parte de la base 10 % de tricloretileno. Se sulfona á 0° C con 3 partes de ácido sulfúrico á 66°
5 Bé. Se vierte el sulfonato sobre hielo, se decanta y neutraliza con sosa cáustica á 20° Bé. El producto así obtenido posee buenas cualidades mojadoras siendo a la vez enteramente estable respecto de los agentes de dureza del agua.

EJEMPLO 3

10 Se calientan juntas una molécula de ácido oleico y una molécula de dietanolamina entre 170 y 190° C hasta eliminación de una molécula de agua. El producto de condensación es una amida. Este producto, calentándolo entre 230 y 260° C en presencia de 1 % de ácido sulfúrico y a una presión de 50 mm de
15 mercurio, pierde todavía una molécula de agua dando una oxacina. Se adiciona al producto así obtenido 50 % de tricloretileno. Se sulfona una parte de la mezcla con dos partes de ácido sulfúrico á 46° Bé entre 0° C y 10° C. Cuando el producto es enteramente soluble en el agua, se vierte el producto sulfonado
20 sobre hielo, se decantan los ácidos residuales y se neutraliza el producto sulfonado con sosa á 20° Bé. Se evapora el tricloretileno en un vacío leve. El producto resultante tiene buenas propiedades emulsionantes, detergentes y dispersivas.

EJEMPLO 4

25 Se calientan juntas una molécula de ácido abiético y una molécula de trietanolamina entre 180 y 200° C en presencia de 2 % de ácido sulfúrico y a una presión de 50 mm de mercurio. Se desprende una molécula de agua y se obtiene el ester abiético de la trietanolamina. Este ester es una base débil que se puede
30 salificar con un ácido orgánico dando una sal fácilmente soluble.

194220



Se sigue calentando la base entre 230 y 260° C hasta eliminación de una nueva molécula de agua. El producto así obtenido, salificado al ácido fórmico, tiene buenas propiedades emulsionantes y de lavaje.

5

EJEMPLO 5

Se calienta una molécula de ester metílico del ácido laurínico con una molécula de trietanolamina entre 180 y 200° C durante 3 horas. Se obtiene el ester de la trietanolamina. Se calienta este producto entre 230 y 260° C en presencia de 10 1 % de ácido butilnaftaleno, hasta eliminación de una molécula de agua. La oxacina así preparada es una base débil que es peracoilada con una molécula de dimetilsulfato entre 70 y 80° C manteniendo el medio alcalino con una solución acuosa de carbonato de sodio. Después de introducción total del sulfato de 15 dimetilo, se agita todavía una hora entre 70 y 80° C. el Producto obtenido es un detergente y un emulsionante de alta calidad.

EJEMPLO 6

Se calienta una molécula de ácido eláidico con una molécula de trietanolamina entre 180 et 200° C hasta eliminación 20 de una molécula de agua. El producto así obtenido es un ester de la trietanolamina y una base débil que, salificada con un ácido orgánico de poco peso molecular, sulfonada o peralcoilada, da ya productos muy interesantes como suavizadores, emulsionantes etc... 25

Esta base calentada entre 230 y 260° C durante 3 horas, pierde una molécula de agua transformándose en oxacina que es una base débil. Los productos de salificación, sulfonación o de peralcoilación de esta nueva base tiene propiedades muy superiores a las obtenidas partiendo de la base inicial. 30

194220



5 Se neutraliza una molécula de esta base con ácido sulfúrico á 66° Bé. Se sulfona después con dos moléculas de ácido acetó-sulfúrico á 20° C durante una hora. Se precipita el producto en hielo, se sacan los ácidos residuales y se neutraliza con sosa cáustica á 20° Bé hasta obtener un pH = 10.

10 El producto así obtenido es enteramente soluble en un medio neutro o alcalino. Este precipita en un medio ligeramente ácido. Es un muy buen detergente, dispersivo y emulsionante, enteramente resistente respecto de los agentes de dureza del agua.

Este producto neutralizado después al ácido fórmico, hasta obtención de un pH, = 4, da nuevos productos que resisten en un medio ácido y ha conservado las mismas cualidades.

EJEMPLO 7

15 Se hacen reaccionar 32 partes de cloruro de ácido oleico sobre 15 partes de trietanolamina. La base así obtenida se calienta entre 230 y 260° C durante 2 horas. Se elimina una molécula de agua y se obtiene una oxacina.

20 Este producto, salificado con un ácido tal como el ácido fórmico o acético, da un muy buen agente emulsionante, tergente y dispersivo.

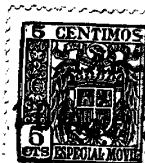
25 Es evidente que los ejemplos de aplicación del procedimiento descrito anteriormente se dan solamente a título indicativo y no limitativo y que se puede introducir cualquier modificación de detalle sin separarse por eso de la esfera del invento.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente son los siguientes :

30 1.- Procedimiento de fabricación de oxacinas de la

194220



1950

5.- Procedimiento según el punto 1, caracterizado por el hecho de que la eliminación de una molécula de agua en los amino-alcoholes substituidos se efectúa a una temperatura comprendida entre 180 y 280° C.

5 6.- Procedimiento según el punto anterior, caracterizado por el hecho de que se efectúa el calentamiento en presencia de un ácido mineral u orgánico.

10 7.- Procedimiento según cualquiera de los puntos 1-6, caracterizado por el hecho de que las oxacinas obtenidas pueden ser salificadas con ácidos, con preferencia ácidos orgánicos de un peso molecular poco elevado, por ejemplo los ácidos fórmico y acético.

15 8.- Procedimiento según cualquiera de los puntos 1-7, caracterizado por el hecho de que las oxacinas obtenidas, que pueden ser peralcoiladas, ariladas, aralquiladas, se sulfonan o fosfatan.

20 9.- "Procedimiento de fabricación de nuevos productos emulsionantes, detergentes, mojadores, dispersivos, suavizadores, bactericidas e insecticidas", todo tal y conforme se describe en la presente memoria descriptiva.

La presente memoria descriptiva consta de siete hojas numeradas y mecanografiadas en una sola cara.

Madrid, 10 de agosto de 1.950

P. A.