



223 284

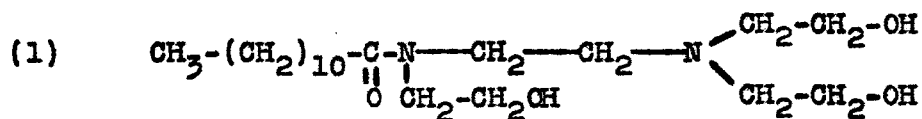
P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS ACILAMINO-
COMPUESTOS", a favor de CIBA Soci t  Anonyme, de nacionali-
dad suiza, domiciliada en BASILEA, (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invenci n se refiere a nuevos acilamino-
compuestos que, como por ejemplo el compuesto de f rmula



5. contienen a lo menos un radical monoacilalcoilendiamina, de-
rivado de un  cido monocarbox lico alif tico con a lo menos
8  tomos de carbono, y en los cuales cada radical alcoilen-
diamina contiene, a lo sumo un  tomo de hidr geno enlazado
con uno de sus  tomos de nitr geno, y dos a tres radicales
alif ticos enlazados con estos  tomos de nitr geno, entre



223 284

ellos a lo menos un grupo oxialcofílo de peso molecular inferior.

5. Se llega a estos nuevos acilaminocompuestos, si se substituye, en alcoilendiaminas di-primarias, a lo menos tres de los cuatro átomos de hidrógeno enlazados con el nitrógeno, o sea un átomo de hidrógeno por el radical acilo de un ácido carboxílico alifático que tiene a lo menos 8 átomos de carbono, y dos a tres átomos de hidrógeno por radicales alifáticos, entre ellos a lo menos un grupo oxialcofílo de peso molecular inferior.

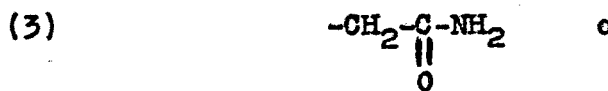
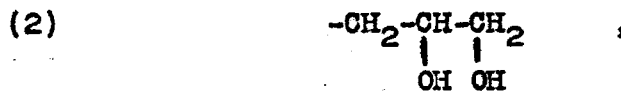
10. Como ácidos carboxílicos alifáticos que pueden ser utilizados para la preparación de acilaminocompuestos, se cita: ácido caprílico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido linólico. De preferencia se utiliza ácidos carboxílicos alifáticos con 12 hasta 18 átomos de carbono, por ejemplo con 12 a 14 átomos de carbono, como ácido láurico y ácido palmítico. También con ácido esteárico se logra en general resultados muy buenos. Con estos ácidos, o eventualmente sus derivados funcionales, por ejemplo los halogenuros, ésteres o anhídridos, se acila las alcoilendiaminas, a cuyo efecto la acilación puede tener lugar antes o después de haber substituído por otros radicales alifáticos, ulteriores átomos de hidrógeno de la alcoilendiamina enlazados con el nitrógeno. En las alcoilendiaminas se puede substituir, asimismo, primero uno o dos átomos de hidrógeno por radicales alifáticos, por ejemplo grupos oxialcofílo, llevar a cabo seguidamente la acilación con el ácido carboxílico de peso molecular superior, e introducir aún ulteriores radicales alifáticos en los productos así obtenidos.



Como alcoilendiaminas se puede utilizar por ejemplo propilendiamina, hexametilendiamina o, de preferencia, etilendiamina.

5. En los radicales alifáticos superiores que se introduce en la molécula de las alcoilendiaminas, tiene que encontrarse a lo menos un grupo oxialcoílo de peso molecular inferior, por ejemplo un grupo oxipropilo o, de preferencia, un grupo oxietilo. Tales grupos oxialcoílo pueden ser introducidos fácilmente con ayuda de oxialcoílohalogenuros u óxidos de alcoileno, rindiendo buenos servicios aquí, ante todo, el óxido de etileno.
- 10.

- Como radicales alifáticos superiores pueden ser introducidos por ejemplo grupos de amida o de ácido. También es posible la incorporación de grupos oxialcoílo distintos, por ejemplo, de grupos dioxialcoílo, como beta,gamma-dioxipropilo, además de grupos monooxialcoílo, como beta-oxietilo. Así se puede introducir como superiores radicales alifáticos, por ejemplo, además de uno a dos grupos monooxialcoílo de peso molecular inferior, grupos correspondientes a las fórmulas
- 15.
- 20.



En virtud de la introducción de radicales de peso molecular inferior de esta naturaleza, se llega, generalmente, a acilaminocompuestos que presentan un solo radical acilo derivado de un ácido carboxílico de peso molecular superior. Se obtie-



223 284

- ne acilaminocompuestos con dos radicales de esta naturaleza, si se substituye, en alcoilendiaminas di-primarias, un átomo de hidrógeno por un radical acilo de peso molecular superior que tiene la composición indicada, y a lo menos un átomo de hidrógeno por un grupo oxialcoilo de peso molecular inferior,
5. y si se enlaza entre sí dos moléculas de diamina, por cada uno de sus átomos de nitrógeno, mediante un eslabón de puente alifático, de preferencia por un puente monocipropilo. Para el enlace de ambas moléculas de diamina, son apropiados
10. por ejemplo compuestos alifáticos con dos átomos o grupos aptos para reaccionar, como glicerindiclorhidrina o epiclорhidrina.

- Una forma de realización particularmente conveniente del presente procedimiento es, por ejemplo aquella en la cual
15. se substituye, en N-monocil-N-oxialcoíl-alcoilendiaminas, cuyo radical acilo es el radical de un ácido monocarboxílico alifático que tiene a lo menos 8 átomos de carbono, y cuyos radical oxialcoíle y alcóileno son de peso molecular inferior, un átomo de hidrógeno enlazado con un átomo de nitrógeno,
20. por un radical alifático ulterior, a cuyo efecto se utiliza ventajosamente un compuesto alifático que presenta un átomo de halógeno apto para reaccionar, como por ejemplo glicerinmonoclorhidrina, cloroacetamida, o ácido cloroacético (ver fórmulas (2) a (4)).

25. Las transposiciones, necesarias con el presente procedimiento, pueden llevarse a cabo de modo conocido. Las acilaciones para la introducción de los radicales acilo de peso molecular superior pueden tener lugar, vg. con ayuda del ácido respectivo en disolventes orgánicos inertes, eventualmente bajo adición de catalizadores apropiados como áci-
- 30.



223 284

5. Los nuevos acilaminocompuestos y sus sales presentan propiedades marcadamente cationactivas, siendo por regla general, a lo menos como sales, bien solubles en agua, a cuyo efecto las soluciones desarrollan abundante espuma. Pueden ser utilizados como medios de lavar, humectantes, dispersantes o emulgentes. Por ejemplo pueden ser empleados para la preparación de productos para lavar el cabello, los cuales producen mucha espuma y tienen muy buena eficacia.

10. En los siguientes ejemplos, en tanto que no se observe otra cosa, las partes significan partes en peso, los porcentajes tantos por ciento en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

E J E M P L O 1.

15. 160 partes de ácido láurico, 85 partes de oxietil-
etilendiamina, 1.5 partes de ácido bórico y 300 partes de xilol son ligeramente calentadas bajo agitación, hasta que todo haya quedado disuelto; seguidamente se calienta a ebullición. Al cabo de aproximadamente 5 horas se han segregado alrededor de 16 partes de agua y el residuo de una prueba
20. evaporada es claramente soluble en ácido diluido. La solución de xilol entonces es concentrada al vacío, obteniéndose un residuo amarillo que se solidifica, después de algún tiempo, dando una masa de un color amarillo pálido. 28.6 partes de la lauroílamida de oxietilaminoetilo, 9 partes de
25. alfa-clorhidrina, y 100 partes de etanol son calentadas bajo reflujo durante 6 horas. Después del enfriamiento se amasa con 4 partes de hidróxido sódico pulverizado, se filtra por aspiración del cloruro sódico segregado, y se concentra. La pasta de coloración ocre puede ser amasada con agua hasta
30. una solución opalina que produce espuma fácilmente. Con áci-



3284

de diluido se forma una solución clara de buena producción de espuma.

EJEMPLO 2.

5. 28.6 partes de oxietilaminoetillauroilamida (para su preparación véase el ejemplo 1), 9.5 partes de cloroacetamida y 100 partes de etanol, son calentadas durante 5 horas bajo reflujo. Se amasa en frío con 4 partes de hidróxido sódico pulverizado, se filtra del cloruro sódico segregado y se concentra. La pasta parda clara es netamente soluble en 10. agua. Con ácidos diluidos forma soluciones claras, muy espumosas.

EJEMPLO 3.

15. 28.6 partes de oxietilaminoetillauroilamida, 9.5 partes de ácido cloroacético, y 38 partes de agua son calentadas bajo agitación a 80°. Al cabo de 5 horas, una prueba es claramente soluble con agua dando buena producción de espuma. A base del producto así obtenido, se puede preparar, por ejemplo un producto para lavar el cabello, de la siguiente 20. manera: Se mezcla 26 partes de la solución de clorhidrato anterior con 4 partes de ácido láctico al 90%, 4 partes de un producto de condensación hidrosoluble de dodecilmercaptan terciario con óxido de etileno (por ejemplo aquel cuyo punto de enturbiamiento en solución al 0.115% está situado a aproximadamente 69°), 2.5 partes de oxietilamida del ácido palmítico, 1 parte de metosulfato de p-(estearoilaminofenil)- 25. trimetilamonio y 13 partes de agua. El producto para lavar el cabello de esta composición presenta un efecto de lavado y producción de espuma muy bueno.

EJEMPLO 4.

30. En 90 partes de etilendiamina se introduce, a una



223 284

5. temperatura reaccional de 65-100°, óxido de etileno a través de una frita de vidrio, hasta que el aumento de peso equivale a 200 partes. El líquido incoloro es fraccionado y se obtiene, en un rendimiento de aproximadamente 75%, la trioxi-etiletildiamina como líquido incoloro (punto de ebullición 183 a 192°/0.15 mm). 200 partes de ácido láurico y 198 partes de trioxietiletildiamina son calentadas, a un vacío de 50 a 60 mm de columna de mercurio y en corriente de nitrógeno, primero durante una hora a 110°, seguidamente durante 7 horas a 140°. El agua que se forma durante la reacción es destilada continuamente. Se obtiene un aceite pardo, claro, que con agua da soluciones opalinas de buena producción de espuma. Con ácidos diluídos forma soluciones claras, que producen mucha espuma.

15. E J E M P L O 5.

20. 284 partes de ácido esteárico, 106 partes de oxietil-etilendiamina, 1.5 partes de ácido bórico, y 400 partes de xilol, son calentadas bajo agitación, hasta que todo haya quedado disuelto; seguidamente se calienta a ebullición. Al cabo de aproximadamente 5 horas se han segregado 18 a 19 partes de agua y el residuo de una prueba evaporada es casi claramente soluble en ácido diluído. Entonces, la solución de xilol es concentrada al vacío, obteniéndose oxietilamino-etilestearoilamida como residuo amarillo que, después de algún tiempo, se solidifica en una masa dura, clara.

25. Oxietilaminoetil-estearoilamida es, como se ha descrito en el ejemplo 2, transpuesta con cloroacetamida, siendo puesta en libertad la base por adición de hidróxido sódico. Con agua y con ácidos diluídos, la base forma soluciones turbias que producen espuma.
- 30.

223 284



En lugar del estearoilcompuesto, se puede transponer del modo indicado, asimismo, mezclas de los correspondientes lauroil- y estearoil-compuestos.

E J E M P L O 6.

5. Se transpone de la misma manera descrita en el ejemplo 1, oxietilamino-etilestearoilamida, con alfa-clorhidrina, y la base es finalmente puesta en libertad. En vez de alfa-clorhidrina se puede utilizar, asimismo etilenclorhidrina. Tales productos de reacción son pastas sólidas claras que dan, con ácidos, soluciones turbias que producen espuma.
- 10.

E J E M P L O 7.

- 74 partes de oxietilaminoetilestearoilamida, 19 partes de ácido monocloroacético y 93 partes de agua son calentadas a 70-80° bajo agitación. Al cabo de aproximadamente 4 horas una prueba es claramente hidrosoluble con buena producción de espuma.
- 15.

- La solución así obtenida puede ser utilizada para la preparación de un producto para lavar el cabello, por ejemplo del modo siguiente: Se mezcla 28 partes de la solución del clorhidrato anterior con 4 partes de un producto de condensación hidrosoluble de dodecilmercaptan terciario con óxido de etileno (por ejemplo aquel cuyo punto de enturbiamiento en solución al 0.115% está situado alrededor de 69°), 1 parte de oxietilamida del ácido palmítico, 1 parte de metosulfato p-(estearoilamino)-fenil-trimetil-amónico y 16 partes de agua. El producto para lavar el cabello, de esta composición, tiene un efecto de lavado y de producción de espuma muy buenos.
- 20.
- 25.

E J E M P L O 8.

30. 61.2 partes de amida del ácido oxietilaminoetil-pal-

223 284



mítico son amasadas a 60-70° con 9.2 partes de epiclорhidrina durante 12 horas. Con ello, dos moléculas de la amida del ácido oxietilaminoetil-palmitico son enlazadas entre sí por la epiclорhidrina, por un puente de oxipropilo. La pasta

5. parda oscura obtenida da, con agua, soluciones ligeramente opalinas que producen mucha espuma. Si se acidifica con un poco de ácido, entences se obtiene soluciones claras que producen mucha espuma.

De la misma manera se puede transponer 70.8 partes

10. de oxietilaminoetil-estearoilamida con 9.2 partes de epiclорhidrina. Al efecto se adiciona ventajosamente un poco de alcohol a la mezcla reaccional. Se obtiene una cera dura, amarilla. Con ácidos forma, en dilución, soluciones ligeramente opalinas que producen mucha espuma.

15. La invención, en su esencialidad, puede ser desarrollada en otras variantes que difieran en detalle de las indicadas y a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, ser practicada con los materiales y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido en

20. el espíritu de las reivindicaciones.

= o =

N O T A

Descrito el invento, comprende las siguientes reivindicaciones:

1. Procedimiento para la preparación de nuevos acilaminocompuestos, que contienen a lo menos un radical de

25. una monoacil-alcoilendiamina, c a r a c t e r i z a d o

223 284



porque se substituye, en alcoilendiaminas di-primarias, a lo menos tres de los cuatro átomos de hidrógeno enlazados con el nitrógeno, o sea un átomo de hidrógeno por el radical acilo de un ácido carboxílico alifático que tiene a lo menos

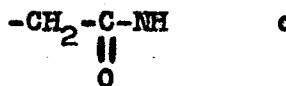
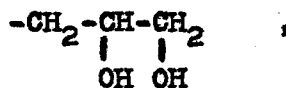
5. 8 átomos de carbono, y dos a tres átomos de hidrógeno por radicales alifáticos, entre ellos a lo menos un grupo oxialcoholo de peso molecular inferior, y porque se transforma, eventualmente, los acilaminocompuestos así obtenidos, en sales, incluyendo sales de amonio cuaternarias.

10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se introduce el radical acilo de un ácido carboxílico alifático que tiene 12 a 18 átomos de carbono.

15. 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la alcoilendiamina es etilendiamina.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se introduce grupos oxietilo.

20. 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se introduce, además de grupos monooxialcoholo de peso molecular inferior, como radicales alifáticos superiores, radicales correspondientes a las fórmulas



25. 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se substituye, en alcoilendiaminas di-primarias, un átomo de hidrógeno por un radical acilo



223 284

de la composición indicada, y a lo menos un átomo de hidrógeno por un grupo oxialceño de peso molecular inferior, enlazando entre sí dos moléculas de diamina, en cada uno de sus átomos de nitrógeno, por un eslabón de puente alifático, de preferencia un puente monocexipropilo.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque se substituye, en N-monoacil-N-oxialceño-alcoilendiaminas, cuyo radical acilo es el radical de un ácido monocarboxílico alifático que tiene a lo menos 8 átomos de carbono y cuyos radicales oxialceño y alcoileno son de peso molecular inferior, un átomo de hidrógeno enlazado con un átomo de nitrógeno por un radical alifático.

10. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque se transpone N-monoacil-N-oxialceño-alcoilendiaminas de la composición indicada, con compuestos alifáticos que presentan un átomo de halógeno apto para reaccionar.

20. Procedimiento para la preparación de nuevos acilaminocompuestos.

25. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de doce hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Barcelona, para Madrid, 19 Julio 1955

CIBA SOCIETE ANONYME

P. a.
JAIME IBERN
P. P.

tr:jpt
O.mp