



223436

223436

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE NUEVAS SALES DE AMONIO CUATERNARIAS", a favor de CIBA Soci t  Anonyme, de nacionalidad suiza, domiciliada en BASILEA, (Suiza).

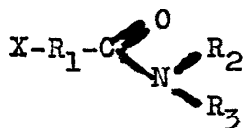
. = .

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invenci n se refiere a un procedimiento para la preparaci n de nuevas sales de amonio cuaternarias.

Se ha encontrado que se llega a valiosas nuevas sales de amonio cuaternarias, si se cuaterniza aminas terciarias que  
5. contienen a lo menos un radical hidrocarburo no arom tico con m s de 7  tomos de carbono, con compuestos de f rmula

(1)





223436

10

en la cual significan

$R_1$  un radical alcoileno, eventualmente interrumpido por heteroátomos, con menos de 8 átomos de carbono,

$R_2$  y  $R_3$  hidrógeno, un radical alcoílo o radical alcoílo substituído, y

5.

X un substituyente apto para la formación del anión de un amoniocompuesto cuaternario.

- En las aminas terciarias a utilizar aquí como materias de partida, el radical hidrocarburo no aromático con más de 7 átomos de carbono, puede estar enlazado directamente al átomo de nitrógeno terciario. Tales compuestos, pueden concebirse por esta razón, siempre y cuando el radical hidrocarburo sea un radical alcoílo, como derivados de alcoilaminas de peso molecular más elevado, por ejemplo de octilamina, octadecilamina, oleilamina, o particularmente de dodecilamina. No obstante, se utiliza, de preferencia tales compuestos en los cuales a lo menos un radical hidrocarburo, que presenta más de 7 átomos de carbono, está enlazado por uno o varios heteroátomos con el átomo de nitrógeno terciario. Como heteroátomos entran en consideración, particularmente, átomos de oxígeno o de nitrógeno que pueden ser eslabones de grupos funcionales o de anillos heterocíclicos. Como grupos funcionales entran en cuenta, además de grupos éter, particularmente grupos acilo, como grupos de éster y de amida. En el caso de la presencia de un grupo éster, las aminas terciarias a utilizar como materias de partida pueden derivarse de ácidos carboxílicos no aromáticos, como por ejemplo ácido caprínico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico, o ácido linólico, y de una alcanolamina que presenta a lo menos un gru-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

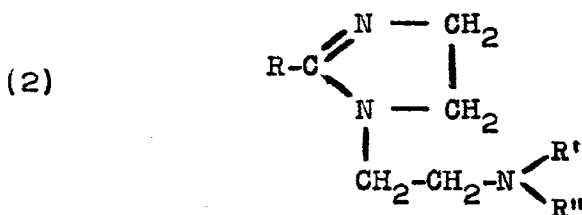
223436 10



- po amino, como por ejemplo la dimetiletanolamina, dipropil-  
 etanolamina o trietanolamina. En el caso de la presencia de  
 un grupo amido, los compuestos pueden presentar derivados de  
 los mismos ácidos carboxílicos antes mencionados y de una
5. di- o poliamina, como por ejemplo etilendiamina, propilen-  
 diamina, hexametilendiamina, dietilentriamina, trietilente-  
 tramina o tetraetilenpentamina, o, además, de productos de  
 oxialcoilación de tales di- o poliaminas, como dioxietileti-  
 lendiamina o trioxietiletilendiamina. Si a lo menos un radical
10. hidrocarburo no aromático, con más de 7 átomos de carbono,  
 está enlazado por un radical heterocíclico con el átomo de  
 nitrógeno cuaternario, entonces se elige como radical hete-  
 rocíclico, de preferencia, un anillo de imidazolina. Tales  
 derivados de la imidazolina con un radical hidrocarburo de
15. peso molecular más elevado, y con una cadena lateral que  
 contiene nitrógeno, están descritos en la solicitud de pa-  
 tente suiza nº 98 840 del 17 de Noviembre de 1953 (Case 3199).

Así se cuaterniza con ventaja, de la misma manera  
 indicada al principio, por ejemplo aminas terciarias de fór-  
 mula

20.



en la cual significan

R un radical hidrocarburo alifático con a lo menos 7  
 átomos de carbono, y

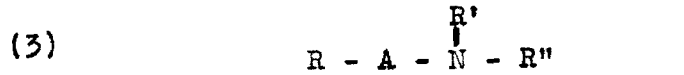
R' y R'' radicales alcoílo, como grupos etilo o metilo, o

25. radicales oxialcoílo, como grupos oxietilo u oxipropilo.

223436 10

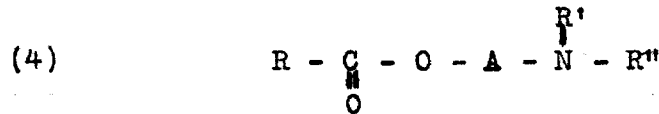


Ulteriores materias de partida que con el presente procedimiento suministran resultados valiosos, son las que responden a la fórmula

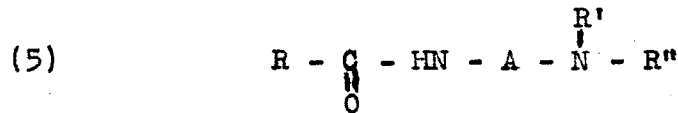


en la cual significan

5. R un radical derivado de un ácido carboxílico alifático, con a lo menos 8 átomos de carbono, enlazado a A en el grupo -CO- por un heteroátomo,  
 A un radical alcoileno de bajo peso molecular, y  
 R' y R'' grupos alcoílo de bajo peso molecular, por ejemplo grupos etilo o metilo. Como compuestos de esta composición han de mencionarse por ejemplo los ésteres carboxílicos de fórmula
- 10.

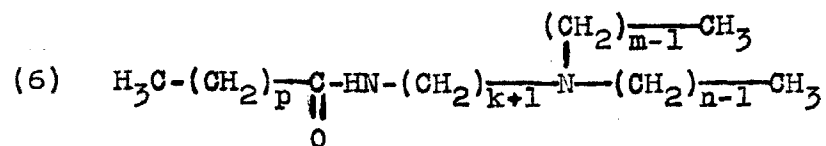


y particularmente carboxilamidas de fórmula



En las fórmulas (4) y (5) significan

15. R un radical hidrocarburo alifático con a lo menos 7 átomos de carbono,  
 A un radical alcoileno de bajo peso molecular, y  
 R' y R'' grupos alcoílo de bajo peso molecular.  
 Por consiguiente entran en consideración, ante todo, aminas terciarias de fórmula
- 20.





223436

en la cual significan

k, m y n números enteros que valen a lo sumo 2, y  
p un número entero por valor de a lo menos 10 y todo  
lo más 16.

5. Con respecto a la elección de las materias de partida para la constitución de los compuestos de las fórmulas (2) hasta (6), particularmente de los compuestos que dan el radical R, se remite a los datos que se encuentran anteriormente.

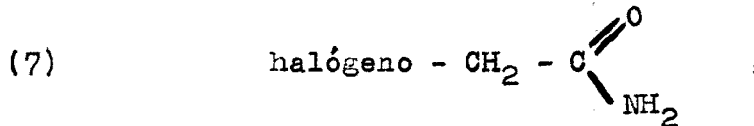
- En general, las materias de partida del presente
10. procedimiento son preparadas, ventajosamente acilando las alcanolaminas o las di- o poliaminas mencionadas anteriormente, con los ácidos carboxílicos, igualmente mencionados anteriormente, o con sus derivados funcionales, como cloruros de ácidos, ésteres, o anhídridos, y formando, siempre
15. que no esté presente todavía ningún grupo amino terciario en los materiales de partida, un grupo amino terciario de esta naturaleza por alcoilación u oxialcoilación, particularmente por oxietilación con ayuda de óxido de etileno. Si se necesita como producto intermedio un derivado de imidazolina,
20. entonces éste puede ser preparado según las indicaciones que figuran en la solicitud de patente suiza N° 98 840 (Case 3199).

- Como compuestos correspondientes a la fórmula (1) que son utilizados con el presente procedimiento para la cuaternización de las aminas terciarias, se utiliza, ventajosamente,
25. aquellos que presentan como substituyente x, apto para la formación de la amina del compuesto cuaternario, un átomo de halógeno, por ejemplo un átomo de bromo, o particularmente un átomo de cloro. R<sub>1</sub> puede ser un radical alcoileno de bajo peso molecular, por ejemplo un grupo etileno o metileno,
30. y el átomo de nitrógeno puede estar ulteriormente substituí-

223436 10



do por uno o dos grupos alcoilo de bajo peso molecular, o de preferencia, no ulteriormente substituído. De acuerdo con ello, para la cuaternización entra en cuenta, en primera línea un compuesto de fórmula



5. como bromacetamida, ante todo cloracetamida.

Como sea que para la preparación de los productos según la invención se utiliza, de preferencia halogenocarboxilamidas, las sales de amonio cuaternarias por regla general contienen, como anión, un halogenión, particularmente un clorión. Estos halogeniones pueden ser substituídos, desde luego, por los iones de otros ácidos inorgánicos u orgánicos.

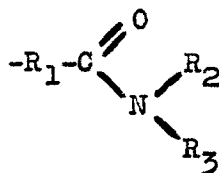
10.

Por lo demás, la cuaternización de las aminas terciarias puede llevarse a cabo según los métodos usuales, en sí conocidos, por ejemplo por calentamiento a temperaturas de hasta aproximadamente 100°C de las aminas terciarias con los compuestos que responden a la fórmula (1), con o, convenientemente, sin adiciones, y ventajosamente bajo exclusión de oxígeno, por ejemplo en una atmósfera de nitrógeno.

15.

Los nuevos compuestos obtenibles según el presente procedimiento son sales de amonio cuaternarias que, además de a lo menos un radical hidrocarburo no aromático con más de 7 átomos de carbono, contienen enlazado con el átomo de nitrógeno cuaternario, a lo menos un radical de fórmula

20.



223436

10



en la cual significan

$R_1$  un radical alcoileno, eventualmente interrumpido por heteroátomos, con menos de 8 átomos de carbono, y  $R_2$  y  $R_3$  hidrógeno, un radical alcoílo o alcoílo sustituido.

5. Los nuevos amoniocompuestos cuaternarios presentan marcadas propiedades cationactivas y, por regla general, son bien solubles en agua, a cuyo efecto las soluciones forman abundante espuma. Pueden ser empleados como medios para lavar, medios humectantes, dispersantes o emulgentes. Por ejemplo, pueden ser empleados para la preparación de productos para el lavado del cabello, los cuales forman mucha espuma y son eficaces, o para otras preparaciones cosméticas. Por regla general se muestran como muy resistentes contra los oxidantes, especialmente contra el peróxido de hidrógeno.
10. En los siguientes ejemplos, en tanto que no se observe otra cosa, las partes significan partes en peso, y los porcentajes tantos por ciento en peso; las temperaturas están indicadas en grados Celsius.
15. EJEMPLO 1.

20. 28.3 partes de N,N-dimetiletanolamina, esterificada con ácido palmítico, y 10.3 partes de cloracetamida, son calentadas en un baño maría hirviente, en corriente de nitrógeno, bajo agitación, hasta que el producto reaccional es claramente soluble en agua, lo cual sucede después de un breve tiempo. La sal de amonio cuaternaria así obtenida, en solución acuosa produce una intensa espuma.
25. EJEMPLO 2.

30. 200 partes de ácido palmítico destilado, 103 partes de dietilentriamina, 0.2 parte de ácido bórico y 150 partes de xileno, son calentadas en el refrigerante de reflujo has-

223436



ta terminar la disociación de agua. Al efecto se hace circular el xileno que va saliendo del refrigerante de reflujo, antes de realimentarlo al recipiente reaccional, a través de un separador de agua, en el cual el agua puede ser separada de un modo continuo. Al cabo de aproximadamente 8 horas ha quedado terminada la transposición y se destila el disolvente a presión disminuída.

5. 148 partes de la imidazolina obtenida de este modo, son calentadas a  $120^{\circ}$ , después de lo cual se introduce 44 partes de óxido de etileno como corriente gaseosa finamente dispersada, a  $120-125^{\circ}$ .

10. 36.7 partes de este producto de oxietilación y 9.4 partes de cloracetamida, son calentadas en un baño maría en ebullición en corriente de nitrógeno y bajo agitación, hasta que el producto reaccional es claramente soluble en agua, lo cual tiene lugar después de un breve tiempo.

E J E M P L O 3.

15. 93 partes de la imidazolina mencionada en el ejemplo 2, a base de ácido palmítico destilado y dietilentriamina, son calentadas a  $120^{\circ}$ , después de lo cual se introduce 43 partes de óxido de propileno como corriente gaseosa finamente dispersada, a  $120-130^{\circ}$ .

20. 18.7 partes de este producto de oxietilación y 4.7 partes de cloracetamida son calentadas en un baño maría en ebullición, en corriente de nitrógeno y bajo agitación, hasta que el producto reaccional es claramente soluble en agua, lo cual sucede después de breve tiempo.

E J E M P L O 4.

25. 5.6 partes de N,N-dimetilpropilendiamina acilada con ácido palmítico, y 1.9 partes de cloracetamida, son calenta-

30.



223436

das en un baño maría, en corriente de nitrógeno, presentándose al cabo de un breve tiempo la formación de la sal de amonio cuaternaria. Esta última es claramente soluble en agua.

E J E M P L O 5.

5. 4 partes de N,N-dietilpropilendiamina, acilada con ácido esteárico técnico, y 0.94 parte de cloracetamida, son calentadas durante 6 horas en un baño maría en ebullición, en corriente de nitrógeno y bajo agitación. La sal de amonio cuaternaria es soluble en agua.

10. E J E M P L O 6.

- Se mezcla 21.6 partes de una sal de amonio cuaternaria de las que se han descrito en los ejemplos 1 a 5, con 7 partes de ácido láctico al 90% aproximadamente, 7.85 partes de un producto de condensación soluble en agua de dodecilmercaptan terciario con óxido de etileno ( por ejemplo de aquel cuyo punto de enturbiamiento en solución al 0.115% está situado a aproximadamente 69°), 4.9 partes de N-oxietilpalmitinamida, 2 partes de metosulfato de p-(estearoilamino)-fenil-trimetilamónico, y 56 partes de agua. El producto así obtenido, es un medio para el lavado del cabello de muy buena eficacia, el cual es apto para formar abundante espuma, presentando una muy buena acción de limpieza.

20. La invención, en su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización, que difieran en detalle de las indicadas a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, llevarse a la práctica con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindicaciones.



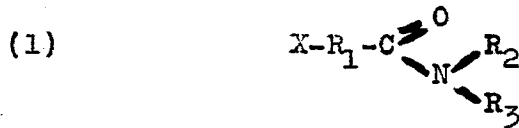
10

N O T A

223436

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas las siguientes reivindicaciones:

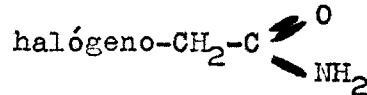
1. Procedimiento para la preparación de nuevas sales de amonio cuaternarias, caracterizado porque se cuaterniza aminas terciarias que contienen a lo menos un radical hidrocarburo no aromático, con más de 7 átomos de carbono, con compuestos correspondientes a la fórmula



en la cual significan

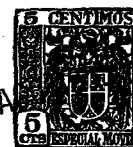
- R<sub>1</sub> un radical alcoileno con menos de 8 átomos de carbono, eventualmente interrumpido por heteroátomos,
- R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> hidrógeno, un radical alcoilo o alcoilo sustituido, y un sustituyente apto para la formación del anión de un compuesto de amonio cuaternario.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se cuaterniza las aminas terciarias con compuestos de fórmula

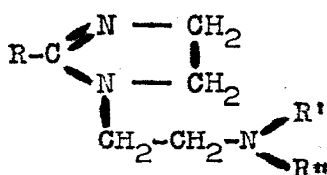


de preferencia, con cloracetamida.

3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se cuaterniza aminas terciarias de fórmula



223436



en la cual significan

R un radical hidrocarburo alifático con a lo menos 7 átomos de carbono, y

R' y R'' radicales alcoílo u oxialcoílo.

5. 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se cuaterniza aminas terciarias que responden a la fórmula



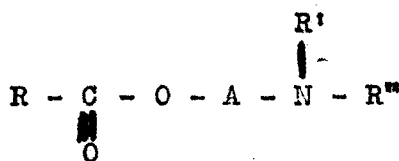
en la cual significan

10. R un radical derivado de un ácido carboxílico alifático con a lo menos 8 átomos de carbono, enlazado a A en el grupo -CO- por un heteroátomo,

A un radical alcoileno de bajo peso molecular, y

R' y R'' grupos alcoílo de bajo peso molecular.

15. 5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque se cuaterniza aminas terciarias correspondientes a la fórmula



en la cual significan

R un radical hidrocarburo alifático con a lo menos 7 átomos de carbono,

20. A un radical alcoileno de bajo peso molecular, y

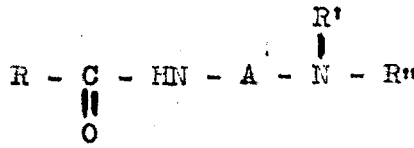
R' y R'' radicales alcoílo de bajo peso molecular.

6. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque se cuaterniza aminas terciarias de fórmula



10 AG

22343



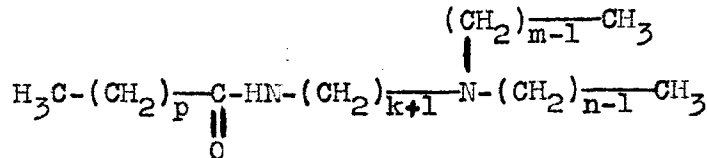
en la cual significan

R un radical hidrocarburo alifático con a lo menos 7 átomos de carbono,

A un radical alcoileno de bajo peso molecular, y

5. R' y R'' radicales alcoflo de bajo peso molecular.

7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque se cuaterniza aminas terciarias de fórmula



en la cual significan

k, m y n números enteros que valen a lo sumo 2, y

10. p un número entero por valor de a lo menos 10 y todo lo más 16.

8. Procedimiento para la preparación de nuevas sales de amonio cuaternarias.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de doce hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, de Barcelona, a 10 de Agosto de 1955.

CIBA Sociéte Anonyme

p.a.

JAIME ISERN MIRALLES

P. P.

tr:jpt  
M/D/P