

CASE 5-2482⁺



346476

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE AMINAS CERREAS",
a favor de la firma suiza J.R. GEIGY, A.G., domiciliada
en BASEL (Suiza).

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimien
to para la preparación de nuevas aminas céreas, agentes
para el acabado de superficies, que contiene como com-
ponentes los nuevos compuestos procedimientos para
5. la preparación de tales agentes, así como las nuevas
aminas.

Bajo el concepto "agentes para el acabado de su-
perficie" son de comprender en la presente descripción
los agentes que pueden hallar agrupación para proteger
10. y para acabar superficies de todas clases, como por

POOR
QUALITY

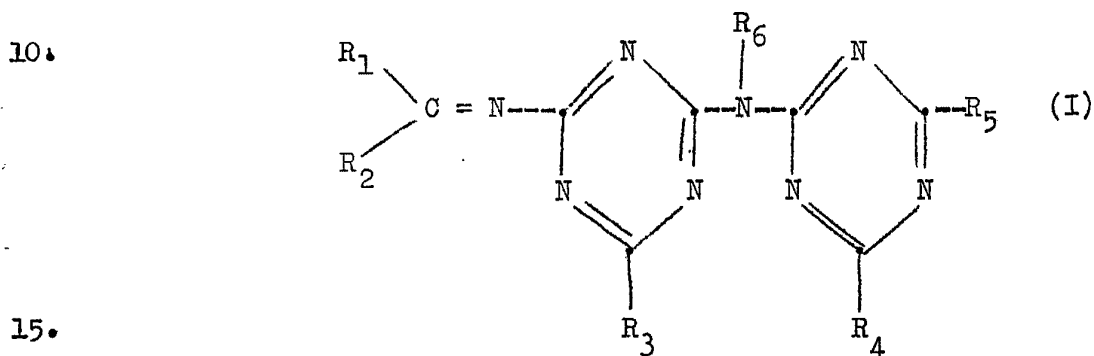


346476

ejemplo para el tratamiento de superficies de materiales inorgánicos, por ejemplo de piedra, gres, metal, etc., y de materiales orgánicos, por ejemplo, de madera, cuero, materias sintéticas textiles y papel.

5.

Se ha hallado, que las aminas monobásicas de la fórmula general I



en la que

20.

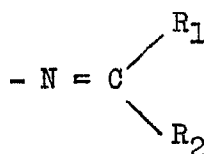
R_1 , R_2 , R_3 y R_4 significan, independientemente entre sí, un grupo amino sustituido por uno o dos radicales alifáticos o un heterociclo de nitrógeno de 3 a 7 miembros saturado, sustituido o insustituido, enlazado sobre un átomo de nitrógeno del anillo, que puede mostrar otros heteroátomos,

25.



346476

R₅ significa el grupo



5. en la que R₁ y R₂ tienen las significaciones arriba citadas o un grupo amino sustituido mediante uno o dos radicales alifáticos o un heterociclo de nitrógeno saturado, insustituido o sustituido, de 3 a 7 miembros, enlazado sobre un átomo de nitrógeno del anillo, que puede mostrar otros heteroátomos, y
10. R₆ significa hidrógeno o un radical alquílico con 1-4 átomos de carbono,
15. poseen propiedades ceras y por ello son apropiados como componentes de agentes para el acabado de superficies.
20. Como sustituyentes alifáticos de un grupo amino R₁, R₂, R₃, R₄ y R₅ pueden entrar en consideración radicales alifáticos de cadena abierta sustituidos, heterocíclicos, o cíclicos, de cadena abierta. En los sustituyentes alifáticos de cadena abierta del grupo amino, se trata de radicales alquílicos y alquénlicos de cadena rectilínea o ramificada con 1 a 22 átomos de
25. carbono. El sustituyente alifático de cadena abierta



346476

- de un grupo amino primario es de preferencia uno con 6 a 22 y en especial con 10 a 22 átomos de carbono, mientras que en los dos radicales de cadena abierta de un grupo amino secundario, uno es de preferencia
5. de un radical alquílico alquénílico con 1 a 6 átomos de carbono y el otro uno de tales con 6 a 22 átomos de carbono. Estos radicales alquílicos o alquénílicos pueden ser insustituídos o estar sustituidos una o varias veces por grupo hidroxílicos o átomos de halógeno, Como heterociclos de nitrógeno saturados, sobre un átomo de nitrógeno del anillo pueden entrar en consideración sistemas de anillo de preferencia de 5 a 7 miembros, que pueden contener como miembros de anillo además de nitrógeno todavía otros heteroátomos, como oxígeno y azufre, por ejemplo, pirrolidina, piperidina, piperacina, 1-alquíl-piperacina, morfolina, tiomorfolina, así como hexahidro-acepina y hexahidrodiacepinas. Estos heterociclos pueden ser insustituídos o estar sustituidos una o varias veces por ejemplo mediante radicales alquílicos y halógeno alquílicos.
- 10.
- 15.
- 20.

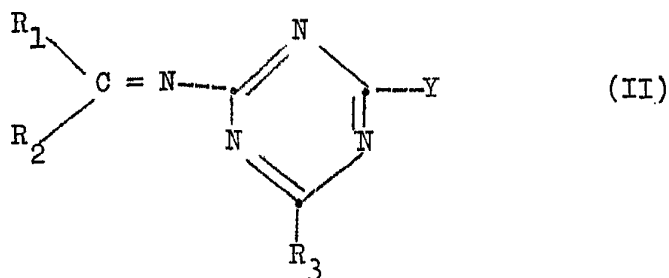
- Las nuevas aminas de la fórmula general I se obtienen según la invención al hacer reaccionar en presencia de un agente ligador de ácido y en caso deseado de un disolvente o diluyente y de un gas inerte a tempe-
- 25.



346476

raturas entre 100 y 300^o C, una triacina de la fórmula general II

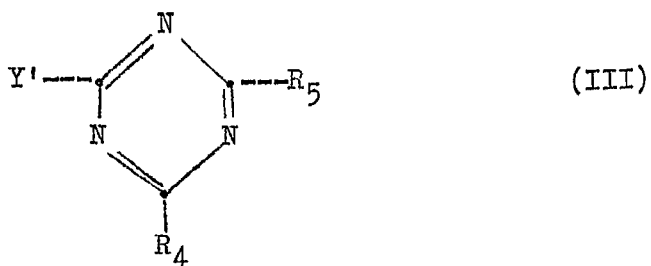
5.



10.

con una triazina de la fórmula general III

15.



20.

en donde los símbolos R₁ a R₅ tienen la significaciones indicadas anteriormente y uno de los dos símbolos Y e

Y' significa un átomo de halógeno hasta el número atómico 35 y el otro el grupo amino o de preferen-

25.

cia al radical de una amina alifática de cadena abier-



346476

ta, primaria o secundaria.

Para el procedimiento según la invención son apropiados como materias de partida de la fórmula general II o bien III, en especial cloro-s-triacinas;

5. entre las amino-s-triacinas de la fórmula II o bien III son ventajosas aquellas en las que Y o bien Y' representa el radical de una amina primaria. Las s-triacinas sustituidas por grupos dialquilamino, que pueden entrar en consideración como materias de partida para la reacción, suelen mostrar por lo menos un radical alquílico con 1 a 3 átomos de carbono. La condensación de los derivados de s-triacinas de las fórmulas II y III se verifica al utilizar aminotriacinas y alquilaminotriacinas como una de las materias de
10. partida bajo desdoblamiento de hidrácido, al utilizar dialquilaminotriacinas bajo desdoblamiento de un cloroalcano. Es ventajoso realizar la reacción bajo exclusión de aire en una atmósfera de gas inerte, por ejemplo bajo nitrógeno.
15. 20. Como disolventes e diluentes pueden entrar en consideración, en especial disolventes orgánicos de alto punto de ebullición, cuyo punto de ebullición se halla por encima de 100°C, por ejemplo hidrocarburos alifáticos y aromáticos, como fracciones de petróleo
25. de alto punto de ebullición, tolueno, xilenos; hidro-



346476

carburos halogenados, como clorobenceno; éteres de alto punto de ebullición, amidas de ácido N-alquiladas, sulfóxidos, etc.

- Los agentes ligadores de ácido en el sentido del procedimiento son no solo bases inorgánicas, como carbonatos o hidróxidos de metales alcalinos y alcalino-térreos, sino también bases orgánicas, como aminas terciarias, por ejemplo piridina y colidina. En muchos casos es preferible utilizar como disolvente o diluyente una amina terciaria, como por ejemplo piridina, que junto a la función de un disolvente también ejerce la de un agente ligador de ácido.
- 5.
- 10.

- Las nuevas aminas de la fórmula general I, poseen puntos de fusión característicos y tiene propiedades ceras; por ello pueden utilizarse en lugar de ceras naturales y sintéticas usuales en el mercado o junto con estas para el tratamiento y mejora de superficies de todas clases. Poseen las propiedades características de las ceras naturales, como solubilidad en disolventes grasos, miscibilidad con ceras naturales y sintéticas y se dejan elaborar bajo adición de emulsores apropiados en agua para formar emulsiones finamente dispersas. Los nuevos compuestos dan capas que son resistentes frente a los productos químicos, en especial buena resistencia a los álcalis. En su
- 15.
- 20.
- 25.



346476

sobresaliente aptitud como ceras son similares a los ésteros de ácido montánico. Las nuevas triacínilaminas son apropiadas además para ablandar textiles de todas clases.

5. Los agentes para el acabado de superficies según la invención se obtienen al mezclar una amina de la fórmula general I o varias materias de esta fórmula con materiales usuales, apropiados para el tratamiento de superficies. Tales materiales son por ejemplo los siguientes:
10. ceras naturales y sintéticas, resinas, siliconas, etc., que mejoran las propiedades físicas, así como disolventes, además materias de relleno inorgánicas y orgánicas, por ejemplo silicatos, materias sintéticas molidas, dispersantes amínicos, catiónicos o no ionógenos, agentes de purificación, como por
15. ejemplo jabones naturales o sintéticos, materias tensioactivas, pigmentos, agentes para la mejora de la estabilidad a la luz, estabilizadores de todas clases, como inhibidores de la corrosión, materias odorantes,
20. colorantes, materias activas biocidas o agentes, que contienen tales materias activas, por ejemplo insecticidas, fungicidas, bactericidas, etc.

- Los agentes para el acabado de superficies según la invención pueden presentarse y utilizarse en
25. forma de aerosoles, soluciones, emulsiones, pastas



346476

- semisolidas y sólidas. Los agentes pueden asimismo utilizarse para proteger y para acabar (por ejemplo como ceras brillantes) superficies, de todas clases, dentro de lo cual esta asimismo previsto el tratamiento de papel, por ejemplo para la preparación de papel carbón.
- 5.

- Los ejemplos siguientes describen la preparación y composición de los agentes para el acabado de superficies según la invención. Cuando no se indique lo contrario, las partes significarán partes en peso y las temperaturas se indican en grados Celsius.
- 10.

E J E M P L O 1.

15. 945 partes de 2-(1',3'-di-n-octadecilguanidino)-4-n-octadecilamino-6-cloro-s-triacina y 659 partes de 2-etilamino-4,6-bis-n-octadecilamino-s-triacina se disuelven en caliente y bajo agitación en 5000 partes en volumen de piridina exenta de agua. A continuación
20. el género reaccional se calienta a reflujo bajo nitrógeno durante 18 horas. El género reaccional se filtra caliente, lo filtrado se concentra en vacío hasta sequedad y el residuo se lava a fondo con agua y se seca en vacío. Se obtiene la N- $\sqrt{2}$ -(1',3'-di-n-octadecil-
25. guanidino)-4-n-octadecilamino-s-triacinil-(6) $\sqrt{7}$ -N- $\sqrt{2}$ ",



346476

4"-bis-n-octadecilamino-s-triacinil-(6")7-etilamina,
que tras recristalizar en acetona funde a 58-60°.

E J E M P L O 2.

5.

En la forma descrita en el Ejemplo 1 se obtuvo bajo utilización de 945 partes de 2-(1',3'-di-n-octadecilguanidino)-4-n-octadecilamino-6-cloro-s-triacina, 954 partes de 6-etilamino-2-(1',3'-di-n-octadecilguanidino)-4-n-octadecilamino-s-triacina en presencia de 214 partes de colidina, la N,N-bis- $\sqrt{2}$ -(1',3'-di-n-octadecilguanidino)-4-n-octadecilamino-s-triacinil-(6)7-etilamina con el punto de fusión 76-78°.

10.
15. En la forma descrita en los Ejemplos precedentes se obtiene bajo utilización de los materiales de partida correspondiente, las siguientes aminas:

1. La N- $\sqrt{2}$ -(1",3"-dimetil-di-n-octadecilguanidino)-4-metil-n-octadecilamino-s-triacinil-(6)7-N- $\sqrt{2}$ '-(1"',3"'-dimetil-1"',3"'-di-n-octadecilguanidino)-4'-(di-beta-hidroxi-etilamino)-s-triacinil-(6')7-etilamina;

20.
25. 2. La N,N-bis- $\sqrt{2}$ -(1',3'-dimetil-1',3'-di-n-octadecilguanidina)-4-metil-n-octadecilamino-s-triacinil-



346476

- (6)7-propilamina;
3. La N,N-bis- \sphericalangle (1',3'-dimetil-1',3'-di-n-octadecil-guanidina)-4-metil-n-octadecilamino-s-triacinil-
5. (6)7-n-butilamina;
4. La N,N-bis- \sphericalangle 2-(1',3'-dimetil-1',3'-di-n-octadecil-guanidina)-4-morfolino-s-triacinil-(6)7-etilamina;
10. 5. La N,N-bis- \sphericalangle 2-(1',3'-dimetil-1',3'-di-n-octadecil-guanidino)-4-morfolino-s-triacinil-(6)7-n-butilamina;
15. 6. La N,N-bis- \sphericalangle 2-(1',3'-dimetil-1',3'-di-n-octadecil-guanidino)-4-di-beta-hidroxi-etilamino-s-triacinil-(6)7-etilamina;
20. 7. La N,N-bis- \sphericalangle 2-(1',3'-dimetil-1',3'-di-n-octadecil-guanidino)-4-beta-hidroxi-etil-2-cloroetil-amino-s-triacinil-(6)7-n-propilamina;

E J E M P L O 3.

CERA PARA SUELOS LIQUIDA.

25. 5,25 partes de N,N-bis- \sphericalangle 2-(1',3'-di-n-octadecil-



346476

guanidino)-4-n-octadecilamino-s-triacinil-
(6)7-ctilamina,

5.

0,75 partes de polímero de éter viniloctadecílico
(punto de fusión: 49°),

1,50 partes de microcera (punto de fusión: 74-
-76°; penetración ASTM 30),

7,5- partes de parafina (punto de fusión: 50-
- 52°),

10.

5,00 partes de 1,4-dioxano,

80,00 partes de fracción de petróleo (límites de
ebullición: 150-180°);

15.

Los componentes se llevan a solución a 120° y
la solución clara se enfría rápidamente bajo agitación,
con lo cual se origina un líquido homogéneo, del tipo
gel, que puede utilizarse como cera para pisos líquida
con buena dosis de brillantes.

20.

E J E M P L O 4.

CERA DE EMULSION.

25.

a) 4,250 partes de N- $\sqrt{2}$ -(1',3'-di-n-octadecilguanidino)-
4-n-octadecilamino-s-triacinil-(6)7-n- $\sqrt{2}$ "



346476

4"-bis-n-octadecilamino-s-triacinil-(6")7-
ctilamina,

5. 4,250 partes de cera del tipo de un éster de ácido montánico (punto de fusión: 80-83°; índice de acidez(SZ): 20-30; índice de saponificación(VZ): 135-150),
10. 4,250 partes de cera de petróleo (punto de fusión: 86-88°; SZ: 13-16°; VZ: 45-55°, penetración: 4-6 a 100 g / 25° / 5 segundos),
15. 0,850 partes de oleína,
- 0,765 partes de emulsor del tipo de un éter poliglicólico de alcohol graso,
15. 0,680 partes de aminometilpropanol,
- 69,955 partes de agua;
- b) 2,250 partes de resina sintética del tipo de una resina de fenol modificada con colofonia,
20. 0,675 partes de amoniaco concentrado,
- 12,075 partes de agua.

25. Los componentes de la mezcla a), con exclusión del agua, se funden a 150°, la masa fundida homogénea

346476



se enfría a 100-110° y esta se adiciona luego bajo agitación lentamente al agua hirviente. La emulsión originada se enfría a temperatura ambiente y se le adiciona bajo agitación la mezcla d).

5. La cera de emulsión resultante es apropiada sobresalientemente para el cuidado de pisos modernos, en donde se obtiene una autobrillantez pulible. Si se lava esta capa obtenida sobre placas de cloruro de polivinilo con ayuda de un trapo húmedo, se obtiene un valor de
10. brillantez de 41,0 mientras que en igual forma una emulsión preparada según el presente ejemplo, en las que el cuerpo céreo según la invención se sustituyó por cera de carnauba, solo obtuvo un valor de brillantes de 36,0 mediante el lavado.
- 15.



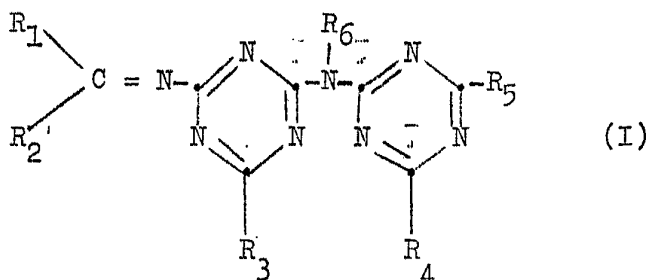
346476

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 15589/66 del 27.10.66.

5.

1. Procedimiento para la preparación de aminas céreas de la fórmula general I



10.

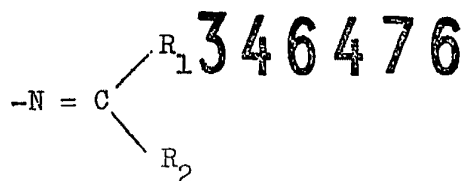
en la que

15.

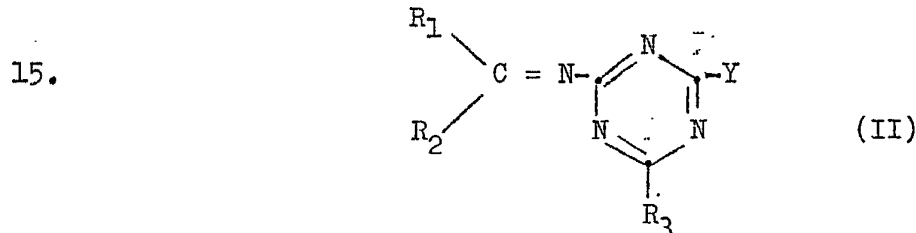
R_1 , R_2 , R_3 y R_4 significan cada una, independientemente entre sí, un grupo amino sustituido mediante uno o dos radicales alifáticos o un heterocíclico de nitrógeno saturado, de 3 a 7 eslabones de anillo, insustituido o sustituido, enlazado sobre un átomo de nitrógeno del anillo, que puede mostrar otro heteroátomo,

20.

R_5 significa el grupo



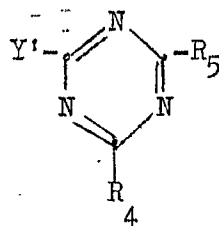
5. en la que R_1 y R_2 tienen la significación arriba indicada, o significan un grupo amino sustituido mediante uno o dos radicales alifáticos o un heterocíclico de nitrógeno, saturado, de 3 a 7 eslabones de anillo, insustituido o sustituido, enlazado sobre un átomo de nitrógeno del anillo, que puede mostrar otro heteroátomo, y
10. R_6 significa hidrógeno o un radical alquílico con 1 - 4 átomos de carbono, caracterizado porque una triazina de la fórmula general II



20. se hace reaccionar a temperaturas entre 100 y 300° C, en presencia de un agente ligador de ácido y eventualmente un gas inerte y un disolvente o diluyente, con una triazina de la fórmula general III



346476



(III)

5. en las que R₁, R₂, R₃, R₄ y R₅ tienen las significaciones arriba indicadas y uno de los dos símbolos Y e Y' significan un átomo de halógeno hasta el número atómico 35 y el otro significa el grupo amino o el radical de una amina de cadena abierta, alifática, primaria o secundaria.
10. 2. Procedimiento para la preparación de aminas céricas.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 17 hojas foliadas y escritas a máquina por una cara.

15.

Madrid, a 26 de Octubre de 1967

p.a.

JAIIME ISERIN
E. R. 10
Firmado: JOSE RODRIGUEZ