

3.ª COPIA

PATENTE DE INVENCION

2969

429616

Int. Cl. C07D//L09B, D06P

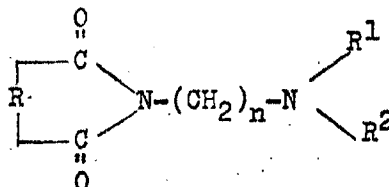
Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE N-ACILOIL-N'-
ALQUIL-ALQUILENDIAMINAS.-

Solicitante: BASSELLA FAREWERKE MAINKUR AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en Hanauer Landstrasse
526, 6000 Frankfurt a.M.- Fechenheim, República
Federal Alemana.-

La invención se refiere a un procedimiento pa-
ra preparar N-aciloil-N'-alquil-alquilendiamina de la fór-
mula general I:



I

5.

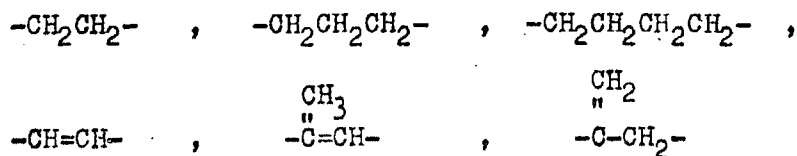
en la cual, R es un resto bivalente alifático, cicloalifático, aromático o bicíclico, que forma un anillo de 5, 6 ó 7 eslabones conjuntamente con el grupo dicarbonilamino, R¹ es hidrógeno o un resto alquilo de 8 a 12 átomos de C, R² es un resto alquilo de 8 a 22 átomos de C, n significa el número 2, 3, 4, 5 ó 6.

5.

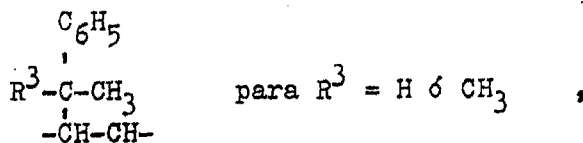
En los compuestos de fórmula general I, la cadena de carbonos del resto R² puede estar interrumpida por azufre, el grupo -NH- o preferentemente oxígeno.

10.

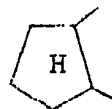
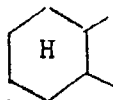
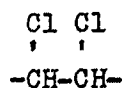
En la fórmula general I, el resto R puede representar especialmente los siguientes restos bivalentes:



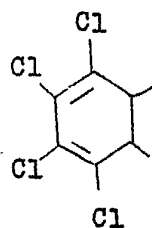
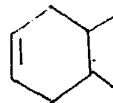
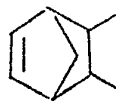
15.



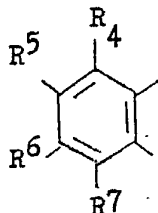
20.



25.

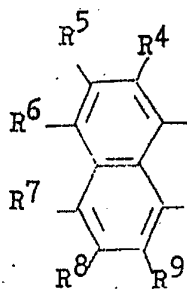


30.



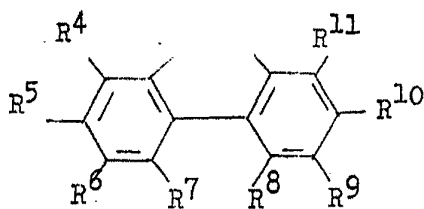
para R⁴, R⁵, R⁶, R⁷ = hidrógeno o alquilo con 1-6 átomos C

5.



para R⁴, R⁵, R⁶, R⁷, R⁸, R⁹ = hidrógeno
o alquilo con 1-6 átomos de C

10.

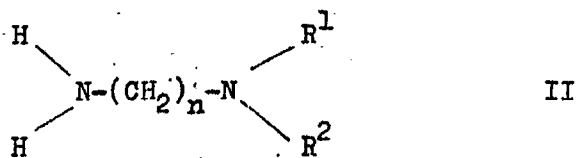


para R⁴ a R¹¹ = hidrógeno o
alquilo con 1 a átomos de C.

R² significa preferentemente alquilo esteárico y n signifi-
ca preferentemente el número 3.

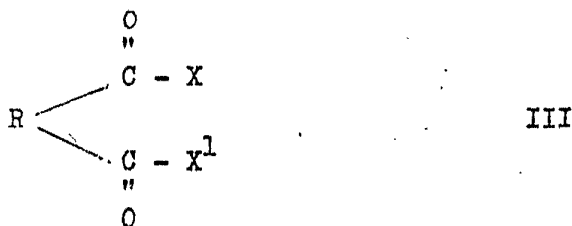
15.

Los compuestos de fórmula general I pueden fabri-
carse por transformación de una N-alquil-alquilendiamina
de fórmula general II



20.

con un agente acilador de fórmula general III



25.

teniendo R, R¹, R² y n las significaciones ya dadas y en las
que X, X¹ = Cl, Br, OH, OR¹³ (para R¹³ alquilo con 1 a 4 áto-
mos de C) o X ó X¹ significan conjuntamente en la fórmula
III, -O-. Normalmente X y X¹ tienen la misma significación
o constituyen conjuntamente -O-. Los agentes de acilación
de la fórmula general II son entonces, cloruros de ácidos,

30.

bromuros de ácidos, ésteres alquílicos o anhídridos de ácidos dicarboxílicos de la fórmula general IV:



5.

o bien son éstos mismos ácidos dicarboxílicos.

Los ácidos dicarboxílicos de la fórmula general IV son conocidos. Los siguientes ácidos dicarboxílicos o los cloruros de ácidos o bromuros de ácidos, ésteres alquílicos o anhídridos derivados son los especialmente indicados para la elaboración del compuesto de fórmula general I:

10.

Acido succínico,

Acido glutárico,

Acido adípico,

15.

Acido maléico,

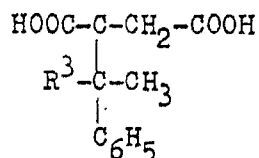
Acido citracónico,

Acido itacónico,

Acido 1,2-diclorosuccínico,

Acidos alquil-sustituidos de fórmula

20.



para $\text{R}^3 = \text{H} \text{ ó } \text{CH}_3$

25.

Acido 1,2 ciclohexan-dicarboxílico,

Acido 1,2 ciclopentan-dicarboxílico,

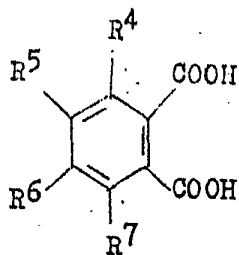
Acido ftálico,

Acido tetracloroftálico,

Acido tetrahidroftálico,

Acidos ftálicos alquilados de la fórmula

5.

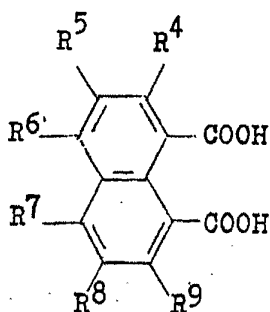


para R⁴ a R⁷ = alquilo con 1 a 6 átomos de C.

Acido naftálico,

Acidos naftálicos alquilados de la fórmula

10.



para R⁴ a R⁹ = alquilo con 1 a 6 átomos de carbono

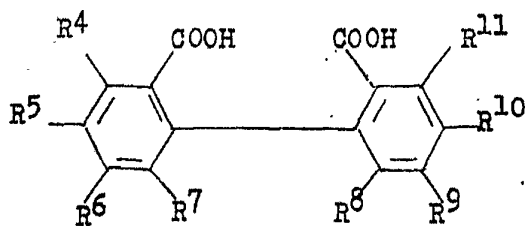
15.

Acido endometilentetrahydroftálico,

Acido difénico,

Acidos difénicos alquilados de la fórmula

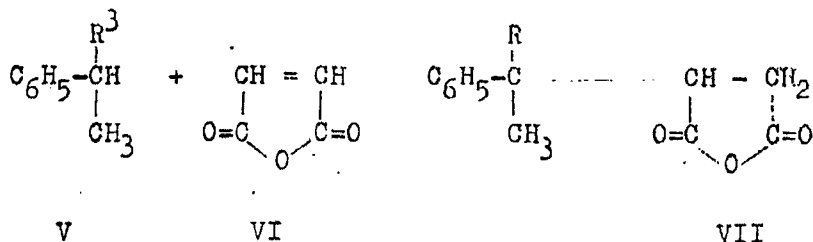
20.



para R⁴ a R¹¹ = alquilo con 1 a 6 átomos de C.

25.

Los anhídridos de los ácidos succínicos alquil-sustituidos ya mencionados pueden elaborarse por transformación de un hidrocarburo de la fórmula general V, en el que R³ = H o CH₃



5.

con un anhídrido de ácido maleico (fórmula VI) a una temperatura de reacción de 120-170° en presencia de peróxido, p.ej. Na₂O₂ o peróxido benzóico. Los otros ácidos dicarboxílicos son compuestos bien conocidas de los que pueden sintetizarse los cloruros de ácidos, bromuros de ácidos, anhídridos y ésteres según los métodos generales conocidos para la fabricación de esos compuestos.

10.

15.

Los N-alkil-alkilendiaminas de la fórmula general II pueden fabricarse fácilmente para n=3 adicionando una amina de fórmula general NHR¹ R² en el doble enlace C=C del acrilonitrilo, reduciendo el grupo nitrilo del producto intermedio a un grupo amino.

20.

Para fabricar compuestos de fórmula general II pueden también alquilarse de manera conocida, mediante agentes alquilantes, una diamina de fórmula general H₂N(CH₂)_nNH₂. Agentes alquilantes apropiados son, por ejemplo, cloruro de alquilo de fórmula Cl-R². Se obtienen así compuestos de fórmula H₂N(CH₂)_nNHR². Estos compuestos pueden ser acilados, p.ej., acetilados y a continuación alquilados con un agente alquilante como p.ej. un cloruro de alquilo de fórmula Cl-R¹.

25.

30.

Después del desdoblamiento del grupo acilo, se obtienen compuestos de la fórmula general II en las cuales tanto R² como también R¹ significa un resto alquilo del tipo ya mencionado.

- La transformación de la N-alquil-alquilendiamina de la fórmula general II con el agente acilador de fórmula general III se realiza con éxito en un disolvente apropiado inerte. Disolventes apropiados son, p.ej., hidrocarburos alifáticos y aromáticos como p.ej., xilol, toluol, decalina, tetralina, etc. La transformación se realiza normalmente a una temperatura entre 8 y 180°C y se termina por lo general en un plazo de 1 a 3 horas. Los productos de la reacción que se van formando en el transcurso de la reacción, agua en la acilación con los ácidos dicarboxílicos libres o anhídridos y alcohol bajo en la acilación con un éster, se irán eliminando por destilación a medida que se formen. En la acilación con anhídridos de ácidos dicarboxílicos, la transformación se evidenció como particularmente de éxito a una temperatura de 140-150°. El rango preferencial para la acilación con ésteres, es de 120-130° y si se efectúa con ácidos libres, 120°. Para completar la transformación puede ser necesario, especialmente en la acilación con ácidos libres, condensar posteriormente a una temperatura de 100 a 110°C durante 1 a 2 horas a baja presión, preferentemente a una presión de 20 a 25 Torr, es decir, ir eliminando por destilación los productos de reacción que se vayan formando, como agua o alcohol.

- Los compuestos de fórmula general I son generalmente de color amarillo-castaño, a veces de alta viscosidad, sin punto de fusión bien definido, son sorpresivamente muy adecuados como elementos auxiliares para el teñido de poliacrilonitrilos o poliéster con tinturas básicas, retardador temporario con una sorprendente poca permanencia y alto poder de igualación.

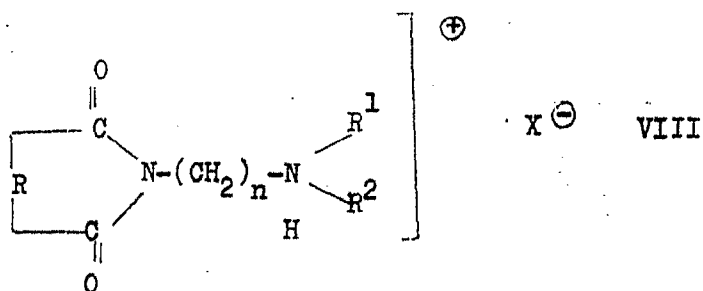
- Las fibras de poliacrilonitrilo o poliéster de medi-

- ficación ácida pueden ser teñidas con sustancias colorantes básicas. Sin adición de agentes auxiliares igualadores, existe sin embargo el peligro, sobre todo en los matices claros, de obtener teñidos desiguales. Para obtener una coloración igualada en el tejido de esas fibras es necesaria la utilización de agentes auxiliares igualadores especiales, llamados retardadores. Para teñir formaciones de poliacrilonitrilos en forma igualada, existe un procedimiento en el que se utiliza como retardador un compuesto cuaternario de alcoxi-alkilamonio (DAS 1.123.286).
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Por lo general, no obstante, los compuestos de restos hidrocarburo hidrófobos de cadena larga, tienen la desventaja manifiesta de que en caso de una sobredosis casual, las fibras de poliacrilonitrilo se reservan tenazmente y resulta prácticamente imposible lograr la profundidad de colorido o el matiz deseado. Los agentes auxiliares igualadores de tales cualidades se llaman retardadores permanentes. Para evitar ese tipo de teñidos defectuosos y las consecuentes pérdidas de sustancia colorante, se utilizan frecuentemente los retardadores temporarios, de aplicación más sencilla, como p.ej. el cloruro de bencil-piridinio (patente U.S.A. 2.986.444). Los retardadores temporarios son de utilización más sencilla. Permiten, también en casos de sobredosis accidentales, un buen tejido dentro de los tiempos habituales y la obtención de la profundidad de colorido deseada. Pero tienen la decidida desventaja que a iguales cantidades son menos efectivos que los retardadores permanentes. Se comprobó sorpresivamente e inesperadamente que los compuestos de fórmula general I reúnen tanto las inigualables condiciones igualadoras de los retardadores permanentes como la poca

permanencia de los retardadores temporarios. Tienen un efecto sobresaliente en todos los tejidos de productos de poli-acrilonitrilo, polímeros de mezclas de acrílonitrilos y fibras de poliéster de modificación ácida como agente auxiliar de igualación y se utilizan preferentemente en forma de sales con la fórmula general VIII, como solución o dispersión al 50%:

5.

10.



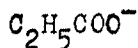
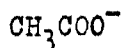
15.

En la fórmula general VIII, R, R¹, R² y n tienen los significados ya mencionados, X⁻ significa el anión de un ácido inorgánico o de un ácido carboxílico. X⁻ puede representar especialmente los siguientes aniones:

20.



25.



Se prefiere el anión acetato.

30.

Las sales de fórmula general VIII se elaboran mezclando el compuesto de fórmula general I con cantidades medidas de ácidos.

Como disolventes o medios de dispersión para los compuestos de fórmula general I o sus sales de fórmula general VIII, se utilizan preferentemente agua o isopropanol, para las sales de la fórmula general VIII también ácidos, especialmente ácido fórmico o acético.

5.

El teñido puede efectuarse con colorantes básicos, p.ej. colorantes básicos azo-antraquinónicos, de indulina, cianina y metina, de quinolina y acridina o colorantes de la serie di- ó triarilmetan-oxacina, tiazina o diazina.

10.

Por lo general se utilizan de manera que la fibra a teñir esté en una relación de 1 : 3 a 1 : 200, preferentemente 1 : 10 a 1 : 20, dentro de un baño de teñido, a temperatura de ebullición. Dentro del baño de teñido se encuentran los colorantes mencionados y una proporción de 0,01 a

15.

5 g/litro, preferentemente 0,025 a 3,5 g /litro de los compuestos de la fórmula general I, preferentemente en forma de sal de la fórmula general VIII. En una relación de baño de teñido de p.ej., 1:3 la concentración del compuesto de la fórmula general I o de sus sales es de 0,8 a 3,5 g/l y

20.

en una relación de baño de 1:100, la concentración será de 0,025 a 0,1 g/l.

Los compuestos de la fórmula general I o sus sales se incluyen preferentemente en el baño de teñido en forma de soluciones o en dispersiones al 50%.

25.

Como disolvente o medio de dispersión se puede utilizar p.ej., agua o isopropanol, un ácido, especialmente ácido acético. El teñido puede efectuarse como de costumbre en presencia de sustancias de adición como p.ej., ácidos como p.ej. ácido fórmico y ácido acético. También es posible trabajar con mezclas de las sustancias cuya protección se

30.

solicita.

5. En algunos casos se había evidenciado que las sustancias activas de fórmula general I ó VIII mostraban una cierta sensibilidad electrolítica cuando se los utilizaba como agentes auxiliares de igualación. Cantidades mayores de sales, p.ej., sulfato de sodio o cloruro de sodio, como se utilizan como sustancia de ajuste para los colorantes en los baños pueden provocar un esponjamiento de las sustancias activas. La sensibilidad electrolítica de las sustancias activas pueden provocar un esponjamiento de las sustancias activas. La sensibilidad electrolítica de las sustancias activas puede eliminarse sencillamente, mezclando al utilizarlos con medios de dispersión no-iónicos. Los medios de dispersión más apropiados (no-iónicos) son p.ej., alquilfenoles (p.ej., nonilfenol, transformado con 8 a 20 moles de óxido de etileno), productos de etoxilación de ácidos grasos superiores, amidas de ácidos grasos superiores o alcoholes grasos superiores.
- 10.
- 15.

20. Los ácidos grasos y alcoholes grasos superiores apropiados para la etoxilación son aquellos de 7 a 30 átomos de C, como p.ej., los aceites y las grasas naturales, p.ej., lanolina. Las amidas de ácidos grasos superiores apropiadas para la etoxilación, son aquellas de 12 a 20 átomos de C en la molécula. El grado de etoxilación de los productos apropiados es normalmente de 8 a 90, preferentemente de 10 a 80, es decir que los productos están formados por 1 mol de ácido graso, alcohol graso y/o amida de ácido graso y 8 a 90 moles preferentemente 10 a 80 moles de óxido de etileno. Los medios de dispersión particularmente apropiados son aquellos que se forman por transformación de alcoholes estearílicos,
- 25.
- 30.

alcohol oleílico y/o alcohol de aceite de coco con 25 moles de óxido de etileno. También por transformación de mezclas de ácidos grasos, alcoholes grasos y/o amidas de ácidos grasos se obtiene un medio de dispersión apropiado no-iónico.

5. Una preparación lista para su uso como medio auxiliar de igualación apropiado y no sensible a los electrolitos, consiste p.ej., en una solución o dispersión de la siguiente composición:

10. 40 a 60 % en peso, preferentemente 50%, de sustancia activa (compuesto de fórmula general I y/o VIII)

1 a 10% en peso, preferentemente 1 a 5% en peso, de medio de dispersión no-iónico, preferentemente alcohol estearílico, oleílico o de aceite de coco, etoxilado.

15. Resto: disolvente (agua, isopropanol, ácido acético glacial o ácido fórmico).

20. Una preparación de este tipo ha demostrado en la práctica que es completamente insensible a los electrolitos. Para elaborar esta preparación también pueden utilizarse mezclas de medios de dispersión no-iónicos y/o mezclas de disolventes y/o mezclas de sustancias activas.

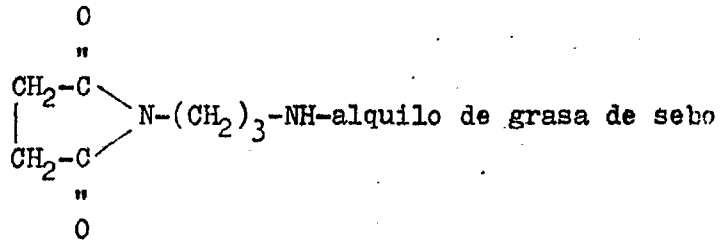
En los ejemplos siguientes se han indicado las temperaturas en grados centígrados, los porcentajes en porcentajes en peso y las partes en partes en peso.

EJEMPLO 1

25. Se funden 223 g (0,6 mol) de propilendiamina de grasa de sebo y se añaden, a una temperatura de 80-85°C en aproximación 1 hora, 70 g (0,7 mol) de anhídrido de ácido succínico y se aumenta la temperatura a lo largo de 1 hora hasta 160°. Luego se condensa a una temperatura inferior de 30. 150-160° durante dos horas y se elimina el agua que produce.

la reacción por destilación en forma simultánea. Finalmente se destila el agua de reacción restante al vacío a 105-110°. El producto resultante, espeso y de color amarillo-castaño, corresponde a la fórmula:

5.



10.

El producto es soluble en ácido acético glacial y se aplica técnicamente en la siguiente preparación electro-líticamente estable:

15.

50 partes de peso del producto de reacción se funden a 50-60° con 5 partes de peso de un medio de dispersión, el cual ha sido elaborado por transformación de amida de ácido esteárico con 10 moles de óxido de etileno y se disuelve en 45 partes de ácido acético glacial.

ANALISIS

Peso molecular aprox. 452; N Calc.: 6,2 % ; Enc: 6,0%

20.

En forma análoga, se transforman 214 g (0,6 mol) de etilendiamina de grasa de sebo o bien 230 g. (0,6 mol) de butilendiamina de grasa de sebo o bien 247 g. (0,6 mol) de texilendiamina de grasa de sebo con 70 g. (0,7 mol) de anhídrido de ácido succínico. Los productos correspondientes

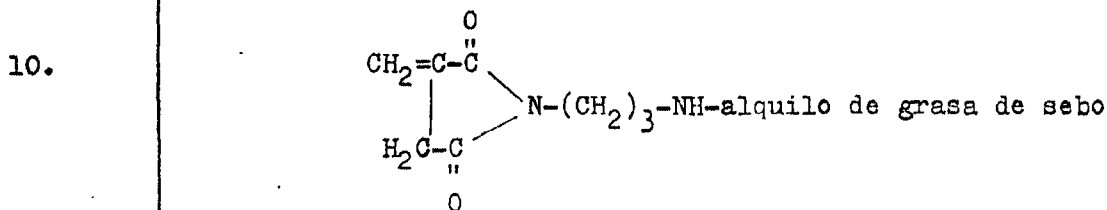
25.

son igualmente bien solubles en ácido acético glacial y pueden utilizarse como soluciones al 50% en ácido acético glacial. De la misma manera pueden transformarse 185 g. (0,5 mol) de propilendiamina de grasa de sebo con 52 g. (0,53 mol) de anhídrido maléico.

EJEMPLO 2

5. Se funden 223 g. (0,6 moles) de propilendiamina de grasa de sebo y se le incorporan 84,5 g (0,65 mol) de ácido itacónico a 95-100°C. Luego se calienta durante una hora a 110-115°C y dos horas a 120°C, eliminando luego el agua producida por destilación al vacío.

La masa, de color castaño oscuro, que se forma, responde a la fórmula:



ANALISIS

15. Peso molar: 480 N-Calcul: 5,8 % Enc.: 6,0%

El producto es soluble en forma clara en ácido acético glacial y se aplica técnicamente en la siguiente forma electrolíticamente estable en tintorería:

20. 50 partes de peso del producto de reacción preparado, se funden, a 50-60°C, con 7,5 partes de peso de un medio de dispersión que se ha elaborado por transformación de alcohol oleílico con 20 moles de óxido de etileno; luego se disuelve este producto fundido en una mezcla de 20 partes de peso de i-propanol y 32,5 partes de peso de ácido acético glacial. Con esta preparación de los compuestos mencionados se logra un buen efecto
25. igualador en el teñido de productos de poliacrilonitrilos con colorantes básicos.

EJEMPLO 3

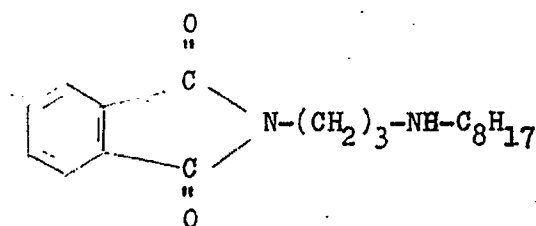
30. A 80-90°C, se incorporan a 41 g (0,22 mol) de N-ocetilpropilendiamina ya fundida, 34,5 g. (0,233 mol) de anhídrido

POOR
QUALITY

ftálico en el transcurso de una hora; se agita durante 20 minutos a 100-110° y en el transcurso de 1 1/2 hora se calienta hasta 140-150°. Luego se sigue condensando durante 2 horas a 140-150° y se va suprimiendo por destilación el agua que se va formando. Los últimos restos de agua se eliminan por destilación al vacío por trompa de agua a 100-110°C. La masa espesa, de color castaño, responde a la fórmula:

5.

10.



ANÁLISIS

Peso molecular: aprox. 316 N calc.: 8,8% Enc.: 8,2%

15.

El producto es soluble claramente en ácido acético glacial.

20.

Fundiendo 50 partes de este producto con 3 partes en peso de un producto de transformación de alcohol estearílico y 25 moles de óxido de etileno, a una temperatura de 60-80°C, y disolviendo este producto fundido en una mezcla de 27 partes en peso de ácido acético glacial y 20 partes en peso de i-propanol, se obtiene una mezcla estable a los electrolitos. Con este producto se obtienen teñidos igualados de fibras de poliacrilonitrilo con colorantes básicos.

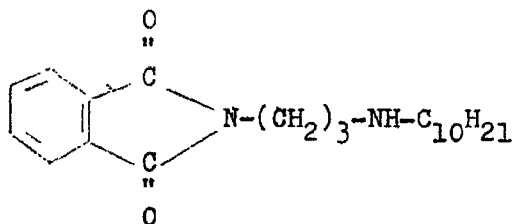
25.

De la misma manera, se transforman 39 g (0,18 mol) de N-decil-propilendiamina con 29 g. (0,196 mol) de anhídrido ftálico, 38 g. (0,127 mol) de N,N-dioctilpropilendiamina con 20,7 g. (0,14 mol) de anhídrido ftálico, 42,8 g. (0,125 mol) de N,N-dilauriletildiamina con 20,7 g. (0,14 mol) de anhídrido ftálico o 163 g. (0,5 mol) de N-octadecilpropilendiamina

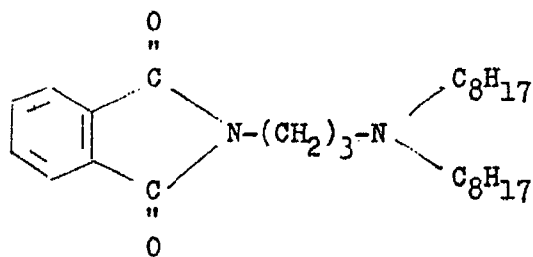
30.

con 74 g. (0,5 mol) de anhídrido ftálico. Se obtienen así, productos de las fórmulas siguientes:

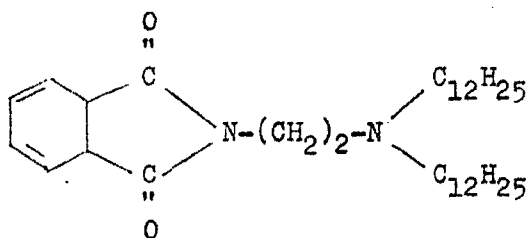
5.



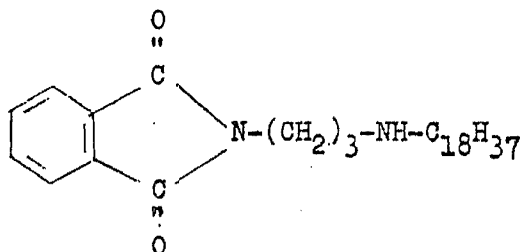
10.



15.



20.



25.

Los productos obtenidos son de color castaño, espesos y son muy bien solubles en ácido acético glacial. Se aplican preparados de la siguiente manera: 50 partes en peso del producto transformado y 5 partes en peso de un medio de dispersión logrado por transformación de alcohol estearílico con 80 moles de óxido de etileno disuelto todo en 45 partes en peso de ácido acético glacial.

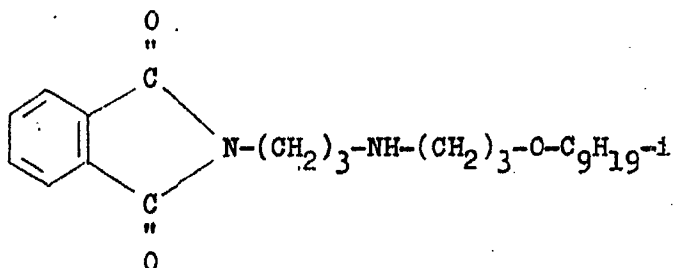
30.

Esta mezcla se caracteriza sobre todo por su gran estabilidad frente al sulfato de sodio y a la sal común, que muchas veces se encuentran incluidas en los colorantes.

EJEMPLO 4

5. Se incorporan, a 90-100°C, 24 g. (0,16 mol) de anhídrido ftálico en 41,5 g. (0,149 mol) de N-isononiloxipropilpropilendiamina. Luego se calienta a 100-110°C durante 1 hora y se lleva a 150-155°C en el transcurso de 15 minutos; se sigue condensando luego 2 horas a 150-155°C y se elimina por 10. destilación el agua que se forma. Los últimos restos de agua se eliminan a 100-110°C al vacío. El producto obtenido es amarillo-castaño y espeso y es claramente soluble en ácido acético glacial, respondiendo a la fórmula:

15.

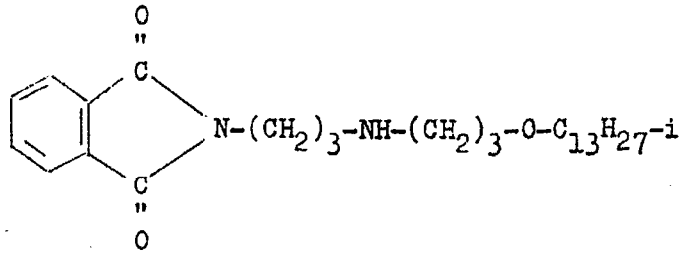


20.

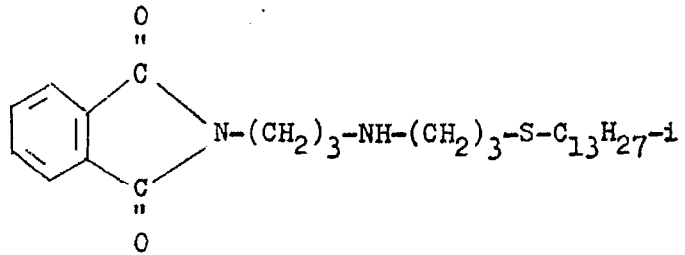
De la misma manera, se transforman en idénticas condiciones: 38,5 g. (0,124 mol) de N-isotridecilo-xipropil-propilendiamina o bien 39,2 g. (0,124 mol) de N-isotridecil-mercaptopropil-propilendiamina con 20,3 g. (0,137 mol) de anhídrido ftálico y 48,1 g. (0,125 mol) de N-octadecil-aminopropil-propilendiamina o bien N-octadecilaminoetil-etilendiamina con 23,2 g. (0,137 mol) de anhídrido naftálico. Se obtienen así, productos de las siguientes fórmulas:

25.

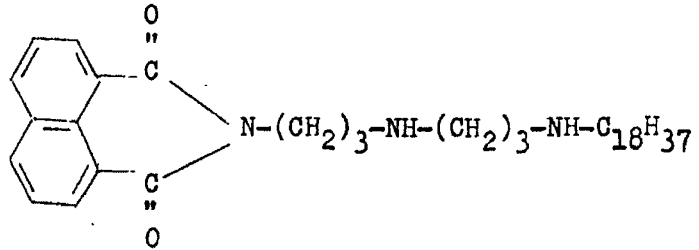
5.



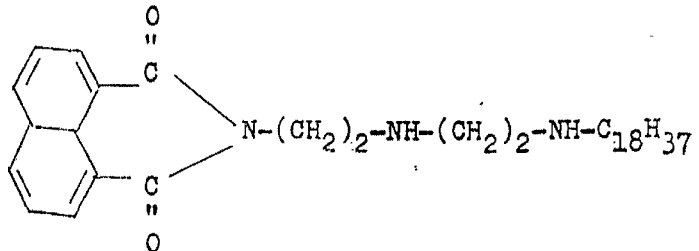
10.



15.



20.



25.

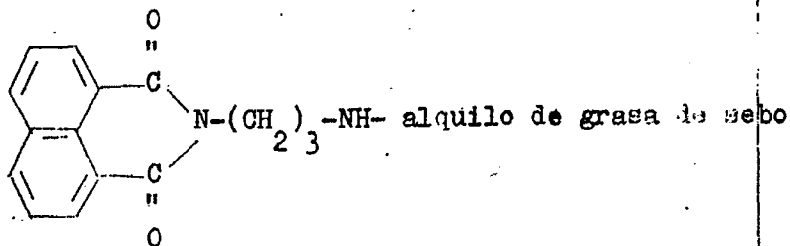
EJEMPLO 5

30.

A 90-95°C, se incorporan 119 g. (0,6 mol) de anhídrido de ácido naftalen-1,8-dicarboxílico (anhídrido de ácido naftálico) en 185 g. (0,5 mol) de alquilpropilendiamina de grasa de sebo. Luego, se calienta durante 1 hora a 140°C-150°C, se condensa 2 horas a 140-150°C y se elimina por desti-

lación el agua que se va formando. La masa castaño-amari-
llenta que aparece es soluble en ácido acético glacial en
forma transparente y responde la fórmula:

5.



10.

y posee un buen efecto igualador al tefir productos de poli-
acrilonitrilo con colorantes básicos.

ANALISIS:

Peso molecular aprox. 550 N Calc. 5,1% Enc,: 14,9

EJEMPLO 6

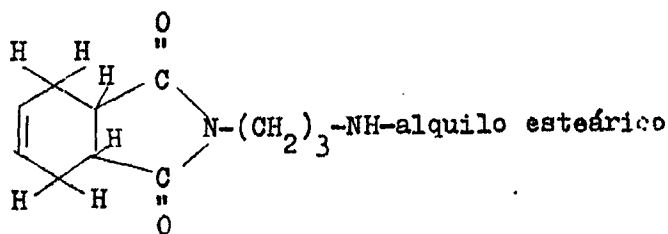
15.

A 90-100°C, se incorporan 80,6 g. (0,53 mol) de
anhidrido de ácido tetrahidroftálico en 185 g. (0,5 mol) de
alquilpropilendiamina de grasa de sebo; en 1 hora se ca-
lienta a 150-160°C. Luego se condensa durante 2,5 horas a
esa temperatura y se elimina simultáneamente el agua que se
va formando por destilación.

20.

Aparece un producto espeso de color castaño que
responde a la fórmula:

25.



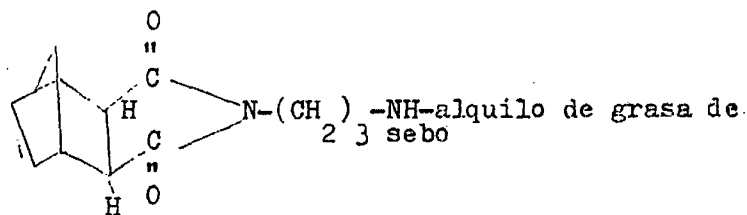
que es soluble en forma completa y clara en ácido acético
glacial.

30.

En las mismas condiciones de reacción se transfor-

man 185 g. (0,5 mol) de alquilpropilendiamina de grasa de sebo con 85 g. (0,53 mol) de anhídrido de ácido endometil-entetrahidroftálico, lo que da un producto de la fórmula:

5.



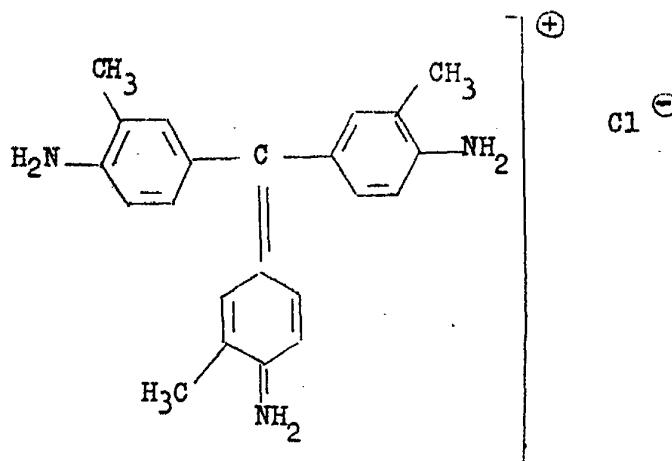
que también es soluble perfectamente en ácido acético glacial

EJEMPLO 7

10.

10 g. de fibra de poliacrilonitrilo se introducen en un recipiente de laboratorio especial para teñir en una relación de flota de 1:40 y en un baño a 98°C con una proporción de 0,075 g. de colorante por litro.

15.

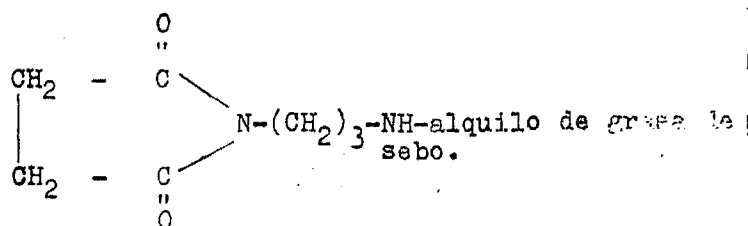


20.

25.

0,0225 ml de ácido acético glacial y 0,45 g. de una solución al 50% aprox. del compuesto:

30.

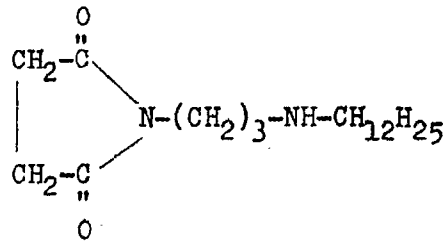


que contiene 5 partes en peso de un producto de reacción de 1 mol de alcohol estearílico y 40 moles de óxido de etileno y 45 partes de peso de ácido acético glacial.

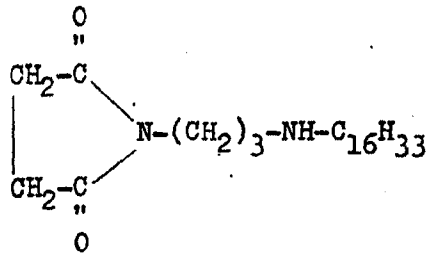
Se tiñe durante 90 minutos a 98°C y se obtiene un teñido perfecto de color rojo-violeta. Resultados similares se obtienen con preparados realizados con los siguientes compuestos:

5.

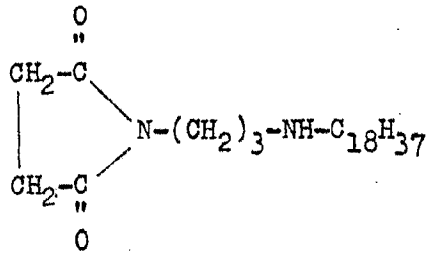
10.



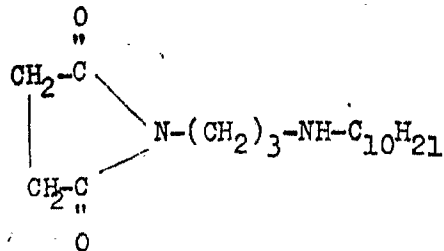
15.



20.

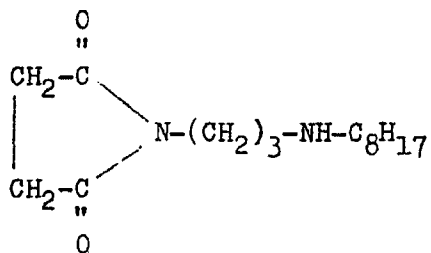


25.

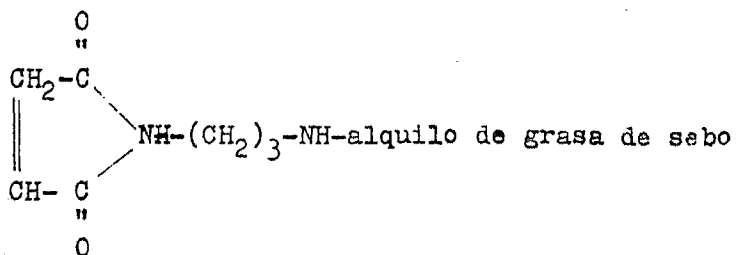


30.

5.



10.

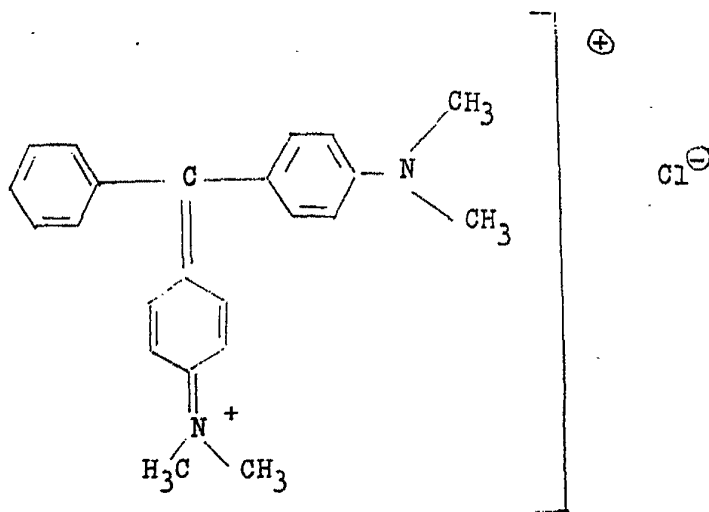


EJEMPLO 8

15.

Sustitúyase en el procedimiento del ejemplo 7 el colorante allí mencionado por 0,1 g. de colorante comercial,

20.



25.

y los elementos auxiliares allí mencionados por los productos del ejemplo 3 en la misma concentración; se obtendrá una coloración, verde de excelente igualación.

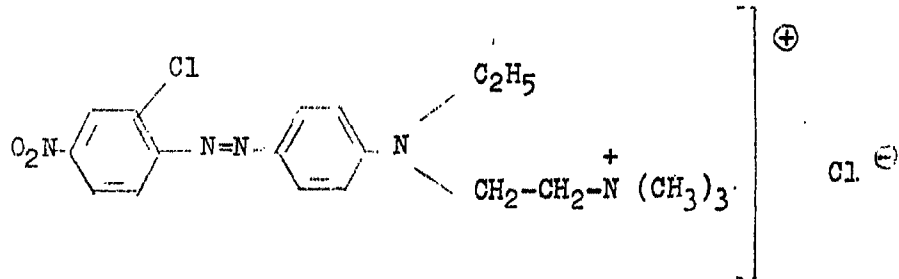
EJEMPLO 9

30.

Sustitúyase en el procedimiento descrito en el

ejemplo 7 el colorante allí mencionado por 0,5 g. del colorante comercial:

5.



10.

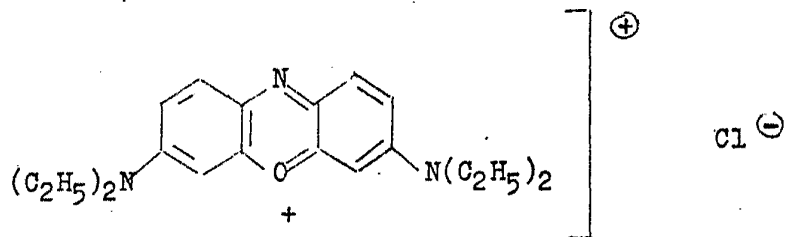
y los elementos auxiliares allí mencionados por los productos del ejemplo 4 en la misma concentración; se obtiene una coloración roja y muy pareja.

EJEMPLO 10

15.

Sustitúyase en el procedimiento descrito en el ejemplo 7 el colorante allí mencionado por 0,5 g. del colorante:

20.



25.

y agréguese 0,225 ml de ácido acético glacial y 0,45 g. del producto descrito en el ejemplo 6 en una mezcla al 50% aprox. de un medio de dispersión no-iónico y ácido acético glacial; con un tiempo de teñido de 90 minutos se obtendrá una coloración igualada azul. Sin los elementos auxiliares mencionados el teñido resultará manchado.

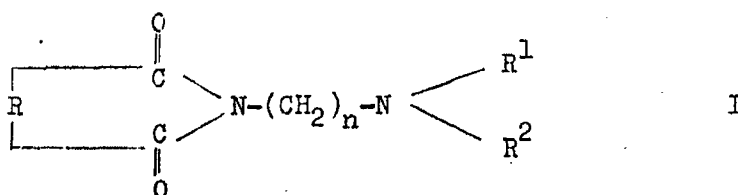
30.

N O T A

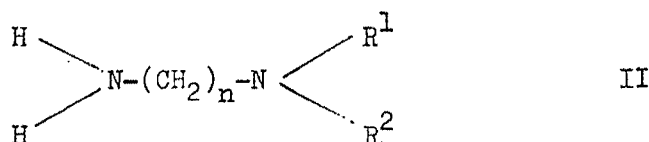
Descrita suficientemente la naturaleza del invento,

así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Alemania, con fecha 1 de Agosto de 1.974, bajo el número P 24 37 031.8; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE N-ACILOIL-N'-ALQUIL-ALQUILENDIAMINAS; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para la obtención de N-aciloil-N'-alquil-alquilendiaminas de fórmula general I:



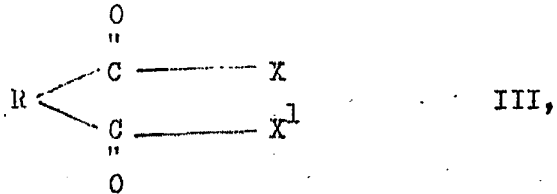
20. en la que R significa un resto alifático, cicloalifático, aromático o bicíclico divalente que junto con el grupo dicarbonilamino forma un anillo de 5, 6 ó 7 miembros, R¹ significa hidrógeno o un resto alquilo con 8 - 12 átomos de carbono, R² significa un resto alquilo con 8 a 22 átomos de carbono, n representa el número 2, 3, 4, 5 ó 6; caracterizado porque una N-alquilendiamina de fórmula general II



30.

se hace reaccionar con un agente de acilación de fórmula general III:

5.



10. donde R, R¹, R² y n tienen el significado arriba indicado y X y X¹ significan Cl, Br, OH ó X y X¹ juntos significan -O-, a temperaturas de 80 a 180°C y a continuación se condensa a presión reducida.

2.- Procedimiento para la obtención de N-aciloil-N'-alquil-alquilendiaminas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15.

Esta Memoria consta de 25 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 10 DIC. 1974

CASSELLA FARBWERKE MAINKUR
AKTIENGESELLSCHAFT.-

J. GOMEZ ACEBO Y MODET

p. p. Firmado: L. Gacia Fernández

