

Case ES 4783



Int. Cl.: C07C 101/12, C07C 101/02 //
A61K 3/00, A61L 23/00

433264

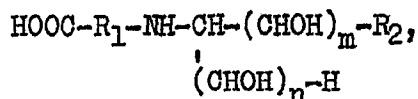
P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ACIDOS N-POLIHIDROXIALQUIL-AMINICOS", a favor de la firma alemana HENKEL & CIE. GmbH, residente en 4000 Dusseldorf-Holthausen (Alemania) Henkelstrasse 67.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento es un procedimiento para la preparaci3n de 6cidos N-polihidroxi-alquilam3nicos de la f3rmula general



en la que

R₁ representa un radical fenil3nico o un grupo de la f3rmula general -CHR₃_m (donde R₃ significa un 6tomo de hidr3geno o un grupo de

POOR
QUALITY



231

5. alquilo inferior, bencilo (eventualmente substituído por un grupo hidroxílico), hidroxialquilo, mercaptoalquilo, metiltioalquilo, aminoalquilo, polihidroxialquilaminoalquilo, carboxialquilo, guanidinalquilo, N-polihidroxialquilguanidinalquilo o ureidoalquilo,

R_2 representa un grupo CH_2OH o $COOH$,

m representa los números 3 ó 4

10.

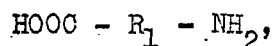
y

n representa el número 0, cuando $m = 3$ ó 4,

o el número 1, cuando $m = 3$ y $R_2 = CH_2OH$,

por aminación catalítica reductora de monosacáridos y ácidos urónicos con aminoácidos de la fórmula general

15.



en la que

R_1 tiene el mismo significado que antes.

En calidad de catalizadores pueden emplearse,

20. los catalizadores acostumbrados para la hidrogenación, en especial níquel de Raney, paladio sobre carbón activo o cromito de cobre. En concepto de disolventes pueden utilizarse alcoholes, éteres cíclicos, oligoéteres y asimismo sus mezclas con agua. La reacción se lleva a cabo en un intervalo de temperatura entre 50 y 100° C. La relación molar de monosacárido a aminoácido es de 1:1 para el caso
25. de que el aminoácido contenga un solo grupo amínico. Si existen varias funciones amínicas en el aminoácido, la relación molar puede elevarse de acuerdo con su número. Del



producto de la reacción los ácidos N-polihidroalquil-amínicos pueden obtenerse mediante destilación del disolvente y eventualmente recristalización a partir de una mezcla de alcohol y agua.

5. Para preparar los compuestos de este invento se aminan por vía reductora hexosas, pentosas o los ácidos urónicos respectivos, en una solución en alcoholes, éteres cíclicos u oligoéteres o en sus mezclas con agua, a temperatura entre 50 y 100° C, en presencia de catalizadores de
10. la hidrogenación y bajo presión de hidrógeno de 1 a 200 atmósferas absolutas, con aminoácidos de la fórmula general $\text{HOOC} - \text{R}_1 - \text{NH}_2$ (donde R_1 tiene el mismo significado que se le ha atribuido antes) en la relación molar de aminoácido a monosacárido o respectivamente a ácido urónico
15. de 1:1 o respectivamente de 1 : p (donde p denota el número de los grupos amínicos o respectivamente de las funciones de nitrógeno reactivas en la molécula del aminoácido), se evaporan las soluciones reaccionales después de separar por filtración el catalizador y eventualmente se recrista-
20. lizan a partir de una mezcla de alcohol y agua los ácidos N-polihidroalquil-amínicos obtenidos.

Como hexosas, pentosas o respectivamente ácidos urónicos aptos para la preparación de los compuestos de este invento cabe señalar, por ejemplo, la glucosa, la manosa,

25. la gulosa, la galactosa, la fructosa, la sorbosa, la xilosa, la arabinosa, la ribosa, el ácido glucurónico, el ácido galacturónico y el ácido manurónico.

Aminoácidos aptos para la preparación de los compuestos de este invento son, por ejemplo, la glicina, la



- alanina, la serina, la cistina, la cistina, la lantionina, la fenilalanina, la tirosina, el triptófano, la histidina, el ácido alfa-aminobutírico, la motionina, la valina, la norvalina, la leucina, la isoleucina, la norleucina, la arginina, la ornitina, la lisina, el ácido aspártico, el ácido glutámico, la treonina, el ácido oxiglutámico, la citrulina y el ácido p-aminobenzóico.

Nuevos compuestos conformes al invento son, por ejemplo:

10. la N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-glicina,
la N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-DL-alfa-alanina,
la N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-DL-serina,
el ácido N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-aspártico,
15. la N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-arginina,
la N,N'-di-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-arginina,
el ácido N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-glutámico,
20. la N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(-)-histidina,
la N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-DL-treonina,
la N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-DL-motionina,
la N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-citrulina,
la N,N'-di-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-lisina,
25. la N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(-)-tirosina,
la N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-lisina,
el ácido N-(2,3,4,5-tetrahidroxi-pentil)-L-(+)-glutámico,



23110

- 1a N-(5-carboxi-2,3,4,5-tetrahidroxi-pentil)-L-(-)-his-
tidina,
- 1a N-(5-carboxi-2,3,4,5-tetrahidroxi-pentil)-L-(+)-ci-
trulina,
- 5. el ácido N-(5-carboxi-2,3,4,5-tetrahidroxi-pentil)-L-
-(+)-glutámico,
- 1a N-(2,3,4,5-tetrahidroxi-pentil)-L-(+)-citrulina,
- 1a N-(2,3,4,5-tetrahidroxi-pentil)-L-(-)-tirosina,
- el ácido N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-p-amino-ben-
zoico,
- 10. el ácido N-(1,3,4,5,6-pentahidroxi-2-hexil)-L-(+)-glutá-
mico,
- 1a N-(1,3,4,5,6-pentahidroxi-2-hexil)-DL-serina y
- 1a N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-cisteína.

15. Los compuestos de este invento son sustancias incoloras hasta amarillentas, cristalinas, oleosas, coros-
sas o resinosas, que se distinguen por gran poder de absor-
ción de agua y por extraordinaria retención de ésta. En vir-
tud de estas propiedades y de su buena tolerancia fisioló-
gica, resultan aptos en alto grado como factores de retención de la humedad cutánea en los preparados cosméticos, es-
pecialmente en los productos para el cuidado y la protec-
ción del cutis.

25. Para la utilización en las preparaciones cosméti-
cas no hay necesidad de ninguna depuración o elaboración especial de los productos de reacción obtenidos después de separar por filtración el catalizador de la hidrogenación, por lo que las sustancias incorporables a los cosméticos pueden contener, a causa de la preparación, alrededor de



- 0,1 a 10 % en peso de hexitas y pentitas (procedentes de los monosacáridos utilizados) o respectivamente de ácidos ónicos (procedentes de los ácidos urónicos utilizados) y de 0,1 a 10 % en peso de aminoácidos no reaccionados. La presencia de estos añadidos carece sin embargo de toda influencia sobre la utilidad de los productos como factores de retención de la humedad cutánea en las preparaciones cosméticas.
- 5.

- Se sabe que a las medidas para proteger la piel sana pertenecen, entre otros factores, cierta higroscopicidad. Si se excluyen de la piel, por influencias del ambiente, por lavados repetidos, por efecto de sustancias químicas o por acciones climáticas intensas las sustancias en que se basa dicha higroscopicidad, así como su constante recuperación, surgen en la capa córnea alteraciones que pueden disminuir considerablemente la acción protectora de la piel contra las influencias perjudiciales del ambiente.
- 10.
- 15.

- Se ha demostrado que la capacidad funcional de la piel puede conservarse incluso en alto grado y recuperarse si se trata la piel con agentes para su cuidado y protección que además de los ingredientes usuales contengan de 2 a 20 % en peso, y preferentemente de 5 a 15 % en peso, respecto al total del agente, de los ácidos N-polihidroxiálquil-amínicos de este invento.
- 20.

- Se conoce ya la adición a los agentes para el cuidado de la piel tanto de monosacáridos como de aminoácidos por sí solos. Se han descrito además agentes para el cuidado y para la protección de la piel con un contenido de azúcares reductores y aminoácidos en medio acuoso. La ventaja
- 25.



- do los agentes para el cuidado y la protección de la piel con un contenido de los compuestos de este invento sobre los agentes conocidos consiste en que aquellos penetran profundamente en la piel y a causa del excelente poder de absorción y retención del agua que tienen las sustancias mencionadas la piel húmeda y elástica, por lo que ésta puede ejercer en grado superlativo su acción protectora natural.
5. Otra ventaja es la estabilidad del color de los agentes de este invento, a diferencia de los agentes con un contenido de azúcares reductores y aminoácidos, en los cuales se produce con el almacenamiento prolongado un cambio de color hacia el pardusco.
- 10.

- En concepto de agentes para el cuidado y la protección de la piel a los que por adición de los ácidos N-polihidroxiálquil-amínicos de este invento o de sus sales con metales alcalinos, iones de amonio o alcanclaminas se imparten propiedades particulares para el cuidado del cutis cabe citar las emulsiones del tipo de aceite en agua o de agua en aceite, como las cremas de día, las cremas de noche y nutritivas, las cremas infantiles, las cremas de limpieza, las cremas protectoras de la piel, las cremas de glicetina, las cremas con suplementos especiales de origen animal o vegetal, las cremas antisolares y emulsiones antisolares, las aguas para el rostro, las aguas para afeitarse, etc.
- 15.
- 20.
- 25.
- La incorporación a los agentes para el cuidado y la protección de la piel puede efectuarse de manera conocida, por simple removimiento o dilución. Además de los ácidos N-polihidroxiálquil-amínicos de este invento, las preparaciones cosméticas pueden contener los ingredientes que son



tradicionales en ollas, como emulgentes, sustancias grasas, extractos vegetales, agentes conservadores, perfumes, disclivantes, etc., en las cantidades acostumbradas. El pH de los agentes para el cuidado y la protección de la piel puede hallarse en el campo desde la acidez a la neutralidad (pH 5 a 7,0) y de conveniencia se ajusta a un índice débilmente ácido, alrededor de 6.

Los ejemplos que siguen tienen por objeto ilustrar más detalladamente el invento, pero sin limitar éste.

10.

EJEMPLOS

Primero se describe la preparación de algunos ácidos N-polihidroxi-alkil-amínicos conformes al invento.

A) N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-glicina
(N-carboxinotil-glucamina)

15.

Se juntó una solución de 15 g (0,2 moles) de glicina en 200 cc de agua y 100 cc de metanol con una solución de 39,6 g de D-glucosa en 200 cc de agua y 150 cc de metanol y, después de añadir 18,0 g de níquel de Raney, se hidrogenó en la autoclave a presión de 180 a 200 atmósferas absolutas y con agitación. Se calentó la autoclave primero a 50°C

20.

durante 2 horas, luego a 70°C, durante 2 horas más, y por último a 90°C, durante 2 horas todavía. Después de separar por filtración el catalizador y de evaporar la solución reaccional en vacío, se dejó reposar por algunos días el residuo

25.

obtenido, muy viscoso. Cuando hubo empezado la cristalización, se completó ésta por ebullición con 100 cc de metanol. Se obtuvieron 35 g (73 % de la teoría) de N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-glicina, de punto de fusión 172-177°C (descomposición). Una muestra analíticamente pura, recristaliza-



da de agua/2-propanol, funde a 175-180° C, con descomposición.

Con rendimiento igualmente bueno y la misma pureza se obtuvo N-carboximetil-glucamina empleando 10 g de paladio sobre carbón activo (al 10 %) en lugar de níquel de Raney como catalizador y actuando en lo demás en las mismas condiciones experimentales.

De manera análoga se obtuvieron los compuestos siguientes:

10. B) N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-DL-alfa-alanina

La preparación se efectuó a partir de D-glucosa y DL-alfa-alanina, con empleo de níquel de Raney o de paladio/carbón activo (al 10 %) como catalizador. El punto de fusión del compuesto fue de 225-226° C, con descomposición.

15. C) N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-DL-serina

La preparación se efectuó a partir de D-glucosa y L-(-)-serina. Como catalizadores se utilizaron níquel de Raney y respectivamente paladio/carbón activo (al 10 %).

El punto de fusión del compuesto fue de 202° C, con descomposición.

20. D) Acido N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-aspártico, sal monosódica

El producto se preparó a partir de D-glucosa y ácido L-(+)-aspártico (sal monosódica), con empleo de níquel de Raney, y respectivamente de paladio/carbón activo (al 10 %) como catalizador. El compuesto fundió a 89-90° C.

25. E) Acido N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-aspártico

La preparación se efectuó a partir de D-glucosa y ácido L-(+)-aspártico, con empleo de paladio/carbón activo



(al 10 %) como catalizador, y dió un producto céreo, amarillento.

F) N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-arginina

5. So utilizaron como materias de partida D-glucosa y L-(+)-arginina. La aminación reductora se efectuó con empleo de níquel de Raney y respectivamente de paladio/carbón activo (al 10 %) como catalizador y en el intervalo de temperatura de 50 a 70° C y dió un producto resinoso incoloro.

G) N,N'-di-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-arginina

10. La preparación se efectuó por aminación reductora de D-glucosa y L-(+)-arginina en la relación molar de 2:1, con empleo de níquel de Raney y respectivamente de paladio/carbón activo (al 10 %) como catalizador y en el intervalo de temperatura de 50 a 70° C. Se obtuvo como producto de la reacción una resina de color amarillo claro.

H) Acido N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-glutámico

20. El producto se preparó a partir de D-glucosa y ácido L-(+)-glutámico, con empleo de níquel de Raney y respectivamente de paladio/carbón activo (al 10 %) como catalizador. El producto presentó un punto de fusión de 94° C y un índice R_F de 0,61 (averiguado en placas listas DC de gel silíceo G (Merck) con un eluyente de 85 volúmenes de metanol y 15 volúmenes de agua).

J) N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(-)-histidina

25. La preparación se efectuó a partir de D-glucosa y L-(-)-histidina, con empleo de paladio/carbón activo (al 10 %) como catalizador, y dió un producto con punto de fusión de 165 a 170° C (descomposición).

K) N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-DL-treonina



- Se utilizaron como materias de partida D-glucosa y DL-treonina. La aminación reductora se efectuó con empleo de níquel de Raney y respectivamente de paladio/carbón activo (al 10 %) y dió un producto con punto de fusión de 219° C. (descomposición) y un índice R_F de 0,67 (averiguado en placas listas DC de gel de sílice G (Merck) con un eluyente hecho de 75 volúmenes de metanol y 25 volúmenes de agua).

L) N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-DL-metionina

- El compuesto se preparó a partir de D-glucosa y DL-metionina, con empleo de níquel de Raney y respectivamente paladio/carbón activo (al 10 %) como catalizador. El compuesto presentó un punto de fusión de 245° C (descomposición) y un índice R_F de 0,71 (averiguado como en el caso K).

M) N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-citrulina

- La preparación se efectuó a partir de D-glucosa y L-(+)-citrulina, con empleo de níquel de Raney y respectivamente de paladio/carbón activo (al 10 %) como catalizador, mediante un calentamiento de 2 horas a 50° C y de 4 horas a 70° C, y dió un producto con punto de fusión de 176° C y un índice R_F de 0,7, averiguado en placas listas DC de gel de sílice G (Merck) con un eluyente hecho de 50 volúmenes de metanol y 50 volúmenes de agua.

D) N,N'-di-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-lisina

- Se utilizaron como materias de partida D-glucosa y L-(+)-lisina en la relación molar de 2:1. La aminación reductora se realizó con empleo de níquel de Raney y respectivamente de paladio/carbón activo (al 10 %) como catalizador, mediante un calentamiento de 2 horas a 50° C y de 4 horas a 70° C, y dió un producto rosinoso, amarillento.



23
O) N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(-)-tirosina

La preparación se efectuó a partir de D-glucosa y L-(-)-tirosina, con empleo de níquel de Raney y respectivamente de paladio/carbón activo como catalizador, y dió

5. un producto resinoso o incoloro, con índice R_F de 0,70 (averiguado en placas listas DC de gel de sílice G (Merck) con un eluente hecho de 50 volúmenes de metanol, 50 volúmenes de agua y 2 volúmenes de ácido acético glacial).

P) N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-lisina

10. Se utilizaron como materias de partida D-glucosa y L-(+)-lisina en la relación molar de 1 : 1. La aminación reductora se realizó con empleo de paladio/carbón activo (al 10 %) como catalizador y dió un producto ceroso, incoloro.

15. Q) Acido N-(2,3,4,5-tetrahidroxi-pentil)-L-(+)-glutámico

Este compuesto se preparó a partir de D-ribosa y ácido L-(+)-glutámico, con empleo de níquel de Raney como catalizador. Se obtuvo un producto resinoso con un índice R_F de 0,80 (averiguado como en el caso M).

20. R) N-(5-carboxi-2,3,4,5-tetrahidroxi-pentil)-L-(-)-histidina, sal monosódica

La preparación se efectuó a partir de la sal sódica del ácido D-glucurónico y de L-(-)-histidina, con empleo de níquel de Raney como catalizador, mediante un calentamiento de 2 horas a 50° C y de 4 horas a 70° C. Como producto de la reacción se obtuvo una resina pardusca.

25.

S) N-(5-carboxi-2,3,4,5-tetrahidroxi-pentil)-L-(+)-citrulina

Este compuesto se preparó a partir de ácido D-glu-



curónico y L-(+)-citrulina, con empleo de níquel de Raney como catalizador. Como producto de la reacción se obtuvo un aceite pardusco, muy viscoso.

T) Acido N-(5-carboxi-2,3,4,5-tetrahidroxipentil)-L-(+)-glutámico

5. Se utilizaron como materias de partida ácido D-glucurónico y ácido L-(+)-glutámico. La aminación reductora se efectuó con empleo de níquel de Raney como catalizador, con un calentamiento de 2 horas a 50° C y de 4 horas a 70° C, y dió un producto con punto de fusión de 90° C (con sinterización) e índice R_F de 0,70 (averiguado en placas listas DC de gel de sílice G (Merck) con un eluyente hecho de 70 volúmenes de metanol y 30 volúmenes de agua).

U) N-(2,3,4,5-tetrahidroxipentil)-L-(+)-citrulina

15. La preparación se efectuó a partir de D-ribosa y L-(+)-citrulina, con empleo de níquel de Raney como catalizador, por calentamiento durante 2 horas a 50° C y durante 4 horas a 70° C, y dió un producto con punto de fusión de 172 a 175° C (descomposición) e índice R_F de 0,52 (averiguado como en el caso T).

V) N-(2,3,4,5-tetrahidroxipentil)-L-(-)-tirosina

20. Este compuesto se preparó a partir de D-ribosa y L-(-)-tirosina, con empleo de níquel de Raney como catalizador y por calentamiento durante 2 horas a 50° C y durante 4 horas a 70° C. El producto de la reacción apareció como una masa corosa amarillenta, con índice R_F de 0,65 (averiguado como en el caso M).

W) Acido N-(2,3,4,5,6-pentahidroxihexil)-p-amino-benzico



23 DEC 1974

5. Se utilizaron como materias de partida D-glucosa y ácido p-aminobenzoico. La aminación reductora se realizó con empleo de níquel de Raney como catalizador, calentando durante 2 horas a 50° C y durante 3 horas a 70° C, y dió un producto con punto de fusión de 111 a 112° C.

X) Acido N-(1,3,4,5,6-pentahidroxi-2-hexil)-L-(+)-glutámico

10. La preparación se efectuó a partir de D-fructosa y ácido L-(+)-glutámico, con empleo de níquel de Raney como catalizador y calentando durante 2 horas a 50° C y durante 3 horas a 70° C. El producto de la reacción presentó un punto de fusión de 149° C (descomposición) y un índice R_F de 0,62 (averiguado como en el caso T).

Y) N-(1,3,4,5,6-pentahidroxi-2-hexil)-DL-serina

15. Este compuesto, que se presentó en forma de producto resinoso, se preparó a partir de D-fructosa y DL-serina, empleando níquel de Raney como catalizador y calentando durante 2 horas a 50° C y durante 3 horas a 70° C.

Z) N-(2,3,4,5,6-pentahidroxi-hexil)-L-(+)-cisteína

20. La preparación se efectuó a partir de D-glucosa y L-(+)-cisteína, con empleo de paladio/carbón activo como catalizador, y dió un producto resinoso amarillento.

25. Para conseguir sales de dichos ácidos N-polihidroxi-alquil-amínicos con metales alcalinos, amonio, mono-, di- y tri-etanolamina o ión de trimetil-etanol-amonio, se trataron soluciones acuosas de los ácidos N-polihidroxi-alquil-amínicos con las cantidades equimolares de la base respectiva y se evaporó en vacío. Para muchos fines pudieron emplearse también directamente las soluciones acuosas de los



ácidos N-polihidroxialquil-amínicos o de sus sales.

La determinación del poder de absorción de agua de los compuestos de este invento se efectuó midiendo el incremento de peso después de almacenamiento con 100 % de humedad relativa del aire por un período de tiempo determinado (en la mayoría de los casos, 48 horas) y expresándolo en mg de agua por 100 mg de sustancia.

El poder de retención del agua se averiguó determinando el contenido residual de agua de una muestra húmeda (la humectación se realizó con 300 mg de H₂O por 100 mg de sustancia) después de almacenamiento a 0 % de humedad relativa, con presión de 12 Torr y por un tiempo de 45 minutos, 1 1/2 horas y 8 horas; se expresó en mg de agua por 100 mg de sustancia.

Los índices obtenidos en estas mediciones están expuestos en la Tabla 1 que sigue.

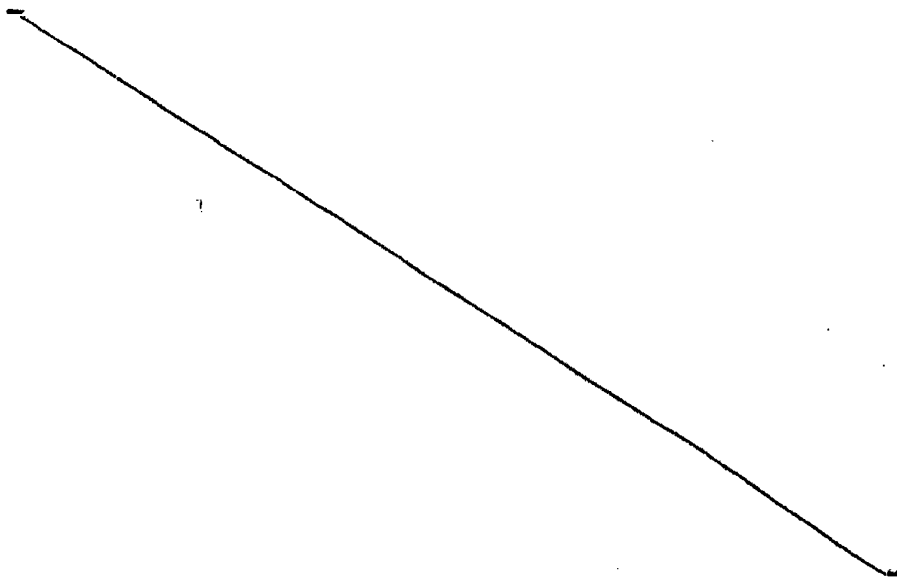




Tabla 1

Poder de absorción y de retención de agua de los ácidos
N-polihidroxiálquil-aminicos

5.	Producto	Retención de agua en mg/100 mg de subs- tancia			Absorción de agua en mg/100 mg de substancia
		al cabo de 45 minutos	al cabo de 90 minutos	al cabo de 8 horas	
	A	10,2	6,3	3,6	43,6 al cabo de 31,5 h
10.	B	5,0	-	-	6,8 al cabo de 7,5 h
	C	6,3	2,1	-	84,5
	P	10,0	0,2	-	148,9
	E	69,0	30,9	13,6	89,3
	H	14,0	11,9	8,0	107,5 al cabo de 28 h
15.	Z	-	-	-	41,7 al cabo de 28 h
	M	38,7	27,7	14,4	123,0
	O	28,5	21,9	13,3	113,0
	J	88,5	23,3	12,6	102,8
20.	L	0,3	-	-	93,2
	G	14,7	12,5	9,2	91,6
	K	23,4	17,1	13,5	86,4
	N	8,9	8,0	6,2	115,5
	D	38,6	25,1	14,4	240,6
25.	Sel trietanola- minica de A	19,5	14,5	6,8	115,0
	Sel sódica de A	21,3	16,0	7,9	144,0
	Sel sódica de G	55,7	20,0	14,2	186,7
	Sel trietanola- minica de L	12,6	-	-	118,8



Tabla 1 (Continuación)

Poder de absorción y de retención de agua de los ácidos
N-polihidroxiálquil-amínicos

5.	Producto	Retención de agua en mg/100 mg de substancia			Absorción de agua en mg/100 mg de substancia
		al cabo de 45 minutos	al cabo de 90 minutos	al cabo de 8 horas	al cabo de 48 horas o de las horas indicadas
	Sal sódica de K	21,0	12,8	9,4	223,3
10.	Sal mono-triotanolamínica de E	8,9	6,9	4,8	188,6
	Sal triotanolamínica de M	21,1	12,8	4,0	90,7
	Sal triotanolamínica de Z	22,5	12,0	6,6	87,0
	Sal sódica de B	21,4	12,4	6,5	207,5
15.	Sal triotanolamínica de B	6,2	0,5	-	173,5
	Sal sódica de J	29,5	22,0	17,3	161,8
	Sal triotanolamínica de J	-	-	-	113,6
	Sal sódica de O	94,7	12,7	10,2	186,3
20.	Sal triotanolamínica de O	29,2	14,7	6,8	175,8
	Sal sódica de C	14,5	13,5	11,0	319,8
	Sal triotanolamínica de C	18,2	11,9	7,4	171,1
	Sal sódica de L	29,1	21,4	15,5	178,4
	Sal triotanolamínica de K	23,7	15,0	8,6	125,7
25.	Sal triotanolamínica de F	23,1	14,5	8,0	150,7
	Sal sódica de H	71,9	56,2	17,2	173,5
	Sal triotanolamínica de H	15,0	-	-	201,0



Tabla 1 (Continuación)

Podor de absorción y de retención de agua de los ácidos

N-polihidroxiálquil-amínicos

Producto	Retención de agua en mg/100 mg de substancia			Absorción de agua en mg/100 mg de substancia
	al cabo de 45 minutos	al cabo de 90 minutos	al cabo de 8 horas	al cabo de 48 horas o de las horas indicadas
5. Sal sódica de M	21,6	17,4	12,7	166,1
Sal sódica de Z	6,4	4,7	2,4	92,3
10. X	2,5	19,9	15,0	101,4
Y	13,2	10,5	6,2	76,4
Sal monosódica de X	15,9	13,7	11,6	190,3
Sal disódica de X	36,4	26,0	20,7	264,4
15. Sal mono-triotanola- mínica de X	10,5	8,4	6,3	152,4
Sal sódica de Y	18,6	16,1	11,1	143,4
Sal triotanolamí- nica de Y	26,1	15,5	8,5	204,9
T	15,8	11,2	8,6	116,9
S	23,8	17,2	13,8	93,4
20. R	26,4	18,1	11,3	96,1
Sal trisódica de T	36,8	25,1	19,1	172,2
Sal tri-triotanola- mínica de T	17,2	11,9	7,2	212,6
Q	10,6	0,2	-	74,0
V	16,6	9,0	4,7	124,7
25. U	9,2	0,1	-	51,3

n-n = significa que no se midió



De la tabla anterior se desprende, además de la gran capacidad de absorción de agua, el considerable poder de retención del agua que tienen los compuestos de este invento, sobre todo en forma de sus sales sódicas o triotano-

5. Lemnincas,

A continuación se exponen todavía unos ejemplos de preparaciones cosméticas que contienen sustancias de este invento en calidad de factores de retención de la humedad cutánea.

	<u>Crema de día débilmento ongrasante</u>		
10.	Glicérido parcial de ácido grado		
	Gutina MD ^(R) Dehydag	6,0	partes en peso
	Acido esteárico	8,0	"
	Mezcla de emulgentes no ionógenos		
	Emulgin C 700 ^(R) Dehydag	3,0	"
15.	2-octildodecanol	4,0	"
	Aceite vegetal	3,0	"
	Aceite de parafina	3,0	"
	Triotanolamina	0,4	"
	1,2-propilonglicol	3,0	"
20.	Producto G, sal sódica	8,0	"
	Nipagin M	0,2	"
	Esencia de perfume	1,0	"
	Agua	60,4	"

25. Crema para bebés

Mezcla de ésteres de peso molecular alto, predominantemente ésteres mixtos de pentaeritrita-éster de ácido graso y ésteres de ácido



	cítrico y alcohol graso, Dohymulés E ^(R) Dohydag		7,0 partes en peso
	Ester decílico de ácido oleico	10,0	"
	Vasolina	10,0	"
5.	Lanclina	5,0	"
	Acido bórico	0,2	"
	Talco	12,0	"
	Oxido de zinc	8,0	"
	Nipagin M	0,2	"
10.	Producto T, sal trisódica	12,0	"
	Agua	35,6	"
	<u>Crema de noche</u>		
15.	Mezcla en dispersión coloidal de 90 partes de alcohol cotilostearílico y 10 partes de sulfato sódico de laurilo	10,0	"
	2-octildodocanol	12,0	"
	Aceito vegetal	7,0	"
	Lanolina	2,0	"
	Glicerina	1,0	"
20.	Producto D	10,0	"
	Nipagin M	0,2	"
	Esencia de perfume	1,0	"
	Agua	56,8	"
	<u>Crema de bore-glicerina</u>		
25.	Mezcla en dispersión coloidal de 90 partes de alcohol cotilostearílico y 10 partes de sulfato sódico de laurilo	12,0	"
	2-octildodocanol	8,0	"
	Aceito vegetal	5,0	"



	Acido bórico	2,0 partes en peso	
	Glicorina	28,0	"
	Nipagin M	0,2	"
	Producto X, sal disódica	15,0	"
5.	Agua	29,8	"
	<u>Croma antiscler</u>		
	Mezcla de ésteres de peso molecular alto con materias grasas Dohymuls K ^(R) Dohydag	30,0	"
	Estor docílico de ácido oleico	15,0	"
10.	Agente antiactínico	5,0	"
	Nipagin M	0,2	"
	Producto M	10,0	"
	Agua	39,8	"
	<u>Máscara facial</u>		
15.	Mezcla de glicérido parcial de ácido graso con emulgentes Cutina LE ^(R) Dohydag	12,0	"
	Estor docílico de ácido oleico	4,0	"
	Aceite vitamínico	5,0	"
	Caolín	2,0	"
20.	Almidón de arroz	3,0	"
	Nipagin M	0,2	"
	Producto Y, sal triotanolamínica	12,0	"
	Agua	61,8	"
	<u>Agua para el afeitado</u>		
25.	Alcohol oleil-estílico	1,0	"
	Etanol al 96 %	67,5	"
	Montcl	0,2	"
	Alcanfor	0,2	"
	Bálsamo del Perú	0,1	"



	Perfumo	0,5 partes en peso	
	Extracto de hamamelis	10,0	"
	Acido bórico	0,5	"
5.	Producto J, sal sódica	10,0	"
	Agua	10,0	"
	<u>Agua para el rostro</u>		
	Zumo de pepino	15,0	"
	Acido cítrico	0,2	"
10.	Etanol al 96 %	15,0	"
	Producto G, sal sódica	10,0	"
	Perfumo	1,0	"
	Agua	58,8	"

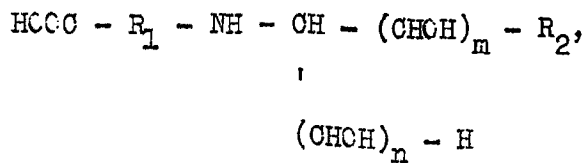
15. En lugar de los compuestos de este invento indicados en las formulaciones que anteceden, pueden utilizarse también, con resultado igualmente bueno, otros de los productos del invento que se han reseñado.

= . =

REIVINDICACIONES

20. Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente alemana nº P 23 64 525.2 del 24 de Diciembre de 1973.

25. 1.- Procedimiento para la preparación de ácidos N-polihidroalquil-amínicos de la fórmula general

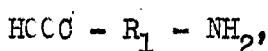




on la que

- R_1 representa un radical fenilónico o un grupo de la fórmula general $-CHR_3^m$ (donde R_3 significa un átomo de hidrógeno o un grupo de alquilo inferior, de bencilo (eventualmente substituído por un grupo hidroxílico), de hidroxi-alquilo, de mercapto-alquilo, de metilico-alquilo, de aminoalquilo, de polihidroxialquilaminoalquilo, de carboxialquilo, de guanidinalquilo, de N-polihidroxialquilguanidinalquilo o de uroidoalquilo,
5. R_2 representa un grupo $-CH_2CH$ o $-C(CH_2)$,
 10. m representa los números 3 ó 4

- y
15. n representa el número 0, cuando $m = 3$ ó 4 , o el número 1, cuando $m = 3$ y $R_2 = -CH_2CH$, y de sus sales, caracterizado por realizarse una aminación catalítica reductora de monosacáridos y ácidos urónicos con aminoácidos de la fórmula general
- 20.



on la que

- R_1 tiene el mismo significado que se le ha atribuído antes.
25. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en su realización por aminarse por vía reductora hexosas, pentosas o los ácidos urónicos respectivos, en una solución en alcoholes éteres cíclicos u oligómeros o en sus mezclas con agua, a temperatura entre 50 y 100° C,

129



230

- on presencia de catalizadores de la hidrogenación (como níquel de Raney), paladio sobre carbón activo o cronito de cobre) y bajo presión de hidrógeno de 1 a 200 atmósferas absolutas, con aminoácidos de la fórmula general $H_2C-CR_1-NH_2$ (donde R_1 tiene el mismo significado que se le ha atribuido antes) en la relación molar de aminoácido o monosacárido o respectivamente a ácido urónico de 1 : 1 o respectivamente 1 : p (donde p expresa el número de los grupos amínicos o respectivamente de las funciones de nitrógeno reactivas en la molécula del aminoácido), evaporarse las soluciones reaccionales después de separar por filtración el catalizador y eventualmente recristalizarse de una mezcla de alcohol y agua los ácidos N-polihidroxiálquil-amínicos obtenidos o hacerlos reaccionar con las cantidades equimolares de hidróxido sódico o de trietanolamina.

15. 3.- Procedimiento para la preparación de ácidos N-polihidroxiálquil-amínicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 24 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

20. Madrid, a 23 de Diciembre de 1974

P.a.

JAIME IBERN

P.P.

Firmado: JOSE L. MORA

mpc.

per