

P A T E N T E
D E
I N T R O D U C C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ACIDOS SULFONAMIDO CARBOXILICOS AROMATICOS NITRADOS", a favor de la firma española HISPANO QUIMICA HOUGHTON, S.A., residente en BARCELONA, P^a Zona Franca, 61-67.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Es sabido que los ácidos sulfonamido-carboxílicos alifáticos de cadena larga tienen afinidad con los metales y que estos ácidos son utilizados en solución acuosa o en emulsiones de aceites minerales, para el trabajo de los metales, tanto en el trabajo por arranque de metal, por ejemplo, para el amndrilado, alisado, el aterrajado o fileteado, el torneado, el fessado, el aserrado y el pulido de las piezas de trabajo, como en el trabajo sin arranque de metal, por ejemplo en el estirado y laminado, así como para el temple

5. por calentamiento a altas frecuencias, cuando para el enfria-

10.

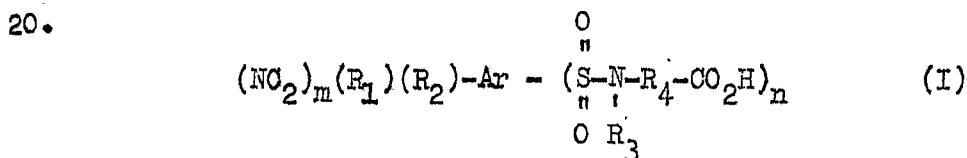
miento brusco se utilice agua o soluciones acuosas.

- Sin embargo, el campo de aplicación de esta clase de compuestos es limitado. Por razón de su constitución, estas
5. substancias tienen propiedades tensoactivas y oleófilas; son pues más o menos convenientes como emulsionantes, ya sea aisladamente, ya sea asociadas a otras composiciones para el emulsionado de aceites de origen vegetal o animal, de aceites minerales, aceites grasos, ácidos grasos, grasas lubricantes, etc. Las emulsiones de este tipo ofrecen sin
10. embargo varios inconvenientes, tanto desde el punto de vista de su manipulación como de sus propiedades. Esta es la razón por la cual, para preparar estas emulsiones, es necesario en lo posible utilizar agua de poca dureza. Es sabido que las composiciones de estas emulsiones se modifican según
15. las condiciones de trabajo. Pierden ya sea agua, ya sea aceite, lo que hace indispensable una verificación constante de las adiciones de agua y de aceite. Sucede con frecuencia que las emulsiones sufren una descomposición de mezcla con formación de "crema", que se rompen bajo la acción de temperaturas demasiado altas o que son atacadas por bacterias. Otro
20. inconveniente es la opacidad de las emulsiones, que hace imposible la observación de la pieza en trabajo durante la operación de elaboración. Finalmente, las emulsiones usadas, cuando ya son inutilizables, deben ser descompuestas en instalaciones adecuadas, de conformidad con las disposiciones
25. correspondientes a la depuración de las aguas residuales.

Por estas razones se han hecho esfuerzos para poner a punto agentes lubricantes y de enfriamiento exentos de aceites, hidrosolubles y protectores contra la corrosión al hierro y a las aleaciones férricas y que sean eficaces, incluso

- en fuertes diluciones y que no ofrezcan los inconvenientes anteriormente descritos de las emulsiones. Como productos hidrosolubles de esta clase han sido propuestos algunos a base de ácidos alquilosulfonamido-carboxílicos de cadena larga o a base de ácidos alquilarilsulfonamido-carboxílicos de cadena larga. Sin embargo, estos productos no han sido totalmente satisfactorios. Así, por ejemplo, la acción protectora contra la corrosión es insuficiente para un gran número de aplicaciones. Otras características tienen también con frecuencia un efecto contraproducente, como una formación muy intensa de espuma o la adherencia a las máquinas. Otros líquidos para el trabajo de los metales, sin contenido de aceites, utilizados en la práctica, no tienen una tendencia tan pronunciada a la formación de espuma, pero sólo tienen en cambio una débil acción protectora contra la corrosión.

Ahora bien, el solicitante de la patente ha encontrado que los ácidos sulfonamido-carboxílicos nitrados que responden a la fórmula general I

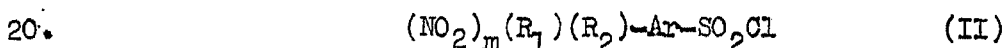


- bajo la forma de sus sales con bases minerales u orgánicas en líquidos acuosos eran muy convenientes como agentes que facilitan el trabajo de los metales, teniendo un efecto protector contra la corrosión en el caso del hierro y de las aleaciones férricas, así como una acción lubricante notable y una débil tendencia a la formación de espuma.

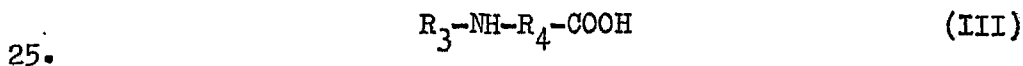
En la fórmula I

- R y R representan el hidrógeno, el flúor, el cloro, el bromo, un resto alquilo o alcoxi teniendo de 1 a 4 átomos de carbono, la suma de los átomos de carbono de los dos restos R y R no debiendo ser superior a 7 y preferiblemente a 4,
5. Ar representa un resto benzeno o naftaleno,
- R₃ representa el hidrógeno, un resto alquilo no teniendo más de 4 átomos de carbono, el resto β -ciano-etilo o un resto hidroxialquílico teniendo de 2 a 4 átomos de carbono.
10. R₄ representa un resto alquileo cuya cadena contiene más de 2 y preferentemente más de 4 átomos de carbono, que puede llevar además como sustituyentes grupos metilos o etilos, y
15. m y n son cada uno iguales a 1 ó 2.

Para fabricar los compuestos que responden a la fórmula general I, se condensan nitro-arilo-sulfocloruros que respondan a la fórmula II



en la cual R₁, R₂, Ar y m tienen los significados anteriormente indicados, en presencia de aceptadores de ácidos, con aminoácidos alifáticos que respondan a la fórmula III



en la cual R₃ y R₄ tienen los significados indicados anteriormente. La reacción puede efectuarse en solución acuosa o en un disolvente inerte. En solución acuosa, se opera generalmente a temperaturas de aproximadamente 0° a 50°C, más

- ventajosamente a la temperatura ambiente o a una temperatura ligeramente más elevada. En estas condiciones se añade el nitro-aril-sulfocloruro despacio y por partes a la solución del aminoácido. Para completar la reacción, resulta ventajoso agitar la mezcla durante cierto tiempo todavía, después de terminada la adición del aminoácido. De la mezcla de reacción se puede precipitar el ácido nitroarilosulfonamidoalquileno-carboxílico en su forma libre, regulando el pH entre 1 y 3. Para acidificar la mezcla de reacción, se utilizan generalmente sales minerales como el ácido clorhídrico, el ácido sulfúrico o el ácido fosfórico.

- Para la formación de las sales con los ácidos sulfonamido-carboxílicos anteriormente indicados, se pueden considerar bases minerales u orgánicas cualesquiera, a condición de que conduzcan a productos hidrosolubles. El término "hidrosoluble" debe entenderse aquí englobando también los coloides, los emulsoides y los suspensoides. Para la formación de sales, se pueden utilizar álcalis, por ejemplo, o preferentemente, bases orgánicas como, por ejemplo, las monodi- y trimetilaminas, las mono-, di- y trietilaminas, la monoisopropilamina, las mono- y dibutilaminas, la 3-metoxipropilamina, la mono-2-etil-hexilamina, la dimetilaminopropilamina, las mono-, di- y trietanolaminas, el 3-amino-propanol, la monometil-etanolamina, la dimetil-etanolamina, la monoisopropanolamina, la tri-isopropanolamina, la ciclohexamina, la N,N-dimetil-ciclohexamina, la morfolina, la piridina, la quinoleína, la etilenodiamina, la dietileno-triamina, la penta-etileno-hexamina, o también aminoácidos, por ejemplo aminas grasas, que se hacen reaccionar con óxidos

de alquilenos conteniendo de 2 a 4 átomos de carbono, etc.

Para la formación de sales, se pueden utilizar los componentes en proporciones estequiométricas, o bien utilizar uno u otro de ellos en exceso.

5. Para la preparación de los líquidos destinados a facilitar el trabajo de los metales, de conformidad con la presente invención, líquidos que son preferentemente soluciones acuosas limpiadas, pero que también pueden ser eventualmente emulsiones o dispersiones, se utilizan, por razones de orden económico, cantidades de coadyuvantes tan pequeñas como sea posible. Una concentración de coadyuvantes un poco inferior al 10% de peso es generalmente suficiente. Una ventaja primordial de los agentes que protegen contra la corrosión y facilitan el trabajo de los metales, de conformidad con la presente invención, es el de poseer una excelente eficiencia, incluso en pequeñas concentraciones. Así es como en numerosos casos se obtiene, con los productos según la invención, una acción suficiente incluso en concentraciones tan bajas como aproximadamente 0,5% del peso.
- 10.
- 25.
20. La concentración de empleo de los nuevos agentes protectores contra la corrosión y que facilitan el trabajo de los metales depende ante todo, así como para los agentes ya conocidos, de la dificultad que ofrece la operación de elaboración. De modo general, las concentraciones de empleo de los nuevos agentes están aproximadamente comprendidas entre 0,1 y 2% del peso. En ciertos casos especiales, sin embargo, se puede quedar por debajo de estos valores o superarlos.

Los líquidos acuosos que contienen agentes de conformidad con esta invención pueden ser aplicados para las ope-

- raciones usuales de elaboración de los metales, para el hierro y las aleaciones férricas, como agentes de enfriamiento, de lubricación o de enjuague, etc. En cuanto a las operaciones parciales, puede tratarse de formación con arranque de virutas, como el taladrado, mandrilado, el fileteado, el rosado, torneado, fresado, aserrado, pulido, así como del trabajo de los metales sin arranque de virutas, como el trefilado, laminado y prensado, así como del enfriamiento brusco en el temple. El uso de los líquidos acuosos de conformidad con la presente invención para el trabajo de los metales ha demostrado ser especialmente ventajosa, por ejemplo, en las operaciones de pulido, ya que no se producen en este caso los agarrotamientos de muelas que se observan generalmente cuando se utilizan coadyuvantes oleosos. Simultáneamente, los nuevos coadyuvantes permiten evitar la corrosión de las piezas pulidas, que están de por sí especialmente sujetas a la misma.
- 5.
 - 10.
 - 15.

- Fuera de la elaboración de los metales, los compuestos que responden a la fórmula I pueden ser igualmente utilizados, bajo la forma de sus sales, como inhibidores de corrosión de gran eficacia en los líquidos acuosos que están en contacto con el hierro o las aleaciones férricas, por ejemplo, en los líquidos de enfriamiento por agua. Aquí también, demuestran ser activos en débiles concentraciones de empleo, tales como las anteriormente indicadas para su empleo como agentes facilitadores del trabajo de los metales.
- 20.
 - 25.

Para los ácidos sulfonamido-carboxílicos que responden a la fórmula general I, es esencial que el resto alquileo R_4 tenga una longitud de cadena de por lo menos 3 átomos de carbono. Se utilizan en general compuestos en los cuales la

cadena alquileo del resto R_4 tiene aproximadamente hasta 15 átomos de carbono, preferentemente 5 a 10 átomos de carbono. Estos que, en la posición R_3 no llevan hidrógeno sino un resto alquilo, preferiblemente el resto metilo o etilo,

5. son los particularmente adecuados.

Como compuestos que responden a la fórmula I, utilizables de conformidad con la invención, se citará por ejemplo, el ácido o-nitro-benceno-sulfonil- δ -amino-valérico, el ácido o-nitro-benceno-sulfonil-N-metil- δ -amino-valérico, el ácido 10. m-nitro-benceno-sulfonil- ϵ -amino-caprónico, el ácido o-nitro-benceno-sulfonil-N-etil- ϵ -amino-caprónico, el ácido m-nitro-benceno-sulfonil-N-butil- ϵ -amino-caprónico, el ácido 4-metoxi-2-nitro-benceno-sulfonil- δ -amino-valérico, el ácido 4-metoxi-2-nitro-benceno-sulfonil- ϵ -amino-caprónico, el 15. ácido 3,5-dinitro-4-cloro-benceno-sulfonil-N-metil- ϵ -amino-caprónico, el ácido m-nitro-benceno-sulfonil-N-metil- δ -amino-octano- ϵ -carboxílico, el ácido 1-nitro-naftaleno-sulfonil- ϵ -amino-caprónico, el ácido 1-nitro-naftaleno-sulfonil-N-metil- ϵ -amino-caprónico, el ácido 3,5-dinitro-20. 4-fluoro-benceno-sulfonil- δ -amino-valérico, el ácido m-nitro-benceno-sulfonil- ω -amino-undecanoico, el ácido nitro-tolueno-sulfonil-N-metil- ϵ -amino-caprónico, el ácido m-nitro-benceno-sulfonil- δ -amino-butírico, el ácido 4-etoxi-2-nitro-benceno-sulfonil- δ -amino-valérico, el ácido 4-fluoro-2-25. nitro-benceno-sulfonil- ϵ -amino-caprónico, el ácido 3-nitro-(1,5)-dibenceno-sulfonil- ϵ -amino-caprónico, el ácido m-nitro-benceno-sulfonil-N- β -ciano-etil- β -amino-caprónico, el ácido m-nitro-benceno-sulfonil-N- β -hidroxi-etil- β -amino-caprónico.

Una serie de ejemplos típicos de síntesis expondrá más claramente la preparación de los nuevos ácidos nitro-arilo-sulfonamida-alquileno-carboxílicos adecuados para la preparación de sales. Estos ejemplos tienen por objeto ilustrar la presente invención, cuyo alcance no pueden limitar de ningún modo. Salvo indicación en forma explícita, las partidas están indicados por peso.

EJEMPLO I

10. En un matraz redondo de cuatro cuellos, provisto de un agitador de gran velocidad y de un termómetro interior, se disuelven 131,18 partes de ácido ϵ -amino-caprónico, en una solución acuosa formada por 48 partes de sosa cáustica y 600 partes de agua. Bajo agitación intensa se añaden a continuación a la solución, por partes y en 3 horas, 232,7
15. partes de m-nitro-benceno-sulfocloruro recientemente preparado. Mediante la adición gota a gota de una solución acuosa de sosa cáustica y por enfriamiento exterior, se cuida de que el pH de la solución quede continuamente entre 12,5 y 13, y de que la temperatura interior esté comprendida entre 25 y 30° C. Se sigue agitando a continuación durante una hora y a continuación se separa cuidadosamente el concentrado acuoso por filtración. Se lleva a 1-2 el pH del filtrado por medio de ácido clorhídrico concentrado. El ácido m-nitro-benceno-sulfonil- ϵ -amino caprónico se precipita entonces en estado cristalizado. Se le separa por
20. filtración, obteniéndose 280 partes del mismo, con un índice de ácido igual a 170.
- 25.

Puede utilizarse inmediatamente este producto bruto para la preparación de agentes protectores contra la corro-

si3n y que faciliten el trabajo de los metales. Por nueva cristalizaci3n en una mezcla de agua/etanol, se obtiene el 3cido m-nitro-benceno-sulfonil- ϵ -amino-oapr3ico en estado de pureza.

5. Punto de fusi3n: 116-117°C.
Indice de 3cido: calculado: 177,5; encontrado: 177,0
N : calculado: 8,8; encontrado: 8,3
S : calculado: 10,1; encontrado: 10,2.

EJEMPLO 2.

10. En las condiciones de reacci3n an3logas a las descritas en el ejemplo 1, se hacen reaccionar 131,18 partes de 3cido ϵ -amino-oapr3ico con 232,7 partes de m-nitro-benceno-sulfocloruro. Se a3ade despu3s, gota a gota, en 90 minutos, con una temperatura inicial de 25 a 30°C, 138,7 partes de sulfato de dimetilo y 60 partes de una soluci3n de sosa al 32% (% en peso). La temperatura de la mezcla sube entonces a 42-45°C.

20. Se sigue agitando durante media hora y a continuaci3n se calienta durante otros 30 minutos a 50°C. Se a3ade entonces a la mezcla 200 partes de agua y se lleva a fuerte ebullici3n durante 15 minutos. Se conduce a continuaci3n, en caliente, el pH del condensado a 1-2 por medio de 3cido clorh3drico concentrado; el 3cido m-nitro-benceno-sulfonil N-metil- ϵ -amino-oapr3ico bruto se precipita entonces bajo la forma de un aceite marr3n espeso, que despu3s de algunas horas se endurece dando un bloque cristalizado de naturaleza cerosa. Se obtienen as3 350 partes de un producto bruto todav3a h3medo, con un indice de 3cido igual a 155, el cual puede ser utilizado directamente para la preparaci3n de agentes protectores contra la corrosi3n y que faciliten el
- 25.

trabajo de los metales. Se obtiene en estado de pureza el ácido m-nitro-benceno-sulfonil-N-metil- ϵ -amino-caprónico por recristalización en agua/etanol.

Punto de fusión: 82-84°C

5. Índice de ácido: calculado: 170; encontrado: 170
N : calculado: 8,5; encontrado: 8,4
S : calculado: 9,7; encontrado: 9,7

EJEMPLO 3.

- Del modo descrito en el ejemplo 1, se condensan
10. 131,18 partes de ácido ϵ -amino-caprónico con 232,7 partes de m-nitrobenceno-sulfocloruro. Seguidamente, en las condiciones de reacción análogas a las descritas en el ejemplo 2, se alquila sobre el átomo de nitrógeno el producto de condensación por medio de 169,5 partes de sulfato de dietilo. Después de la acidificación y del aislamiento como ha sido descrito detalladamente en el ejemplo 2, se obtienen 350 partes de ácido m-nitro-benceno-sulfonil-N-etil- ϵ -amino-caprónico con un índice de ácido igual a 150 bruto, que se presenta bajo forma de aceite y que es utilizado directamente para la preparación de agentes protectores contra la corrosión y que facilitan el trabajo de los metales.

EJEMPLO 4.

- Del modo descrito en el ejemplo 1, se hacen reaccionar 131,18 partes de ácido ϵ -amino-caprónico con 232,7 partes
25. de o-nitro-benceno-sulfocloruro. Después del tratamiento y del aislamiento, se obtienen 300 partes de ácido o-nitrobenceno-sulfonil- ϵ -amino-caprónico con un índice de ácido igual a 170 y cuyo tratamiento ulterior se efectúa directamente.

EJEMPLO 5.

En las condiciones de reacción análogas a las indicadas en el ejemplo 1, se hacen reaccionar 131,1 partes de ácido ϵ -amino-caprónico con 251,6 partes de 4-metoxi-2-nitro-
5. -benceno-sulfocloruro recientemente preparado. Después del tratamiento y del aislamiento, (del mismo modo que en el ejemplo 2), se obtienen 320 partes de ácido 4-metoxi-2-nitro-
10. -benceno-sulfonil- ϵ -amino-caprónico, con un índice de ácido igual a 147 y que puede ser tratado directamente con el fin de obtener protectores contra la corrosión y para facilitar el trabajo de los metales.

EJEMPLO 6.

En un aparato como el descrito en el ejemplo 1, se disuelven 201,3 partes de ácido ω -amino-undecanóico en una
15. solución acuosa alcohólica preparada partiendo de 48 partes de sosa cáustica, 500 partes de agua y 100 partes de propanol-2. Bajo agitación intensa, se introducen en la solución por partes, en 4 horas, 232,7 partes de m-nitro-benceno-
20. sulfocloruro recientemente preparado. Del modo descrito en el ejemplo 1, se cuida de mantener el pH de la mezcla entre 12,5-13, por adición continua, gota a gota, de una solución acuosa concentrada de sosa cáustica y la temperatura interior en 25-30°C por enfriamiento exterior. Se agita durante una hora todavía, se elimina el propanol-2 por destilación
25. bajo presión reducida a la temperatura de 40°C, se filtra cuidadosamente y se precipita del filtrado, por medio de ácido clorhídrico concentrado, a un pH de 1-2, el ácido m-nitro-benceno-sulfonil- ω -amino-undecanóico. Se obtienen así 360 partes de un producto bruto, con un índice de ácido

igual a 135. Por recristalización es una mezcla de agua y etanol, se obtiene un estado puro el ácido m-nitro-benceno-sulfonil-~~W~~-amino-undecanoico (punto de fusión: 112-113°C) bajo forma cristalizada.

5. Índice de ácido: calculado: 145; encontrado: 140/142.

EJEMPLO 7:

10. En condiciones de reacción análogas a las descritas en el ejemplo 1, se condensan 48 partes de ácido ϵ -aminocapróico con 100 partes de 3,5-dinitro-4-cloro-benceno-sulfocloruro-1. Después del tratamiento y del aislamiento, se obtienen 110 partes de ácido 3,5-dinitro-4-cloro-benceno-sulfonil- ϵ -aminocapróico, con un índice de ácido igual a 130, las cuales, después de neutralización por bases, pueden ser aplicadas directamente para los fines de utilización indicados. Por recristalización en una mezcla de agua y etanol, se aísla al estado puro el ácido 3,5-dinitro-4-cloro-benceno-sulfonil- ϵ -aminocapróico (punto de fusión: 174°C, con descomposición simultánea).

15. Índice de ácido: calculado: 141,5; encontrado: 138/139.

20. EJEMPLO 8.

25. En condiciones de reacción análogas a las descritas en el ejemplo 1, se hacen reaccionar 48 partes de ácido ϵ -aminocapróico con 100 partes de 3,5-dinitro-4-cloro-benceno-sulfocloruro-(1). Del mismo modo que en el ejemplo 2, se aloca a continuación sobre el átomo de nitrógeno por medio de 46,2 partes de sulfato de dimetilo y de 20 partes de lejía de sosa al 32% (% de peso). Después del tratamiento y del aislamiento, se obtienen aproximadamente 120 partes de ácido 3,5-dinitro-4-cloro-benceno-sulfonil-N-

metil- ξ -amino-caprónico con un índice de ácido igual a 125.
Se aísla el ácido 3,5-dinitro-4-cloro-benceno-sulfonil-N-metil- ξ -amino-caprónico puro por reoristalización en una mezcla de agua y de etanol (Punto de fusión: 78°C).

5. Índice de ácido: calculado : 136,8; encontrado: 134/135.

EJEMPLO 9.

En las condiciones de reacción análogas a las descritas en el ejemplo 1, se hacen reaccionar 48 partes de ácido ξ -amino-caprónico con 90,2 partes del cloruro del ácido 5-nitro-naftaleno-1-sulfónico. Se aísla a continuación sobre el átomo de nitrógeno, en condiciones parecidas a las del ejemplo 2, por medio de 46,2 partes de sulfato de dimetilo y de 20 partes de lejía de sosa al 32% (% de peso). Después de la filtración y de la acidificación del producto de condensación hasta un pH = 1-2 por medio de ácido clorhídrico concentrado, se obtienen aproximadamente 85 partes del ácido 5-nitro-naftaleno-(1)-sulfonil-N-metil- ξ -amino-caprónico, con un índice de ácido igual a 130. Después de la neutralización por distintas bases, el producto bruto es utilizable directamente como agente protector contra la corrosión y para facilitar el trabajo de los metales.

Los compuestos de conformidad con la presente invención, utilizados en líquidos acuosos, tienen un muy buen poder de protección contra la corrosión para el hierro y las aleaciones férricas, una notable acción lubricante y una muy débil tendencia a la formación de espuma. Hecho inesperado, esto es cierto incluso en el caso de productos a base de ácidos amino-carboxílicos de cadena larga, por ejemplo, el m-nitro-benceno-sulfonil- ω -amino-undecanóico.

La acción ventajosa de los presentes productos desde los puntos de vista de protección contra la corrosión, del efecto lubricante y de la tendencia a la formación de espuma se hace evidente, por ejemplo, si se hace la comparación con un producto comercial a base de un ácido sulfonamido-carboxílico alifático de cadena larga.

La superioridad de los productos de conformidad con la invención se confirma igualmente en relación con los compuestos que tengan una estructura según la fórmula I, pero en los cuales el resto alquileo R_4 tiene menos de 3 átomos de carbono.

Las ventajas que ofrecen los productos de la invención en relación con los compuestos que acaban de ser citados y en relación con los ácidos sulfonamido-carboxílicos alifáticos de cadena larga, bien conocidos en el comercio, resaltan claramente de los resultados de los estudios reunidos en las tablas que siguen. La comparación de los valores referentes a la acción lubricante por dos sales de ácidos sulfonamido-carboxílicos aromáticos teniendo una estructura análoga y que sólo se diferencian por la presencia de grupos nitro en el núcleo aromático de uno de ellos, por ejemplo, el ácido benceno-sulfonil-N-metil- ξ -amino-caprónico (compuesto 2) y el ácido m-nitro-benceno-sulfonil-N-metil- ξ -amino-caprónico (compuesto 5), indican la ventaja sorprendente que ofrecen además, desde el punto de vista de la acción lubricante, los compuestos conteniendo grupos nitro.

En estos estudios, la acción de protección contra la corrosión de los distintos productos ha sido estimada

I) según la prueba de Herbert, con virutas de acero

sobre una placa de fundición gris (cf. "IP-Standards for Petroleum and its Products", IP 125/63 (T)) y

5. II) según el mismo método de prueba pero con virutas de fundición gris (GG 22) sobre placas de acero. Para el estudio de la acción lubricante, ha sido utilizada una balanza de medición de la abrasión según Reichert, la superficie sometida a la abrasión "F" estando medida en mm^2 y la presión de contacto específica en kg/cm^2 . La formación de espuma es estimada según la norma DIN N° 53902, a la temperatura de 10. 25°C.

La estimación de la protección contra la corrosión según los dos métodos utilizados, I y II, se hace según la escala de notación siguiente:

	<u>Nota</u>	<u>Protección contra la corrosión</u>
15.	+++	muy buena
	++(+)	buena
	++	suficiente
	+—	existente pero no suficiente
	--(-)	casi nula
20.	---	nula

Para las pruebas entran en juego los compuestos siguientes:

Compuesto 1

25. Sal de trietanolamonio y de ácidos alquil-sulfonamido-carboxílicos, teniendo como promedio 16 átomos de carbono en el resto alquilo (sustancia de comparación).

Compuesto 2

Sal de trietanolamonio del ácido benceno-sulfonil-N-

metil- ξ -amino-caprónico (sustancia de comparación).

Compuesto 3

Sal de trietanolamonio del ácido m-nitro-benceno-sulfonil-N-metil- ξ -amino-acético

5. Compuesto 4

Sal de trietanolamonio del ácido m-nitro-benceno-sulfonil- α -amino-butírico.

Compuesto 5

10. Sal de trietanolamonio del ácido m-nitro-benceno-sulfonil-N-metil- γ -amino-caprónico.

Compuesto 6

Sal de trietanolamonio del ácido o-nitro-benceno-sulfonil-N-metil- ξ -amino-caprónico.

Compuesto 7

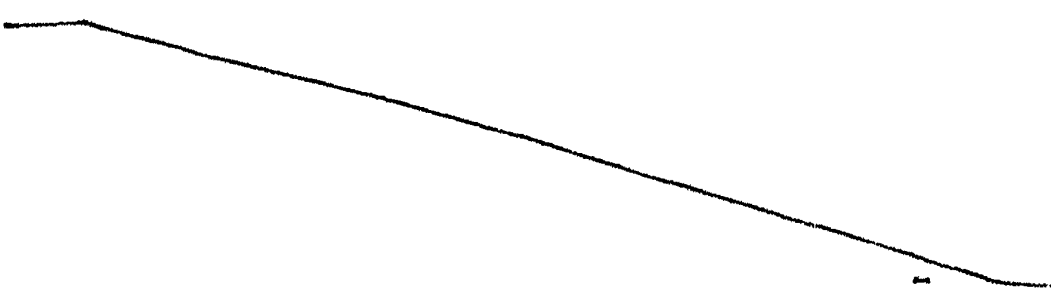
15. Sal de trietanolamonio del ácido o-nitro-benceno-sulfonil-N-etil- ξ -amino-caprónico.

Compuesto 8

Sal de trietanolamonio del ácido 4-metoxi-2-nitro-benceno-sulfonil- ξ -amino-caprónico.

20. Compuesto 9

Sal de trietanolamonio del ácido 3,5-dinitro-4-clorobenceno-sulfonil-N-metil- ξ -amino-caprónico.



TABLA

Nº del compuesto	Concentración de la solución acuosa (% de peso)	PROTECCION CONTRA LA CORROSION						ACCION LUBRICANTE		TENDENCIA A LA FORMACION DE ESPUMA			
		I) Virutas de acero/placa de fundición			II) Virutas de fundición/placa de acero			Carga 1500 g/100 m de recorrido en agua de manantial	Presión de contacto específica (kg/cm ²)				
		Agua de manantial, dureza francesa 36º	Agua de dureza francesa 18º	Agua ablanda 3,6	Agua de dureza francesa 18º	Agua de dureza francesa 36º	Agua ablanda 3,6						
1	5,0	+++	+++	++	—(-)	---	---	30	100	muy fuerte			
	3,0	+++	+++	++	---	---	---						
	2,0	++(+)	++	+	---	---	---						
	1,0	++	++	+	---	---	---						
	0,5	---	---	---	---	---	---				32,2	93	"
2	5,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++	23	131	débil			
	3,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++						
	2,0	+++	+++	+++	++(+)	++(+)	+++						
	1,0	+++	+++	+++							32	94	"
	0,5	---	++	+++									"
3	5,0				---	---	---	30	100	"			
	3,0				---	---	---						
	2,0				---	---	---						
	1,0	---	---	---	---	---	---						
	0,5	---	---	---	---	---	---						
4	5,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++	23,0	130	"			
	3,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++						
	2,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++						
	1,0	+++	+++	+++	---	---					31,6	95	"
	0,5	---	---	---	---	---	---						"

TABLA (Continuación)

Nº del compuesto	Concentración de la solución acuosa (% de peso)	PROTECCION CONTRA LA CORROSION						ACCION LUBRICANTE		TENDENCIA A LA FORMACION DE ESPUMA		
		I) Virutas de acero/placa de fundición			II) Virutas de fundición/placa de acero			Carga 1500 g/100 m de recorrido en agua de manantial	Abrosión (mm ²)		Presión de contacto específica (kg/cm ²)	
		Agua de manantial, dureza francesa 36 ^o	Agua de dureza francesa 18 ^o	Agua ablandada 3,6-5,4 ^o	Agua de manantial, dureza francesa 36 ^o	Agua de dureza francesa 18 ^o	Agua ablandada 3,6-5,4 ^o					
5	5,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++	10,5	203	débil		
	3,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++			22,8	132	"
	2,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++	22,8	132			"
	1,0	+++	+++	+++	+	+	+++					22,8
	0,5	++(+)	++(+)	++(+)						"		
6	5,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++	18,2	165	"		
	3,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++			18,2	165	"
	2,0	+++	+++	+++	++(+)	++(+)	++(+)	18,2	165			"
	1,0	+++	+++	+++	+	+	++(+)					18,2
	0,5	+	++(+)	+++						"		
7	5,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++	17,2	175	"		
	3,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++			17,2	175	"
	2,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++	17,2	175			"
	1,0	+++	+++	+++								17,2
	0,5	---	---	+++						"		

TABLA (Continuación)

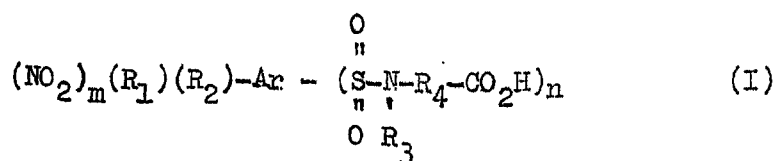
Nº del compuesto	Concentración de la solución acuosa (% de peso)	PROTECCION CONTRA LA CORROSION						ACCION LUBRICANTE		TENDENCIA A LA FORMACION DE ESPUMA
		I) Virutas de acero/placa de fundición			II) Virutas de fundición/placa de acero			Carga 1500 g/100 m de recorrido en agua de manantial	Presión de contacto específica (kg/cm ²)	
		Agua de manantial, dureza francesa 36º	Agua de dureza francesa 18º	Agua ablandada 3;6-5,4º	Agua de manantial, dureza francesa 36º	Agua de dureza francesa 18º	Agua ablandada 3;6-5,4º			
8	5,0	+++	+++	+++	++	+-	++(+)	16,2	185	débil
	3,0	+++	+++	+++	+-	+-	+-			"
	2,0	+++	+++	+++	+	+-	+			"
	1,0	+++	+++	+++						"
	0,5	---	+-	++(+)						"
9	5,0	+++	+++	+++	+++	+++	+++	17,6	170	"
	3,0	+++	+++	+++	++(+)	++(+)	+++			"
	2,0	+++	+++	+++	+-	+-	++(+)			"
	1,0	++(+)	+++	+++						"
	0,5	---	++(+)	++(+)						"

= . =

REIVINDICACIONES

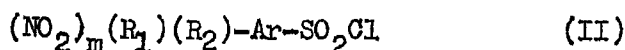
Descrito el objeto del presente invento se declaran como no divulgadas ni practicadas en España las siguientes reivindicaciones.

5. 1.- Procedimiento para la preparación de ácidos sulfonamido carboxílicos aromáticos nitrados, de la fórmula general I

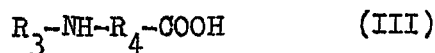


en la cual

5. R_1 y R_2 son el hidrógeno, el fluor, el cloro, el bromo o un resto alquilo o alcoxi teniendo de 1 a 4 átomos de carbono, no debiendo ser superior a 7 la suma de los átomos de carbono en los restos R_1 y R_2
- Ar es un resto bencénico o naftalénico
10. R_3 es el hidrógeno, un resto alquilo no teniendo más de 4 átomos de carbono, el resto β -ciano-etilo o un resto hidroxialquilo teniendo de 2 a 4 átomos de carbono.
- R_4 es un resto alquilenno cuya cadena contiene de 2 a 15 átomos de carbón y que puede además llevar como substituyentes uno o varios grupos metilo o etilo, y
15. m y n representan cada uno el número 1 ó 2, así como las sales de estos compuestos con bases minerales u orgánicos, que particularmente en la concentración de 0,1 a 2% de peso constituyen agentes líquidos acuosos aptos para facilitar el trabajo de los metales y para impedir la corrosión, y más especialmente para el trabajo del hierro y de las aleaciones férricas, con o sin arranque de metal, caracterizado en su realización porque se condensan nitro-arilo-sulfocloruros que responden a la fórmula II
- 20.
- 25.



en la cual R_1 , R_2 , Ar y m tienen los significados anteriormente indicados, en presencia de aceptadores de ácidos, con aminoácidos alifáticos que responden a la fórmula III



en la cual R_3 y R_4 tienen los significados indicados anteriormente, operando a temperaturas de aproximadamente 0° a $50^\circ C$, siguiéndose la precipitación del ácido nitroarilosulfonamidoalquileno-carboxílico en su forma libre, regulando el pH entre 1 y 3, y formándose las sales de los ácidos citados por reacción con bases minerales u orgánicas, a condición de que conduzcan a productos hidrosolubles.

2.- Procedimiento para la preparación de ácidos sulfonamido carboxílicos aromáticos nitrados.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 22 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a - 7 JUL. 1975

P. a.

M.ª LUISA IVERN CUYAS

P. P.

Firmado: JOSE L. MORA