



ESPAÑA

19 ES	11 21	NUMERO 481892	10 AI
	22	FECHA DE PRESENTACION 25 JUN. 1978	

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO 6933/78	26.6.78	SUIZA

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07C87/68	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	---	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR POLIAMINAS CUATERNIZADAS CADUCADO
--

71 SOLICITANTE (S) SANDOZ, A.G.
--

DOMICILIO DEL SOLICITANTE CH-4002 BASILEA, Suiza.
--

72 INVENTOR (ES) HANS-PETER BAUMANN
--

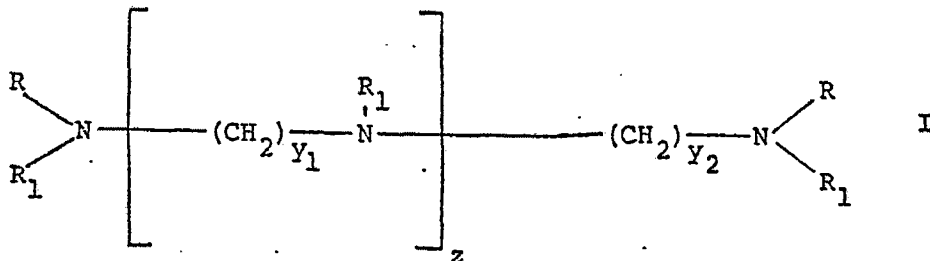
73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE GOMEZ-ACEBO Y POMBO

La presente invención se refiere a poliaminas cuaternizadas apropiadas como auxiliares para la tincura.

5

La presente invención se refiere, en particular, a poliaminas cuaternizadas cuya estructura básica corresponde a la fórmula I,



en la que cada R significa, independientemente la una de la otra, alquilo(C₁₀-C₂₂), alqueno(C₁₀-C₂₂), fenilalquilo(C₁-C₃) o naftilalquilo(C₁-C₃),

10

cada R₁ significa, independientemente las unas de las otras, fenilalquilo(C₁-C₃) o naftilalquilo(C₁-C₃),

z significa 1 a 5,

15

cada Y₁ significa, independientemente las unas de las otras, un número entero de 2 a 8,

Y₂ significa un número entero de 2 a 8, con el requisito de que cuando z = 1,

Y₁ ≠ Y₂ y cuando z > 1 y las Y₁ son iguales, Y₂ ≠ Y₁

20

y en la que un promedio de 0,5 a 2,0 átomos de nitrógeno están cuaternizados con radicales alquilo que contienen de 1 a 6 átomos de carbono.

La presente invención se refiere asimismo a un procedimiento para la producción de aminas cuaternizadas, según definidas más arriba, caracterizado porque se cuaterniza un compuesto de fórmula I, según definida más arriba, con una cantidad suficiente de un agente de cuaternización que contiene grupos alquilo (C_1-C_6) para obtener un compuesto en el que un promedio de 0,5 a 2,0 átomos de nitrógeno están cuaternizados.

La reacción de cuaternización se lleva a cabo de acuerdo con métodos conocidos. Los agentes de cuaternización pueden ser cualesquiera agentes de los habitualmente utilizados, por ejemplo los halogenuros de alquilo o los sulfatos de dialquilo, en especial el dimetilsulfato. La cuaternización se efectúa, de preferencia, a temperaturas inferiores a $100^{\circ}C$.

Las aminas sin cuaternizar de fórmula I pueden prepararse de acuerdo con métodos conocidos.

Las aminas cuaternizadas según la presente invención, bien solas, bien en asociación con otras aminas cuaternizadas, son apropiadas como agentes de igualación o agentes retardantes en la tinción de fibras de poliacrilonitrilo con colorantes básicos, en especial con colorantes básicos que tienen un valor K (valor de compatibilidad) de 1 a 3.

La cantidad del agente igualador utilizada dependerá de la naturaleza del poliacrilonitrilo y de la cantidad y naturaleza del colorante empleado. Así, la cantidad del agente igualador utilizada puede fluctuar, por ejemplo, entre 0,02 y 2%, calculado sobre el peso del substrato. Con hilados en mojado de poliacrilonitrilo, conviene utilizar cantidades cerca del 2%, calculado sobre el peso del substrato.

Los compuestos cuaternizados de fórmula I o sus mezclas pueden utilizarse por sí solos o en asociación con agentes emulsionantes y, eventualmente, con agua. Los compuestos son aplicados de preferencia en forma de una emulsión acuosa. El agente emulsificante preferido es el éter isooctil-fenolpoli(10)glicólico. Tales emulsiones contienen convenientemente entre un 15% y un 30% de ingrediente activo.

Contrariamente a las aminas descritas en la Patente británica N^o 1.495,473, las aminas cuaternizadas según la presente invención retardan considerablemente más la subida de los colorantes básicos sobre el poliacrilonitrilo proporcionando así tinturas uniformes.

En los Ejemplos siguientes, que ilustran la invención más detalladamente, todas las partes se entienden en peso y las temperaturas están indicadas en grados centígrados.

EJEMPLO 1

En un matraz de reacción se colocan 87,2 partes de N,N'-bis(3-aminopropil)etilenodiamina y 400 partes de hidróxido de sodio (al 30%). Después de calentar a 77°C con agitación continua, se añaden, por gotas, por espacio de 45 minutos, 379,8 partes de cloruro de bencilo. La reacción es exotérmica y se deja subir la temperatura a 95°C. Después de continuar agitando durante 2 horas a 95°C, se interrumpe la agitación. El producto de la reacción precipita al cabo de 5 minutos de la solución de la sal concentrada y permanece en la fase superior. Se elimina la fase inferior. Se destila en vacío, a una presión de 13 mm de Hg el agua permanente y una pequeña cantidad de alcohol de bencilo con agitación y calentamiento a 95°C. Seguidamente se añaden, por gotas, por espacio de 30 minutos, 78,8 partes de sulfato de dimetilo de modo que la temperatura permanece entre 90 y 95°C (la reacción es exotérmica). Después de continuar agitando durante otra hora y media, la reacción está finalizada. Después de la adición de éter iso-octil-fenolpoli(10)glicólico, se agita la mezcla hasta obtener una solución límpida; luego se añade agua desmineralizada y se ajusta el producto hasta un 20% para utilización como ingrediente activo.

EJEMPLO 2

En un matraz se calientan a 70°, con agitación continua, 87,2 partes de N,N'-bis(3-aminopropil)etileno-diamina, 36 partes

de aminopropiltalgamina (peso molar aproximadamente 360) y 439 partes de hidróxido de sodio al 30%. Seguidamente se añaden, por gotas, por espacio de 45 minutos, 418 partes de cloruro de bencilo. La reacción es ligeramente exotérmica y la temperatura sube a 95°. Después de haber agitado durante otras 2 horas a 90-95°, se interrumpe la agitación. El producto de la reacción precipita de la solución de sal concentrada al cabo de 5 minutos y permanece en la fase superior. Se elimina la fase inferior. Se destila el agua permanente y una pequeña cantidad de alcohol de bencilo en vacío, a una presión de 13 mm de Hg, con agitación y calentamiento a 98°. Seguidamente se añaden, por gotas, a una temperatura de 95-98°, otras 12,7 partes de cloruro de bencilo y se mantiene el conjunto a 95-98° durante otras 2 horas, al cabo de las cuales se añaden, por gotas, durante 45 minutos, 94,5 partes de sulfato de dimetilo. Después de continuar agitando durante dos horas más, se obtienen 519 partes de una solución parda fuertemente viscosa. Al producto de la reacción cuaternizado se le añaden, con agitación continua y a una velocidad tal que la temperatura no disminuya por debajo de 80°, 674,7 partes de éter iso-octilfenolpoli(10)glicólico. Se continúa agitando a 80° hasta obtener una solución límpida a la que se le añaden, con agitación, 1401 partes de agua. Se obtienen 2595 partes de una solución al 20% que puede utilizarse tal cual.

EJEMPLO 3

Se opera de manera análoga a la descrita en el Ejemplo 2 pero se utilizan 87,2 partes de N,N'-bis(3-aminopropil)etileno-diamina, 90 partes de aminopropiltalgamina, 498,7 partes de hidróxido de sodio al 30%, 474,7 partes de cloruro de bencilo y 189,2 partes de sulfato de dimetilo, así como 774,6 partes de éter iso-octilfenolpoli(10)glicólico; se obtiene otro agente de igualación; la excepción es que una parte (250 partes) del éter iso-octilfenolpoli(10)glicólico es añadida antes de efectuarse la cuaternización.

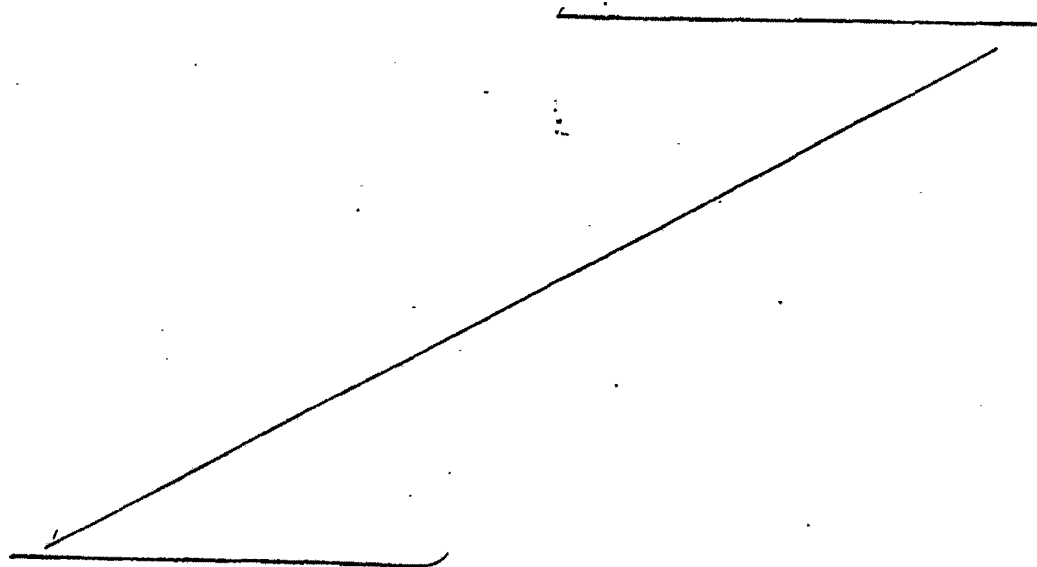
Procediendo de manera análoga a la descrita más arriba en el Ejemplo 1 pero partiendo de las aminas indicadas en la siguiente Tabla, se obtienen ulteriores compuestos de fórmula I.

TABLA

Amina	R y R ₁	Agente de cuaternización
$H_2N(CH_2)_3NH(CH_2)_2NH_2$	bencilo	sulfato de dimetilo
$H_2N(CH_2)_3NH(CH_2)_3NH(CH_2)_2NH(CH_2)_3NH_2$	bencilo	sulfato de dimetilo
$H_2N(CH_2)_3NH(CH_2)_3NH(CH_2)_2NH(CH_2)_3NH(CH_2)_3NH_2$	bencilo	sulfato de dimetilo

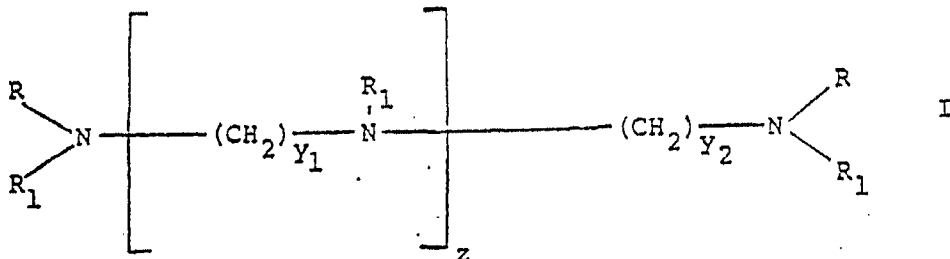
5

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para preparar poliaminas cuaternizadas, de un compuesto de la siguiente fórmula I,



5 en la que cada R significa, independientemente la una de la otra, alquilo(C₁₀-C₂₂), alqueno(C₁₀-C₂₂), fenilalquilo(C₁-C₃) o naftilalquilo(C₁-C₃),

cada R₁ significa, independientemente las unas de las otras, fenilalquilo(C₁-C₃) o naftilalquilo(C₁-C₃),

10 z significa 1 a 5,

cada Y₁ significa, independientemente las unas de las otras, un número entero de 2 a 8,

15 Y₂ significa un número entero de 2 a 8, con el requisito de que cuando z = 1, Y₁ ≠ Y₂ y cuando z > 1 y las Y₁ son iguales, Y₂ ≠ Y₁,

20 y en la que un promedio de 0,5 a 2,0 átomos de nitrógeno están cuaternizados con radicales alquilo que contienen de 1 a 6 átomos de carbono, caracterizándose el procedimiento por el hecho de que se cuaterniza el citado compuesto con una cantidad suficiente de un agente de cuaternización que contiene grupos alquilo (C₁-C₆) para obtener un compuesto en el que un promedio de 0,5 a 2 átomos de nitrógeno están cuaternizados.

2.- Procedimiento para preparar poliaminas cuaternizadas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 7 hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid, 25 JUN. 1979
SANDOZ, A.G.

J. M. GOMEZ AGEBO Y ROMERO
D. p. Firmado: J. Suarez Pineda

