



?

C/L.

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

para un certificado de adición, por: Mejoras en la patente principal número 133.673 " a favor de la r. s. I. G. Farbenindustrie A. G., residente en Frankfurt am Main (Alemania).-

==:==:==:==:==:==:==:==:==:==:==:==

5 En la patente de invención número 133.673 y particularmente por su adición número 134.104, se protege un procedimiento para la obtención de combinaciones nitrogenadas técnicamente valiosas. El procedimiento consiste en que partiendo de aminas terciarias, que en el nitrógeno están sustituidas por al menos uno de los radicales a continuación caracterizados, se preparan por los métodos usuales combinaciones cuaternarias de amonio, que por una parte contienen un radical de hidrocarburo alifático de elevado peso molecular, dado el caso sustituido y/o interrumpido por otros átomos, pero no acilado y por otro lado contienen en el nitrógeno al menos un radical orgánico unido alifáticamente y que lleva uno o varios enlaces dobles. Las combinaciones cuaternarias de amonio que pueden así obtenerse, además de distinguirse por un buen poder

10



humectante, se distinguen especialmente por una acción microbicida notable y pueden por tanto emplearse como medios desinfectantes conservadores y antisépticos. Entre los productos del procedimiento de la patente No. 134.104, han encontrado especial interés práctico particularmente las combinaciones cuaternarias de amonio que contienen un radical benzólico, unido alifáticamente.

Ahora bien, se ha descubierto que entre las combinaciones cuaternarias de amonio preparables según la patente No. 134.104, adoptan una posición especial por lo que respecta a su elevada acción microbicida, aquellas que contienen en el átomo cuaternario de nitrógeno un radical benzólico unido alifáticamente y sustituido por halógeno. Según esto se obtienen combinaciones de actividad microbicida especialmente elevada cuando en los procedimientos protegidos por la patente No. 134.104 se emplean radicales benzólicos halogenados unidos alifáticamente como el radical orgánico unido alifáticamente que contiene uno o varios enlaces dobles. El radical benzólico sustituido por halógeno puede llevar otros sustituyentes, por ejemplo grupos alquilo, hidroxilo y alcoxi.

La preparación de las nuevas combinaciones se efectúa por ejemplo haciendo actuar sobre aminas terciarias, que contienen unido en el nitrógeno un radical benzólico halogenado unido alifáticamente, esteres de alcoholes alifáticos de elevado peso molecular, dado el caso sustituidos y/o interrumpidos por otros átomos. Son esteres muy adecuados de esta clase los de los ácidos halogenhídricos y benzolsulfónicos. En general la reacción tiene lugar calentando, en caso necesario agregando un disolvente o un diluyente, como agua, ester acético y benzol. Los radicales de elevado peso molecular interrumpidos por otros átomos pueden también en esta reacción formarse gradualmente, por ejemplo haciendo reaccionar con alcoholes, mercaptanes o aminas primarias o secundarias, dado el caso en presencia de medios usuales de condensación, las aminas



que junto con el radical benzólico halogenado y unido alifáticamente, llevan un radical alifático provisto de un sustituyente permutable. Estos sustituyentes permutables son en primer lugar átomos de halógeno. Por otro lado en aminas que junto con el radical benzólico halogenado y unido alifáticamente, contienen un radical con un grupo primario o secundario amino o un grupo hidroxilo o sulfhidrilo, se puede sustituir este grupo por radicales alquílicos mediante la actuación de esteres de alcoholes alifáticos, dado el caso en presencia de medios usuales de condensación.

10 Además en aminas, que ya contienen un radical alifático de elevado peso molecular, dado el caso sustituido y/o interrumpido por otros átomos, se puede introducir un radical benzólico halogenado unido en el nitrógeno alifáticamente. Para ello sobre las aminas terciarias que ya contienen el radical alifático de elevado peso molecular, se puede hacer actuar esteres reaccionables de alcoholes que contienen un radical benzólico halogenado. Estos esteres reaccionables son preferentemente los esteres de los ácidos halogenhídricos, por ejemplo de los alcoholes clorobencílicos o de las correspondientes combinaciones de bromo o de yodo.

20 También por actuación de los medios usuales para ello, por ejemplo los halogenuros alquílicos o los esteres del ácido benzolsulfónico se pueden hacer cuaternarias aquellas aminas terciarias que ya contienen un radical alifático de elevado peso molecular, dado el caso sustituido y/o interrumpido por otros átomos, y además contienen en el nitrógeno un radical benzólico halogenado y unido alifáticamente.

25 En el método primeramente descrito el grupo amínico puede hallarse presente una o varias veces en los materiales de partida. Según sea, se obtienen combinaciones mono o poliamónicas.

30 Las nuevas combinaciones superan la actividad de las descritas en la patente No. 134.104, ordinariamente en grado múlti -



5 plo. Por eso se prestan especialmente como antisepticos y como me -
dios de desinfección y conservación. Pueden emplearse en mezcla
recíproca y con otros medios extensivos, por ejemplo en disolución
acuosa o alcohólica o extendidos con soportes indiferentes, como
talco, pastas, ceras, parafinas elevadas, derivados de la celulo -
sa, solubles en agua y otros similares, y dado el caso también
en mezcla con otras sustancias activas.

E J E M P L O S.

=====

10 1/ = 169,5 partes en peso de N-dimetil-o-clorbencilamina,
obtenible como líquido incoloro con punto de ebullición de 78-80°
C a 4 mm. de presión por reacción de dimetilamina con cloruro de
o-clorobencilo, se calientan con 193 partes en peso de bromuro de
n-octilo durante doce horas a 100°. Después de enfriar se obtiene
15 el bromuro de N- dimetil-N-(o-clorobencil)-octilamonio, como masa
amarillenta resinosa, que se disuelve bien en agua y alcohol.

20 2/ = 261 partes en peso de N-dimetil-p-yodobencilamina,
obtenida por actuación de yoduro potásico sobre p-diazobencildime-
tilamina como líquido amarillento con punto de ebullición de 90 -
95° C a 4 mm. de presión, se calientan con 221 partes en peso de
bromuro de decilo durante doce horas a 100°. El residuo enfriado,
el bromuro de N-dimetil-N-(p-yodobencil)-decilamonio, se disuelve
en 19 partes de su peso de agua destilada con lo cual se obtiene
una disolución al 5 %.

25 Haciendo reaccionar cantidades moleculares de N-dietil-
p-bromobencilamina obtenida en forma correspondiente con bromuro
de dodecilo, se obtiene el bromuro de N-dietil-N-(p-bromobencil)-
dodecilamonio.

3/ = 213 partes en peso de N-dimetil-dodecilamina se ca -
lientan con 191,5 partes en peso de cloruro de 3,4-diclorobencilo



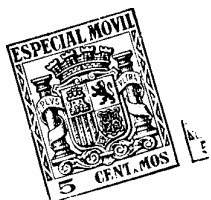
durante ocho horas a 90-100°. Después de enfriar, se obtiene el cloruro de N-dimetil-N-(3,4-diclorobencil)-dodecilamonio como masa cristalina, que se disuelve en agua y alcohol.

4/ = 213 partes en peso de N-dimetil-dodecilamina se hierven con 230 partes en peso de cloruro de triclorobencilo en 500 partes en peso de acetato de etilo durante 24 horas con reflujo. Después de enfriarse, se separa por aspiración el precipitado cristalino y se le recrystaliza en ester acético. Así se obtiene el cloruro de N-dimetil-N-triclorobencil-dodecilamonio como polvo cristalino incoloro e inodoro de punto de fusión impreciso.

5/ = 238,5 partes en peso de N-dimetil-triclorobencilamina, obtenible como líquido incoloro con punto de ebullición de 137 - 138°C a 8 mm. de presión por reacción de cloruro de triclorobencilo con disolución acuosa de dimetilamina, se calientan con 278,5 partes en peso de cloruro de β -oxi- γ -dodeciloxipropilo durante 24 horas a 100°. Después de enfriarse, se disuelve el residuo siruposo, el cloruro de N-dimetil-N-(β -oxi- γ -dodeciloxipropil)-triclorobencilamonio en nueve veces su peso de agua destilada con lo cual se obtiene una disolución al 10 %.

6/ = A 323,5 partes en peso de N-metil-N-(o-clorobencil)-dodecilamina se agregan enfriando, 126 partes en peso de sulfato de dimetilo. Después de cesar el calor, se disuelve el producto de reacción, el metilsulfato de N-dimetil-N-(o-clorobencil)-dodecilamonio en nueve veces su peso de agua con lo cual se obtiene una disolución al 10 %.

7/ = A una dilución de 23 partes en peso de sodio en 500 partes en peso de alcohol absoluto se agregan 202 partes en peso de dodecilmercaptan, se añaden 232 partes en peso de cloruro de N-etil-o-clorobencilaminoetilo y se calienta durante 10 horas con



reflujo. Después de enfriar, se separa por aspiración del cloruro de sodio separado, se evapora el alcohol a presión reducida, se agrega al residuo una disolución de 109 partes en peso de bromuro de etilo en 200 partes en peso de benzol y se calienta durante 6-8

5

horas en recipiente cerrado a 80 - 100°. Después de enfriar, se se para el benzol por destilación a presión reducida y el residuo, que se compone de bromuro de N-dietil-N-(o-clorobencil)-dodecilti-cetilamonio, se disuelve en nueve veces su cantidad de agua.

8/= 254,5 partes en peso de N-dietil-N'-(o-clorobencil)-etilenodiamina se calientan con 386 partes en peso de bromuro de n-octilo durante 20 horas a 100°. Después de enfriar, el bromuro de N-dietil-N'-metil-N'-(o-clorobencil)-N,N'-di-(n-octil)-etileno-diamonio formado constituye una masa viscosa, que se disuelve claramente en agua y alcohol.

10

9/= 424 partes en peso de N,N'-dimetil-N,N'-didodecil-eti lenodiamina se calientan con 322 partes en peso de cloruro de o-clorobencilo durante doce horas a 100°. Después de enfriar, se ob-tiene el cloruro de N,N'-dimetil-N,N'-di-(o-clorobencil)-N,N'-dido-decil-etilenodiamonio.

15

10/= 185,5 partes en peso de o-oxi-p-clorobencil-dimetila-mina se calienta con 343 partes en peso de bromuro de octodecilo durante doce horas/^a100°. Después de enfriar, se obtiene el bromu-ro de N-dimetil-N-(o-oxi-p-clorobencil)-octodecilamonio como masa viscosa, amarillo pardo que se disuelve en agua y alcohol.

20

25

N O T A
 = = = = =

La presente solicitud de patente consta de las siguientes rei vindicaciones:

1.- Mejoras en la patente española nº 133.673, caracteriza-das porque aquí se emplean un radical benzólico halogenado unido alifáticamente como el radical orgánico unido alifáticamente, que

30



contiene uno o varios enlaces dobles.

2.- Mejoras en la patente española Nº 133.673, caracteri-
zadas porque para la desinfección y conservación, se emplean como
medios microbicidas dado el caso en mezcla recíproca y con medios
5 extensivos y/o con otras substancias germinicidas, combinaciones
cuaternarias de amonio, que por un lado contienen un radical de
hidrocarburo alifático de elevado peso molecular, dado el caso sus-
tituido y/o interrumpido por otros átomos, pero no acilado, y por
otro lado contienen en el nitrógeno por lo menos un radical benzó-
10 lico halogenado y unido alifáticamente.

3.- Mejoras en la patente principal, número 133.673.- Según
se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de siete páginas foliadas y escritas
a máquina por una sola cara.

Madrid, a 23 de Mayo de 1936.-