

228654

228654

- 5 JUN. 1956

P.- 14.582.-

A 17416 Case U.S 510.553



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

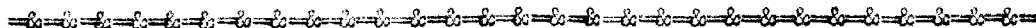
e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de ROHM & HAAS COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 222 West Washington Square, Filadelfia, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPUESTOS DE AMONIO CUATERNARIO".-



Este invento se refiere a compuestos de amonio cuaternario obtenidos a partir del tris (dimetilaminometil) fenol y haluros específicos y que constituyen nuevas sustancias. También se refiere a un procedimiento para la preparación de dichos compuestos.

5

De acuerdo con el presente invento, se crean compuestos de amonio cuaternario de un mol de tris (dimetilaminometil) fenol y uno a tres moles de un compuesto cuaternario que tenga de diez a veintiún átomos de carbono y contenga un anión reactivo.

10

228654



5 El presente invento proporciona también un procedimiento para la preparación de compuestos de amonio cuaternario que consiste en hacer reaccionar un mol de tris (dimetilaminometil) fenol con uno a tres moles de un compues-
to cuaternizante que tenga de diez a veintidós átomos de carbono y contenga un anión reactivo.

10 Los compuestos de amonio cuaternario del presente invento se preparan a partir del tris (dimetilaminometil) fenol y haluros orgánicos de fórmula RX , en la que R es un grupo cuaternizante monovalente y puede representar, de preferencia, un grupo alquílico de diez a dieciocho átomos de carbono, un grupo alquénico de diez a diez a dieciocho átomos de carbono o un grupo alquilbencílico en el que la parte alquílica contiene de seis a catorce átomos de carbono. De hecho, R puede representar otros grupos de magnitudes similares que estén enlazados al haluro reactivo. X puede representar cloro, bromo o iodo, es decir, un halógeno con peso atómico comprendido entre 35,5 y 127.

15 La representación más conveniente de X es el cloro, en gran parte porque los compuestos de cloro se encuentran con más facilidad y son, en correspondencia, menos costosos que los otros. Los correspondientes compuestos de bromo son también eficaces para los fines presentes, pero son algo más caros que los compuestos de cloro y por esta razón
20 no son tan empleados. Los compuestos de iodo son también satisfactorios para los presentes usos pero tienen un precio poco favorable e igual sucede con sus características de dis-

228654



ponibilidad. Con todo, el cloro, el bromo y el iodo son efica-
ces para los fines propuestos. Es evidente para los versa-
dos en el asunto, que en lugar de los halógenos citados pue-
den ser utilizados otros aniones, tales como sulfato, metil-
5 sulfato, fosfato y similares. Estos últimos aniones pueden
ser aportados directamente o por metátesis con la forma ha-
luro del compuesto de anión cuaternario de este invento.

Los miembros típicos recomendados que pue-
den ser empleados como R, son grupos alquílicos de diez a
10 dieciocho átomos de carbono tales como decilo, undecilo, do-
decilo, tetradecilo, hexadecilo, heptadecilo y octadecilo;
grupos alquénílicos de diez a dieciocho átomos de carbono
como decenilo, undecenilo, dedecenilo, tetradecenilo, hexa-
decenilo, heptadecenilo y octadecenilo; y un grupo alquil-
15 bencílico en el cual la parte alquímica contenga de seis a
catorce átomos de carbono como hexilbencilo, octilbencilo,
decilbencilo, dodecilbencilo, tetradecilbencilo, hexilme-
tilbencilo, hexilbutilbencilo, dihexilbencilo, hexilheptil-
bencilo, hexiloctilbencilo, heptilmetilbencilo, heptilbutil-
20 bencilo, diheptilbencilo, octilmetilbencilo, octiletilben-
cilo, octilbutilbencilo, octilpentilbencilo, nonilmetilben-
cilo, nonilbutilbencilo, nonilpentilbencilo, decilmetilben-
cilo, deciletilbencilo, decilbutilbencilo, undecilmetilben-
cilo, undecilpropilbencilo, dodecilmetilbencilo, dodecile-
25 tilbencilo, dimetilbutilbencilo, dimetiletilbencilo, dime-
tilhexilbencilo, dimetiloctilbencilo, dimetildecilbencilo,
dime tildodecilbencilo, dietilpropilbencilo, dietildecilben-

228654



cilo, dipropilooctilbencilo, dibutilpentilbencilo, dipentilbutilbencilo, dihexilmetilbencilo, dihexiletilbencilo, diheptilbencilo, trietilbencilo, tripropilbencilo y tributilbencilo. Cuanto R es un grupo alquilbencílico, como antes
5 se ha definido, la posición espacial de uno o más grupos alquílicos en el anillo bencénico, carece de importancia relativamente. La magnitud de la parte alquílica es la consideración decisiva.

De hecho, otros grupos pueden ser empleados
10 como R siempre que la magnitud del grupo sea similar a la ya definida, pues de otra manera el grupo no reacciona y por lo tanto interfiere con la reacción que se propone y que será explicada con más detalle en lo que sigue, y el grupo combinado con K forma un compuesto halogenado que es reactivo en el
15 sentido que aquí se dá a la cuaternización. Por ejemplo, como R pueden ser empleados grupos alcadienílico, alquinílico, alquenilbencílico, alquinilbencílico y alquioxialquílico. También pueden ser empleados como R, grupos que contengan las funciones ester, cetona y amida. La consideración decisiva
20 es, como se ha dicho anteriormente, la magnitud del grupo R es, de hecho, cualquier grupo cuaternizante que contenga, principal o totalmente, carbono e hidrógeno, que tenga de diez a veintiún átomos de carbono y que forme un compuesto halogenado con K, en donde K es una sustancia que reaccio-
25 ne para dar un compuesto cuaternario. Los grupos antes indicados son las representaciones de R que se recomiendan. Debe entenderse que lo que reacciona en RX es el haluro de los

228654



grupos R antes citados.

El tris (dimetilaminometil) fenol empleado puede tener cualquier forma isómera geométrica posible. Para los fines propuestos, es posible si así se desea, emplear mezclas de isómeros. La forma isómera más recomendable, es aquella en la que los grupos dimetilaminometil están en las posiciones 2, 4, 6.

Los compuestos de amonio cuaternario de este invento, se preparan haciendo reaccionar el tris (dimetilaminometil) fenol con un compuesto que tenga la fórmula RX antes definida. Un mol de tris (dimetilaminometil) fenol reacciona con uno, dos o tres moles de RX dando productos con uno, dos o tres grupos de amonio cuaternario, respectivamente. Aunque los tres tipos de productos son útiles para los fines presentes, es mejor que estén presentes por lo menos dos grupos de amonio cuaternario y mejor tres de tales grupos. Por lo tanto, aunque se obtienen resultados satisfactorios haciendo reaccionar un mol de tris (dimetilaminometil) fenol con un mol de un compuesto RX , es mejor hacer reaccionar un mol del primero con dos moles del último, y mejor aún, hacer reaccionar un mol del fenol sustituido con tres moles del haluro. Cuando se hace reaccionar más de un mol de un compuesto RX con cada mol de tris (dimetilaminometil) fenol, RX no necesita representar el mismo compuesto específico. Es enteramente satisfactorio preparar un producto que contenga dos o tres representaciones diferentes de R y de X. Sin embargo, es más conveniente por lo general, emplear el mismo

228654

55



compuesto específico RX cuando se prepara un producto que contenga más de un grupo amonio cuaternario. Si bien para la presente reacción no se necesita un catalizador, algunas veces es conveniente y en especial, cuando reacciona más de un mol de un compuesto RX por cada mol de tris (dimetilaminometil) fenol, emplear ioduro de sodio que es un cuerpo especialmente adecuado para acelerar la presente reacción.

La reacción en cuestión, en las condiciones actuales de reacción, que serán explicadas después con mayor detalle, se desarrolla, por lo general, de un modo inusual por razones hasta ahora no comprendidas por completo. A medida que avanza la reacción entre el tris (dimetilaminometil) fenol y un compuesto Rx, el compuesto RX se une sustancialmente, en la proporción de mol a mol con un solo nitrógeno amínico antes de que un segundo nitrógeno amínico empiece a unirse con el compuesto RX. Correspondientemente, el segundo nitrógeno amínico se une con el compuesto RX, sustancialmente, en una proporción de mol a mol antes de que empiece a reaccionar con RX el tercer nitrógeno amínico. Por lo tanto, en las condiciones de la presente reacción, es posible obtener un producto de reacción sustancialmente puro que contenga el número de grupos de amonio cuaternario que se desee. De hecho, si hubiera que obtener mezclas de productos que contuvieran uno, dos o tres grupos de amonio cuaternario o cualquier combinación de los mismos, esto no constituiría un impedimento para los presentes objetivos.

Mezclas hechas deliberadamente con productos

228654



puros conocidos, obtenidos por este invento, en diversas combinaciones y proporciones, han demostrado ser eficaces para los fines propuestos.

5 El desarrollo de la presente reacción y, concomitantemente, la identidad del producto, pueden ser controlados mediante la adición de la debida cantidad del compuesto RX empleado y con la determinación periódica, a medida que se desee o sea preciso, de la cantidad presente de haluro ionizable, por ejemplo, por titrimetría. Si se desea un grupo
10 amonio cuaternario, se emplean proporciones equimolares de las sustancias reaccionantes y se continúa la reacción hasta que haya presente en el sistema de reacción, la cantidad teórica de haluro ionizable. Correspondientemente, si se desean dos grupos amonio cuaternario, se emplean dos moles del compuesto
15 RX por cada mol de tris (dimetilaminometil) fenol y se prosigue la reacción hasta su terminación, lo que puede reconocerse como antes se dice. Análogamente, si se desean tres grupos amonio cuaternario, se emplean tres moles del compuesto
20 RX por cada mol del fenol sustituido y se prosigue la reacción hasta su terminación, como antes se reconoce. Es posible llevar a cabo la presente reacción con tres moles del compuesto RX por cada mol de tris (dimetilaminometil) fenol y obtener un producto que contenga de uno a tres grupos amonio cuaternarios, según se desee. Para ello, se hace termi-
25 nar la reacción cuando quede libre la cantidad teórica de haluro ionizable en la mezcla reaccionante correspondiente al número deseado de grupos de amonio cuaternario en el

228654



producto. De un modo análogo, se puede partir de dos moles del Rx y un mol de tris (dimetilaminometil) fenol y obtener un producto que contenga, según se desee, uno o dos grupos aminio cuaternarios, controlando la reacción de mismo que
5 anteriormente. La presente reacción puede ser terminada, de preferencia, enfriando la mezcla reaccionante por bajo de la temperatura de reacción, de la que se hablará más adelante con mayor detalle, o introduciendo un disolvente orgánico inerte, tal como el heptano, en la mezcla de reacción ele-
10 vando simplemente la temperatura del sistema hasta el ambiente de reacción.

Si bien como se ha indicado, deducido de la evidencia experimental, que un nitrógeno amínico reacciona sustancial y totalmente con el compuesto Rx antes de que un
15 segundo nitrógeno amínico empiece a reaccionar y que de modo análogo, el segundo nitrógeno amínico queda sustancialmente saturado antes de que entre en función el tercero, no hay aparentemente preferencia decisiva para que reaccione ninguno de los nitrógenos amínicos específicos con relación
20 a su posición en el anillo bencénico. Existe una marcada diferencia advertible entre las reactividades del primer, segundo y tercer átomo de nitrógeno amínico con respecto a sus reacciones con el compuesto Rx. El primer nitrógeno amínico reacciona con bastante facilidad, el segundo lo hace algo más lentamente y el tercero es, usualmente, relativamente
25 lento en su reactividad.

La presente reacción puede ser llevada a ca-

228654



1956

bo eficazmente dentro del ámbito de temperatura de 50° a 150° y a la presión atmosférica aunque pueden ser empleadas presiones superiores a la atmosférica, en especial cuando se piense emplear temperaturas de reacción notablemente superiores al punto de ebullición de la mezcla reaccionante. Muy por bajo de los 50° se aprecia claramente que el sistema reaccionante es sustancialmente lento y a la temperatura ambiente normal (25° a 30°) no hay, al parecer, reacción apreciable. Las temperaturas sensiblemente superiores a los 150°, no suelen acelerar la reacción o favorecerla y en algunos casos, producen efectos contrarios. De aquí, que tales temperaturas deben ser evitadas en general. Es conveniente emplear la temperatura de reflujo de la mezcla de reacción.

Si se desea, la presente reacción puede ser llevada a cabo en presencia de un disolvente orgánico inerte volátil, tal como el etanol, isopropanol, butanol, nitrometano, acetonitrilo, dimetilformamida, dioxano, éter propílico, éter butílico y similares, que pueden ser eliminados fácilmente por evaporación o destilación a la terminación de la reacción de obtención del compuesto cuaternario.

El tiempo necesario para llevar a cabo la reacción en cuestión dependerá, en gran medida, del número de átomos de nitrógeno amínico que hayan de ser transformados en compuesto cuaternario, del empleo y naturaleza del disolvente, de la naturaleza del compuesto RX y de la

228654



temperatura de reacción, entre otros factores. El objetivo deseado puede ser alcanzado y reconocido empleando las técnicas que quedan indicadas anteriormente con relación al uso de proporciones molares adecuadas de las sustancias reaccionantes y de la determinación de las cantidades de haluro ionizable formadas.

La separación de los productos de este invento se hace usualmente por evaporación del disolvente de la mezcla de reacción. Como medida precautoria, es conveniente por lo general, extraer con agua los posibles restos de tris (dimetilaminometil) fenol que no hayan reaccionado y, preferiblemente, con un disolvente hidrocarburado como el heptano, las del compuesto RX que no hayan reaccionado. Por lo general, no son necesarios estos procedimientos de extracción, en esencial, si se han controlado cuidadosamente las cantidades de sustancias reaccionantes presentes en la mezcla de reacción y se conduce esta hasta su terminación. Los procedimientos de purificación por extracción están indicados, naturalmente, cuando se emplee en exceso sobre la cantidad debida, una de las sustancias reaccionantes.

Los presentes compuestos de amonio cuaternario son útiles como bactericidas y fungicidas. En una valoración de coeficiente tomando el fenol como patrón, contra la Salmonella typhosa y el Staphylococcus pyogens var aureus, los presentes compuestos han dado constantemente valores medios superiores a 100. El compuesto de amo-

2

228654



5 nio cuaternario con tres unidades de cloruro de dodecenilo y una unidad de tris (dimetilaminometil) fenol, que dió un coeficiente en fenol de 250 fué especialmente eficaz contra la Salmonella typhosa. El compuesto con tres unidades de cloruro de octilbencilo y una unidad de tris (dimetilaminometil) fenol fué efficacísimo contra el Staphylococcus pyogens var. aureus y dió un coeficiente en fenol de 335. Los presentes compuestos presentan enérgicas propiedades bactericidas aun con aguas relativamente duras.

10 En un ensayo patrón de toxicidad contra los hongos, hecho con Stomphylium sarcinaeforme y Monilinia fructicola, en el cual se determinó la cantidad de fungicida necesaria, en partes por millón en agua, para inhibir el 50% de la germinación de las esporas del hongo empleado, los compuestos en cuestión dieron constantemente valores inferiores a diez y por término medio de unos cinco. Los valores de diez o inferiores indican excelentes características fungicidas. Estos compuestos presentaron buenas resistencias contra repetidos lavados con agua y buena estabilidad. La falta de toxicidad para las plantas presentada por los presentes compuestos de amonio cuaternario en una prueba patrón hecha con tomates fué cosa casi inesperada, aun cuando estos compuestos fueron empleados en concentraciones tan altas como el 1%. No es corriente que un compuesto de amonio cuaternario sea un enérgico fungicida y bactericida, sin presentar en cambio, tendencias tóxicas frente a las plantas.

15

20

25

228654



frente a las plantas.

Los compuestos de amonio cuaternario del presente invento y su método de preparación serán mejor comprendidos con los siguientes ejemplos ilustrativos en los cuales todas las cantidades están expresadas en peso.

Ejemplo 1.

En una matraz de reacción provisto de agitador y termómetro, se pusieron 8 partes de tris(dimetilaminometil) fenol, 24,6 partes de cloruro de dodecilmetilbencilo y 50 partes de isopropanol. La mezcla fué agitada y calentada durante doce horas a 60°-70° C. La mezcla de reacción fué lavada primero con agua y después con heptano. La capa de alcohol se separó hasta sequedad. El producto contenía 3,8% de nitrógeno (teórico 3,9%). El producto fué identificado como el compuesto de amonio cuaternario de tres unidades de cloruro de dodecilmetilbencilo y una unidad de tris (dimetilaminometil)fenol.

El correspondiente compuesto bromado de amonio cuaternario fué preparado de manera análoga.

Ejemplo 2.

En un recipiente de reacción se pusieron 8 partes de tris (dimetilaminometil)fenol, 18,4 partes de cloruro de dodecilmetilbencilo y 60 partes de acetonitrilo. La mezcla fué calentada a 65°-85°C durante nueve horas y evaporada a sequedad al cabo de este tiempo. El producto contenía 8,6 % de cloro (teórico 8,2%) y fué identificado como el compuesto de amonio cuaternario de dos unidades de clo-

228654



ruro de dodecilmetilbencilo y una unidad de tris (dimetilaminometil) fenol.

5 Se obtuvo el mismo resultado empleando un exceso de cloruro de dodecilmetilbencilo y dando por terminada la reacción cuando en la mezcla de reacción estuvo presente la cantidad teórica de ion cloro. El producto fué aislado después de extracciones con agua y heptano.

Ejemplo 3.

10 En un recipiente de reacción se mezclaron 8 partes de tris (dimetilaminometil) fenol, 9,2 partes de cloruro de dodecilmetilbencilo y 50 partes de isopropanol. La mezcla de reacción fué calentada a reflujo durante cuatro horas y lavada después con agua y heptano. La capa alcohólica fué evaporada a sequedad y el producto fué identificado como el compuesto de amonio cuaternario de una unidad
15 de cloruro de dodecilmetilbencilo y tris (dimetilaminometil) fenol.

20 Se obtuvo el mismo producto empleando un exceso de cloruro de dodecilmetilbencilo y dando por terminada la reacción cuando en la mezcla de reacción estuvo presente la cantidad teórica de cloro iónico. El producto se obtiene después de extracciones con agua y heptano.

Ejemplo 4

25 En un recipiente de reacción se pusieron 8 partes de tris (dimetilaminometil)fenol, 18,3 partes de cloruro de dodecenilo y 50 partes de isopropanol. La mezcla de reacción fué calentada a 80^o-90^oC durante catorce

228654



5 horas y lavada después con agua y heptano. La capa de isopropilo fué evaporada a sequedad. El producto tenía una proporción cloro:nitrógeno de 2,4 (teórico 2,5) y fué identificado como el compuesto de amonio cuaternario de tres unidades de cloruro de dodecenilo y una unidad de tris (dimetilaminometil)fenol.

10 El compuesto conteniendo dos unidades de cloruro de dodecenilo y una unidad de tris (dimetilaminometil)fenol, fué preparado del modo indicado en el ejemplo 2.

De manera análoga fueron preparados los compuestos de amonio cuaternario del tris (dimetilaminometil)fenol y cloruro de octadecenilo.

Ejemplo 5.

15 En un recipiente de reacción se pusieron 8 partes de tris (dimetilaminometil)fenol, 19,9 partes de bromuro de decilo y 60 partes de dioxano. La mezcla de reacción fué calentada a reflujo durante dieciséis horas, enfriada y lavada con agua y heptano. Los componentes volátiles fueron eliminados por evaporación. El producto fué
20 identificado como el compuesto de amonio cuaternario de tres unidades de bromuro de decilo y una unidad de tris (dimetilaminometil)fenol.

25 Los compuestos conteniendo dos unidades y una unidad de bromuro de decilo por cada unidad de tris (dimetilaminometil)fenol, fueron preparados de manera análoga a los métodos de los Ejemplos 2 y 3.

228654



Análogamente fueron preparados los compuestos de amonio cuaternario de ioduro de octadecilo y tris (dimetilaminometil) fenol.

Ejemplo 6.

5 En un recipiente de reacción se mezclaron 8 partes de tris (dimetilaminometil) fenol, 21,2 partes de cloruro de propoxidecilo y 75 partes de isopropanol. La mezcla fué calentada a 80^o-90^oC durante veinte horas y después enfrida y lavada con agua y heptano. La capa de isopropanol
10 fué evaporada a sequedad. El producto fué identificado como el compuesto de amonio cuaternario de tres unidades de cloruro de propoxidecilo y una unidad de tris (dimetilaminometil)fenol.

15 De modo similar fueron preparados los compuestos de amonio cuaternario de clorobutirato de octilo y tris (dimetilaminometil)fenol.

Ejemplo 7.

20 En un recipiente de reacción se mezclaron 8 partes de tris(dimetilaminometil)fenol, 25,1 partes de bromodecanamida y 75 partes de isopropanol. La temperatura del sistema fué elevada a 85^o-92^oC y mantenida entre estos límites durante doce horas. La mezcla fué enfrida y lavada después con agua y heptano. La capa alcohólica fué evaporada a
25 sequedad. El producto fué identificado como el compuesto de amonio cuaternario de tres unidades de bromodecanamida y una unidad de tris (dimetilaminometil)fenol.

De manera análoga y por procedimiento simi-

228654



lar al de los ejemplos 2 y 3, fueron preparados los compuestos de amonio cuaternario de clorodeciloiclobutilcetona y tris (dimetilaminometil) fenol.

Ejemplo 8.

5 En un recipiente de reacción se mezclaron
8 partes de tris (dimetilaminometil) fenol, 21,5 partes de
cloruro de octilbencilo y 50 partes de isopropanol. La mezcla
fue calentada a 70°-85°C durante catorce horas y enfriada
después. Para lavar la mezcla de reacción se emplearon
10 agua y heptano. La capa de isopropanol fue evaporada
a sequedad. El producto contenía 10,9% de cloro (teórico
11,4%) y 4,3% de nitrógeno (teórico 3,7%). Fue identificado
como el compuesto de amonio cuaternario de tres unidades
de cloruro de octilbencilo y una unidad de tris (di-
15 metilaminometil) fenol.

La preparación anterior fue repetida empleando
ioduro de sodio para acelerar la reacción con lo que se
redujo considerablemente el tiempo de reacción.

Ejemplo 9.

20 En un recipiente de reacción se pusieron
8 partes de tris (dimetilaminometil) fenol, 61 partes de
cloruro de dodecilo y 40 partes de isopropanol. La mezcla
de reacción fue mantenida a 75°-83°C durante dieciséis
horas y enfriada después hasta la temperatura ambiente. La
mezcla fue lavada con agua y después con heptano. El pro-
25 ducto fue aislado de la capa alcohólica. El producto con-
tenía 8,8% de nitrógeno (teórico 8,9%) y fue identificado

228654



como el compuesto de amonio cuaternario de una unidad de cloruro de dodecilo y una unidad de tris (dimetilaminometil)fenol.

Ejemplo 1C.

5 En un recipiente de reacción se pusieron
8 partes de tris (dimetilaminometil) fenol, 6,1 partes de
cloruro de dodecenilo y 50 partes de isopropanol. La mez-
cla de reacción fué calentada a 85°-92°C durante diez ho-
ras. Pasado este tiempo, se añadieron 6,3 partes de bromu-
ro de decilo y se volvió a calentar la mezcla a 80°-90°
10 durante doce horas. Después se añadieron 7 partes de clo-
ruro de propoxidecilo. La mezcla de reacción fué calenta-
da a 80°-85°C durante veinte horas. La mezcla fué enfria-
da y lavada con agua y heptano. El alcohol fué evaporado
y el producto identificado como el compuesto de amonio
15 cuaternario de tris (dimetilaminometil)fenol con cloruro
de dodecenilo, bromuro de decilo y cloruro de propoxide-
cilo.

De modo análogo se preparó el compuesto de
amónio cuaternario de una unidad de tris (dimetilaminome-
20 til)fenol con una unidad de bromuro de decilo y dos unida-
des de cloruro de dodecenilo.

La presente solicitud, que corresponde a
la presentada en los Estados Unidos de América, con fe-
cha 23 de Mayo de 1955, bajo el número 510.552, se acoge
25 a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto so-
bre Propiedad Industrial.

228654

5 JUN 1953



NOTA

Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, son los siguientes:

1.^a.- Un procedimiento para la preparación de compuestos de amonio cuaternario, caracterizado por hacer reaccionar un mol de tris (dimetilaminometil)fenol con uno a tres moles de un compuesto cuaternizante que tenga de diez a veintiún átomos de carbono y contenga un anion reactivo.

2.^a. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el anion reactivo del compuesto cuaternizante empleado tiene un peso de grupo que no excede de 127.

3.^a. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el compuesto cuaternizante empleado tiene la fórmula RX, en la que R es un grupo cuaternizante monovalente de diez a veintiún átomos de carbono y X es un halógeno reactivo con



peso atómico entre 35,5 y 127 aproximadamente.

5 4a. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado por el hecho de que R es un grupo alquílico de diez a dieciocho átomos de carbono, un grupo alquénílico de diez a dieciocho átomos de carbono o un grupo alquilbencílico en el cual la parte alquílica tiene de seis a catorce átomos de carbono.

10 5a. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque la reacción se efectúa en presencia de un disolvente orgánico inerte volátil.

6a. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-5 caracterizado porque la reacción se efectúa en presencia del ioduro de sodio.

15 7a. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-6, caracterizado porque la reacción se efectúa en un ámbito de temperatura entre 50°C y 150°C, aproximadamente.

20 8a. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-6, caracterizado porque la reacción se efectúa en un ámbito de temperatura comprendido, aproximadamente entre los 50°C y la temperatura de reflujo de la mezcla de reacción.

25 9a. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-7, caracterizado por hacer reaccionar un mol de tris (dimetilaminometil) fenol con tres moles de cloruro de dodecenilo.



10. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-7, caracterizado por hacer reaccionar un mol de tris (dimetilaminometil)fenol con un mol de bromuro de dodecilo.

5 11. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-7, caracterizado por hacer reaccionar un mol de tris (dimetilaminometil) fenol con dos moles de cloruro de octilbencilo.

10 12. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-7, caracterizado por hacer reaccionar un mol de tris (dimetilaminometil) fenol con tres moles de cloruro de dodecilmetilbencilo.

13. - Un procedimiento para la preparación de compuestos de amonio cuaternario.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria, que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, - 5 JUN. 1956

20

P. A.

Albado de Elizaburu
Por Poder

jm.