



Case E 5a - 2400 A

341.176

341176

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SALES AMONICAS CUATERNARIAS", a favor de la firma suiza AGRIPAT, S.A., residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de nuevas sales amónicas cuaternarias.

5. Las sales tetraalquilamónicas cuaternarias, como sustancias activas antimicrobiales, son bien conocidas para la protección de vegetales y materiales, al igual que en medicina. En cambio las sales amónicas aralquil-trialquílicas y ariloxialquil-trialquílicas sólo han logrado tener importan-

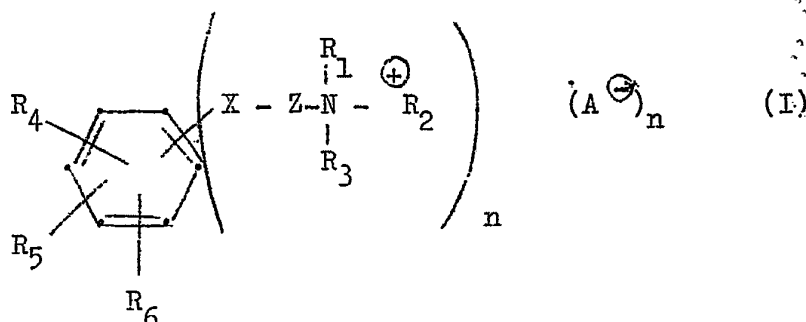


= 2 =

341176

cia en la protección de materiales y en la desinfección médica. A causa de su toxicidad y su reducida estabilidad al clima, estas sales amónicas cuaternarias no son adecuadas para la protección de vegetales.

5. Ahora se ha encontrado, de forma sorprendente, que las sales amónicas cuaternarias de la fórmula general



15. muestran excelentes cualidades microbicidas y, en especial, se adaptan para la lucha contra hongos fitopatógenos. Estas sustancias activas no son fitotóxicas y en cambio son muy estables frente a las influencias climatológicas. Poseen también buena efectividad contra aquellos hongos y bacterias que dañan y destruyen los materiales y objetos orgánicos.

20. En la fórmula general I los símbolos

$\text{R}_1, \text{R}_2, \text{R}_3$ , significa cada una, un radical de hidrocarburo no sustituido, alifático, en los que como mínimo uno de estos radicales muestra de 8 hasta 24 átomos de carbono,

25.  $\text{R}_4$  significa un grupo alcoólico, carboxílico, al-



341176

- coxi-carbonílico, un radical alfa-hidroxi-alquílico  
 un radical alfa-hidroxi-alquílico acilado o bien  
 un radical funcional transformado por hidrólisis  
 en un grupo alcoólico,
5.  $R_5$  significa hidrógeno o un átomo de halógeno con un  
 peso atómico inferior a 100, y
- $R_6$  significa hidrógeno, un átomo de halógeno con un  
 peso atómico inferior a 100, los grupos nitro,  
 amino, ciano o hidroxílico, un radical de hidrocar-  
 buro alifático no sustituido o sustituido, un
10. radical de hidrocarburo alifático no sustituido  
 o sustituido unido a través de oxígeno o azufre,  
 un grupo alquilamino, dialquilamino o acilamino,  
 $R_5$  y  $R_6$  significan, conjuntamente, un núcleo bencénico recién  
 condensado,
15. X significa un átomo de oxígeno o de azufre,  
 Z significa un miembro en cadena de hidrocarburo alifá-  
 tico de 2 hasta 6 átomos de carbono, en los que, como  
 mínimo 2 están en la cadena directa,
- A significa el anión de un ácido orgánico o inorgánico,
20. y  
 n significa los números 1 o 2
- Los radicales de hidrocarburos  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  son radicales  
 alquílicos o alquenílicos de cadena línea o ramificada. Los  
 radicales pueden estar sustituidos por halógenos, los grupos
25. hidroxílico, mercapto, amino/<sup>o</sup>el grupo ciano y/o los grupos



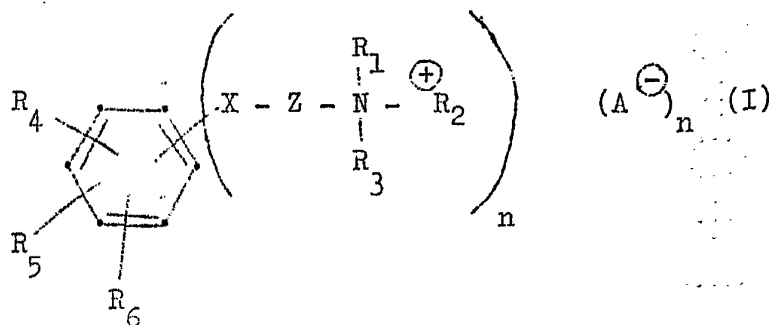
341176

alcoxi, alquiltio, alquílico o dialquilamino. El grupo alco-  
noílico  $R_4$  significa en especial los radicales formílico, ace-  
tílico, propionílico o el butirílico.  $R_4$  significa, en calidad  
de un radical funcional transformado por hidrólisis en un  
5. grupo alcanoílico, los radicales acetal, acilal o cetal. Co-  
mo radical acetal entran en consideración los radicales de  
hemiacetales, acetales monómeros y polímeros. El miembro  
alifático de puente a través del que pueden estar unidos los  
citados grupos alcanoílico, carboxílico y alcocarbonílico,  
10. es, en especial, un radical alquilénico o alquenilénico. Un  
radical de hidrocarburo alifático  $R_6$  muestra preferentemente  
de 1 hasta 4 átomos de carbono; puede, por ejemplo, ser subs-  
tituido por halógeno. Varios substituyentes pueden ser iguales  
o diferentes entre sí. Z, en calidad de miembro en cadena  
15. de hidrocarburo alifático, significa especialmente un radical  
alquilénico o alquenilénico. El símbolo A se refiere a un  
anión de un ácido orgánico o inorgánico. Entran en considera-  
ción, por ejemplo, los aniones de los ácidos siguientes:  
hidrácidos, ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido perclórico  
20. ácidos alquil-sulfonílicos, ácidos naftónicos, ácido benzóico,  
ácido acético, ácido aminoacético, ácido butírico, ácido estea-  
rico, ácido oxálico, ácido adipínico, ácido tartárico, ácido  
láctico, etc.

Por razón de su notable efecto frente a numerosos  
25. hongos fitopatógenos poseen una gran importancia las sales amóni



cas cuaternarias de la fórmula general I



10. en la que R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>, A, X y Z tienen el significado arriba indicado, y

R<sub>4</sub> representa un grupo alcoólico o bien un radical transformado por hidrólisis en un de éstos, y

n representa el número 1.

15. Sales amónicas cuaternarias preferidas las son aquellos compuestos de la fórmula general I, en la que R<sub>4</sub> significa un grupo formílico situado en posición orto respecto al miembro puente X y R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> significa, cada una, un átomo de halógeno.

20. Las sales amónicas cuaternarias de la fórmula general I, en las que R<sub>4</sub> representa el radical formílico, un radical de acetal o de acilal, son efectivas contra los siguien-



= 6 =

341176

tes hongos que producen enfermedades en los vegetales:

*Phytophthora infestans*

*Alternaria solani*

*Botrytis cinerea*

5. *Uromyces appendiculatus*

*Venturia inaequalis*

De gran importancia es la efectividad contra hongos que son conocidos como causantes de la enfermedad del rocío farináceo, como por ejemplo las clases de la variedad Erysiphe.

10. Mediante el empleo de estas sustancias activas es posible el reprimir o luchar contra hongos que no producen el rocío farináceo y reprimir infecciones de rocío farináceo que se presentan en los mismos vegetales. Los nuevos agentes pueden utilizarse para la protección de vegetales y partes de vegetales
15. (flores, semillas, frutos, ramajes, tallos) frente al ataque por hongos. Como agentes cáusticos para las simientes los nuevos agentes dan a la simiente tratada una buena protección sin que se presente un retraso en la germinación. Estas sales, son, para las bacterias, efectivas de forma diferente, su ventaja
20. principal es, empero, su alta efectividad fungicida. La efectividad fungicida de las sales amónicas cuaternarias que se utilizan según la invención se examina en

1) *Botrytis cinerea* sobre habas (*Vicia faba*), y

2) *Alternaria solani* sobre tomates.

25. En estos experimentos, y en calidad de sustancia de compa-



341176

- ración, se examinó conjuntamente el bromuro de N-fenoxietil-N-dodecil-N,N-dimetilamonio conocido por la patente belga Nº 631.160. Mientras que ninguna de las sales según la invención perjudicó a los vegetales tratados, el compuesto conocido
5. causó fuertes quemaduras que imposibilitaron un dictamen del crecimiento de los hongos.

Botrytis cinerea sobre habas (Vicia faba)

- Unas cubetas de piedra se cubren con papel de filtro húmedo y se llenan cada una con tres hojas frescas de habas cortadas
10. (Vicia faba) (el lado superior de la hoja hacia abajo). Luego las hojas se rocían con una suspensión activa acuosa al 0,1%. Después de que se ha secado la suspensión se las infecta con una suspensión de esporas fresca de Botrytis cinerea. Se tapan las cubetas y se dejan de 1 a 2 días a temperatura ambiente.
15. Luego se evalúa el experimento según la escala : 10 = ataque total; 9 - 1 = disminución del ataque según la envergadura; 0 = ningún desarrollo de hongos. Las plantas de control, infectadas ahora con la suspensión de esporas, y que no fueron tratadas con substancia activa, mostraron un ataque total y se les
20. otorgó el valor 10

341176



	Substancia activa	Ataque a las hojas
	Bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxi- etil)-N-dodecil-N,N-dimetil-amonio	0
5.	Bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxi- etil)-N-decil-N,N-dimetil-amonio	0
	Bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxi- etil)-N-octil-N,N-dimetilamonio	0
	Bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxi- -propil)-N-dodecil-N,N-dimetilamonio	0
10.	Bromuro de N-(2-formil-4,6-dibromo-fenoxi- -etil)-N-dodecil-N,N-dimetilamonio	0
	Bromuro de N-(2-formil-4-cloro-6-bromo-fe- noxi-etil)-N-dodecil-N,N-dimetilamonio	0

Alternaria solani sobre tomates

15. Las hojas de plantas de tomates de 3 a 4 semanas se espolvorean con una suspensión activa acuosa al 0,1%. Después del secado de la substancia activa se infectan las hojas con una suspensión fresca de esporas de *Alternaria solani*, y se las coloca en el invernadero a aproximadamente 20° y 95 -



341176

- 100% de humedad del aire. Los experimentos se evalúan según la siguiente escala: 10 = ataque total; 9 - 1 = reducción del ataque según su envargadura; 0 = ningún desarrollo de hongos.

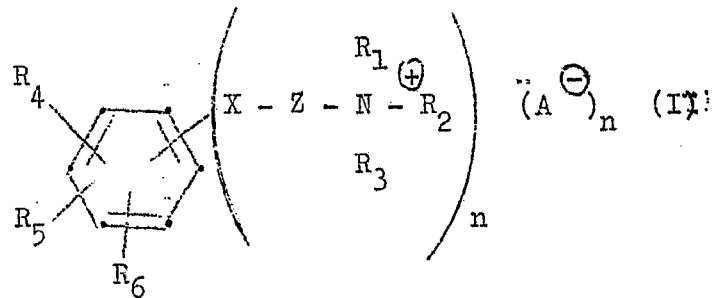
5. Los vegetales de control fueron atacados totalmente y se les asignó el valor 10

	Substancia activa	Ataque a las hojas
10.	Bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxi-etil)-N-dodecil-N,N-dimetil-amonio	1
	Bromuro de N-(2-formil-4-cloro-6-bromo-fenoxietil)-N-dodecil-N,N-dimetilamonio	3
15.	Bromuro de N-(4-formil-fenoxietil)-N-dodecil-N,N-dimetil-amonio	5
	Bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxietil)-N-octil-N,N-dimetilamonio	5

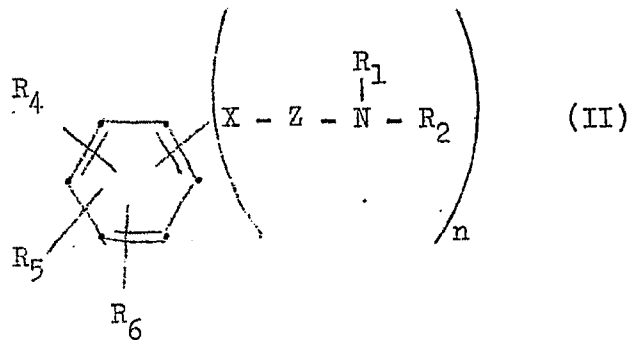
20. Las nuevas sales amónicas cuaternarias de la fórmula general I



341176



5. en la que  $R_1, R_2, R_3, R_4, R_5, R_6, X, Z, A$  y  $n$  tienen la significación arriba señalada, se obtienen cuaternizando una amina terciaria de la fórmula general II



10.

15. en la que  $R_1, R_2, R_4, R_5, R_6, X, Z$  y  $n$  tienen el significado arriba indicado, con un compuesto de la fórmula general III





341176

en la que

$R_3$  significa un radical alifático substituído o no substituído,

5.  $A'$  significa un átomo de halógeno, un grupo alcoxisulfoniloxi o un grupo arisulfoniloxi, y

$n$  es el número 1 o el 2,

y transformando las sales cuaternarias así obtenidas, eventualmente, al objeto de lograr una permutación del anión con otros ácidos no fitotóxicos orgánicos o in-

10. gánicos. Es ventajoso el realizar la transformación cuaternaria en presencia de un agente diluyente o disolvente inerte respecto a los participantes en la reacción, como un hidrocarburo aromático, por ejemplo benceno, tolueno o xiloles, un hidrocarburo aromático clorado, por ejemplo

15. clorobenceno, una amida ácida alquilada en N, como dimetilformamida, nitrilos, un éter o parecidos. Las temperaturas de la reacción se hallan entre 50 y 150°C. Los tiempos de reacción se encuentran entre 15 minutos y 24 horas y dependen, en esencial de la facultad de reac-

20. ción de los participantes en la reacción y del disolvente utilizado.

Como agentes para la transformación cuaternaria de la fórmula general III entran en consideración



= 12 =

341176

los halogenuros alquílicos, sulfatos dialquílicos, ésteres del ácido toluensulfónico etc., de los que los halogenuros alquílicos son los preferidos. El ion de halógeno de los halogenuros amónicos cuaternarios obtenidos puede permutarse fácilmente respecto al anion de todo discrecional ácido orgánico o inorgánico no fitotóxico, es decir:

- 5.
- a) por transformación del halogenuro en el hidróxido y posterior neutralización con el correspondiente ácido, y
- 10.
- b) tratando el halogenuro o el hidróxido con una resina artificial que permuta aniones.

15.

Los ejemplos siguientes describen la preparación de las nuevas moléculas activas de la fórmula general I, mientras no se indique lo contrario, las partes significan partes en peso, las temperaturas se indican en grados Celsius.



341176

EJEMPLO 1

- 543 partes de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxietil)-N,N-dimetilamina se calientan a 100° durante 5 horas bajo agitación con 748 partes de bromuro dodecílico. Luego la
5. masa reaccional espesa originada se esponja y se disuelve en benceno caliente. La parte no disuelta se filtra y lo filtrado se enfría. Con ello se separa por precipitación el bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxi-etil)-N,N-dimetil-N-dodecil-amonio. Tras el secado, el compuesto
10. tiene el punto de fusión de 120-122°.

EJEMPLO 2

- Una solución de 2,43 partes de 2-bromoetoxi-acetofenona y 7,0 partes de una solución dimetilamínica etanólica al 33% en volumen se calienta a 80° durante 6
15. horas en un autoclave. La mezcla reaccional originada se concentra, y el residuo se disuelve en ácido clorhídrico 2n en exceso. Los subproductos no básicos se fijan en éter. Tras adición de hidróxido sódico 2n en exceso precipita un aceite, que se extrae con éter. La solución
20. etérica se lava dos veces con agua, se seca sobre sulfato sódico, se filtra y concentra. El aceite que permanece se calienta durante 4 horas a baño maria hirviente con 1,8 partes de bromuro dodecílico. Tras el enfriado, la



# 341176

masa oleosa obtenida se lava a fondo con éter etílico, y los cristales precipitados se filtran y recristalizan en acetona/éter etílico. El bromuro de N-(2-acetil-fenoxi-etil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio obtenido tiene el punto de fusión de 86-89°.

5. EJEMPLO 3

En la forma descrita en el ejemplo 2 se obtiene bajo utilización de dosis equivalentes de 4-beta-bromooctoxibenzaldehído y solución etanólica de dimetilamina, el bromuro de N-(4-formil-fenoxi-etil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio de punto de fusión 75-78°.

EJEMPLO 4

2,43 partes de 2-bromoetoxiacetofenona, 1,99 partes de N-metil-N-n-dodecilamina y 4 partes en volumen de alcohol etílico al 96% se calientan a 160° durante 16 horas en el tubo cerrado a la lámpara. Luego el disolvente se destila en vacío, el residuo se disuelve en ácido clorhídrico 2n en exceso y la parte no básica se elimina mediante extracción por dos veces con éter. La solución acuosa se regula alcalinamente con NaOH-2n, la base se fija mediante sacudimiento en éter, se seca con sulfato magnésico y el éter se destila en vacío. El residuo oleoso se hace reaccionar con 3 partes en volumen de bromuro metílico, después de lo cual la substancia oleosa precipitada se purifica sobre una columna de gel silíce. El bromuro de N-(2-acetil-fenoxi-etil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio obtenido tiene el punto de fusión de 87-88°.



341176

EJEMPLO 5

En la forma descrita en el ejemplo 4 se obtiene bajo utilización/<sup>de</sup> dosis equivalentes de 4-beta-bromoetoxi-benzaldehído, N-metil-N-octadecilamina y bromuro metílico, el bromuro de 5. N-(4-formil-fenoxi-etil)-N,N-dimetil-N-octadecil-amonio, como aceite.

Ejemplo 6

9,3 partes de 4-cloro-3-nitrobenzaldehído se disuelven en 70 partes en volumen de etanol al 96%. Bajo agitación 10. intensa se adicionan en el término de 2 horas y a 40-50° 2-dimetilaminoctandiol a la mezcla reaccional, mientras que se adiciona a gotas simultáneamente 70 partes en volumen de NaOHln, de forma que se mantiene el pH de la mezcla a 9-10. Al finalizar la reacción se calienta todavía durante 15. te 4 horas a reflujo, con lo que destila el etanol. Luego se disuelve el residuo en ácido clorhídrico ln y se extrae la solución ácida para eliminar la parte no básica con éter.

EJEMPLO 7

De la solución ácida se libera la base mediante neutralización con amoníaco y se fija en éter. Las soluciones de 20. éter reunidas se secan con sulfato sódico y concentran. El residuo recristaliza en acetato de etilo, punto de fusión 68-69°.

8,7 partes de 3-nitro-4-(beta-dimetilaminoetiltío)-



341176

benzaldehido se hace reaccionar durante 4 horas a 100° con 9,0 partes de bromuro dodecílico. Se obtiene el bromuro de N-(2-nitro-4-formil-feniltio-etil)-N,N-dimetil-N-dodecil-amonio como aceite resinoso, que para la purificación se

5. disuelve en acetona y precipita con éter.

EJEMPLO 7

5,1 partes de bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecil-amonio se disuelven en 70 partes en volumen de etanol al 96% y se agita intensamente a 20° durante 25 horas tras adición de 1,5 partes de cloruro argéntico. Luego el precipitado originado se

10. nucha y lo filtrado se concentra hasta sequedad. El aceite que permanecé se purifica mediante disolución en acetona y por precipitación en éter exento de agua. El cloruro de N-(2-formil-

15. -4,6-dicloro-fenoxi-etil)-N,N-dimetil-N-dodecil-amonio obtenido tiene el punto de fusión de 75°.

EJEMPLO 8

5,1 partes de bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecil-amonio se disuelven en

20. caliente en 50 partes en volumen de agua. Luego se adicionan a 70-80°, con precaución, 5 partes en volumen de ácido clorhídrico concentrado y la mezcla reaccional se deja reposar a continuación durante 15 minutos. A continuación se enfría, con lo cual se fija el aceite precipi-

341176



- tado por extracción en cloroformo. A continuación la solución cloroformica se seca sobre cloruro cálcico y el cloroformo se destila bajo vacío. El residuo recristaliza en acetona. El hidrosulfato de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxi-etil)-N,N-dimetil-N-dodecil-amonio obtenido tiene el punto de fusión de 110°.

	Compuestos	Punto de fusión
10.	Bromuro de N-(2-formil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	104-110°
	Bromuro de N-(2-formil-4-cloro-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	123-124°
15.	Bromuro de N-(2-formil-4-bromo-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	119-120°
	Bromuro de N-(2-formil-4-metil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	65°
	Bromuro de N-(2-formil-4-metil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-octadecilamonio	104°
20.	Bromuro de N-(2-formil-4-nitro-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	132-135°



341176

	Compuestos	Punto de fusión
5.	Bromuro de N-(2-formil-6-metoxi-fenoxietil)- -N,N-dimetil-N-dodecilamonio	87-88°
	Bromuro de N-(2-formil-6-metoxi-fenoxietil)- -N,N-dimetil-N-octadecilamonio	98-100°
	Bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxietil)- -N,N-dimetil-N-octilamonio	135-136°
10.	Bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxietil)- -N,N-dimetil-N-decilamonio	120-126°
	Nitrato de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxietil)- -N,N-dimetil-N-dodecilamonio	85-87°
15.	Bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxietil)- -N,N-dimetil-N-dodecilamonio	>70°
	Bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro-fenoxietil)- -N,N-dimetil-N-octadecilamonio	65-69°
	Bromuro de N-(2-formil-4,6-dibromo-fenoxietil)- -N,N-dimetil-N-dodecilamonio	115-117°
20.	Bromuro de N-(2-formil-4-cloro-6-bromo-fenoxi- etil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	121-125°
	Bromuro de N-(2-formil-6-alil-fenoxietil)-N,N- -dimetil-N-dodecilamonio	138-140°

341176



	Compuestos	Punto de fusión
	Bromuro de N-(2-formil-4-metiltio-fenoxietil)- -N,N-dimetil-N-dodecilamonio	73-75°
5.	Hidrato de bromuro de N-(2-formil-4,6-dicloro- -fenoxi-propil-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	75°
	Bromuro de N-(3-formil-fenoxietil)-N,N-dimetil- -N-dodecilamonio	85-87°
10.	Bromuro de N-(4-formil-fenoxietil)-N,N-dimetil- -N-dodecilamonio	76-79°
	Bromuro de N-(4-formil-6-metoxi-fenoxietil)- -N,N-dimetil-N-dodecilamonio	65°
	Bromuro de N-(4-formil-6-metoxi-fenoxipropil)- -N,N-dimetil-N-octadecilamonio	88-90°
15.	Bromuro de N-(2-cloro-4-formil-6-metoxi-feno- xietil)-N,N-dimetil-N-decilamonio	aceite
	Bromuro de N-(2-cloro-4-formil-6-metoxi-feno- xietil)-N-dodecilamonio	aceite
20.	Bromuro de N-(2-bromo-4-formil-6-metoxi-feno- xietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	87-90°
	Hidrato de bromuro de N-(2-bromo-4-formil-6- -metoxi-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-octadecil- amonio	66-70°
25.	Bromuro de N-(4-formil-feniltio-etil)-N,N-di- metil-N-dodecilamonio	121-123°



341176

	Compuestos	Punto de fusión
	Bromuro de N-(2-nitro-4-formil-feniltioetil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	Céreo
5.	Hidrato de bromuro de N-(2-metoxi-4-formil-fenoxipropil)-N,N-dimetil-N-octil-amonio	67-72°
	Bromuro de N-(2-acetil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-octilamonio	84-86°
10.	Bromuro de N-(2-acetil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	90-91°
	Bromuro de N-(2-acetil-4-cloro-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	94-96°
	Bromuro de N-(2-acetil-4-metil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	91-93°
15.	Bromuro de N-(2-acetil-5-metoxi-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-octilamonio	101-102°
	Bromuro de N-(2-acetil-5-metoxi-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	70-71°
20.	Bromuro de N-(2-formil-4-dietilamino-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	
	Bromuro de N-(2-formil-4-cloro-6-acetilamino-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	
25.	Yoduro de N-(2-formil-4-dietilamino-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	182-184°

341176



	Compuestos	Punto de fusión
	Bromuro de N-(2-acetil-4-ciano-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	93-95°
5.	Bromuro de N-(2-acetil-4-amino-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	
	Bromuro de N-(2-acetil-4-metilamino-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamino	
10.	Hidrato de bromuro de N-(2-acetil-4,6-dicloro-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-decilamonio	céreo
	Bromuro de N-(2-acetil-4,6-dicloro-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	92-94°
	Bromuro de N-(2-acetil-4,6-dibromo-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	105-106°
15.	Hidrato de bromuro de N-(2-acetil-4-cloro-5-metil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-octilamonio	61-62°
	Bromuro de N-(2-acetil-4-cloro-5-metil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	75-77°
20.	Bromuro de N-(4-acetil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-octilamonio	109-111°
	Bromuro de N-(4-acetil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	76-78°
	Bromuro de N-(4-acetil-6-metoxi-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	88-90°

341176



	Compuesto	Punto de fusión
5.	Bromuro de N-(2-acetil-fenoxipropil)-N,N-dimetil-N-decilamonio	113-114 <sup>o</sup>
	Bromuro de N-(2-acetil-fenoxipropil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	95-97 <sup>o</sup>
	Bromuro de N-(2-propionil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-octilamonio	106 <sup>o</sup>
10.	Bromuro de N-(2-propionil-fenoxietil)-N,N-dodecilamonio	103-104 <sup>o</sup>
	Bromuro de N-(2-butilil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	109-110 <sup>o</sup>
15.	Bromuro de N-(4-propionil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	88-89 <sup>o</sup>
	Bromuro de N-(4-butilil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	100-103 <sup>o</sup>
	Bromuro de N-(2-butoxicarbonil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	87-89 <sup>o</sup>
20.	Bromuro de N-(2-carboxi-4,6-dicloro-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	111-114 <sup>o</sup>
	Bromuro de N-(2-metoxicarbonil-4,6-dicloro-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	aceite
25.	Bromuro de N-[2-(di-acetoxi-metil)-4,6-dicloro-fenoxietil]-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	112-113 <sup>o</sup>



341176

	Compuestos	Punto de fusión
	Bromuro de N-(4-hidroximetil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecil-amonio	30°
5.	Bromuro de N-(2-metoxi-5-hidroximetil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	aceito
	Bromuro de N-(2-metoxi-5-hidroximetil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-octadecilamonio	70-73°
10.	Bromuro de N-(2-acetoximetil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	94-95°
	Bromuro de N-(4-acetoximetil-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	
	Yoduro de N-(2-acetil-1-naftoxietil)-N,N-dimetil-N-decilamonio	105-108°
15.	Bromuro de N-(1-formil-2-naftoxietil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	129-130
	Dibromuro de bis-2,5[beta-(dimetil-dodecilamonio)-etoxi]-benzaldehido	85-89°
20.	Bromuro de N-(2-acetil-4,6-dicloro-fenoxietil)-N,N-dimetil-N-octilamonio	62-65°

341176



Compuestos	Punto de fusión
Bromuro de N-(2-acetil-fenoxi-etil)-N,N-dimetil-N-dodecilamonio	91-92°
5. Bromuro de N-(4-acetil-fenoxi-etil)-N,N-dimetil-N-dodecil-amonio	78-81°

10. Las nuevas sustancias activas, se elaboran en forma corriente, con sustancias de distribución y/o sustancias portadoras y se utilizan de forma que la concentración en sustancia activa se encuentre en la zona de 0,01 hasta 2%.

Las concentraciones en materia activa en las formas de elaboración asciende en general de 0,5 a 80%.

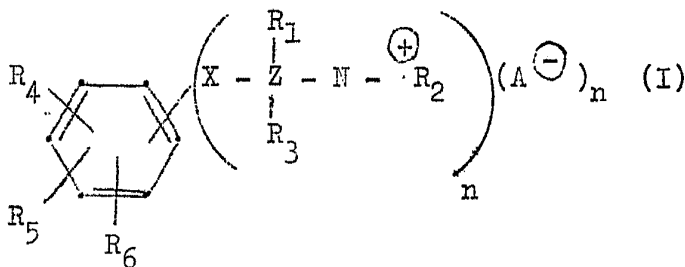


341176

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 7852/66 del 31 de Mayo de 1966.

5. 1. Procedimiento para la preparación de sales amónicas cuaternarias de la fórmula general I



15. en la que  $\text{R}_1$ ,  $\text{R}_2$ ,  $\text{R}_3$  significan, cada una, un radical hidrocarburo alifático insustituido o sustituido, en donde por lo menos uno de estos radicales muestra de 8 a 24 átomos de carbono,



341176

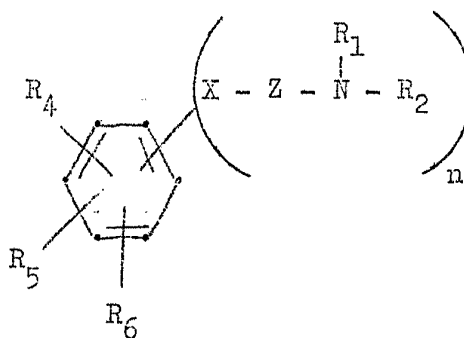
5.  $R_4$  significa un grupo alcanoilo, carboxilo, alcoxi-carbonilo, un radical alfa-hidroxi-alquílico, un radical alfa-hidroxi-alquílico acilado o un radical funcional, transformable mediante hidrólisis en un grupo alcanoilo,
- $R_5$  significa hidrógeno o un átomo de halógeno con un peso atómico por debajo de 100, y
- $R_6$  significa hidrógeno, un átomo de halógeno con un peso atómico por debajo de 100, el grupo nitro, amino, ciano o hidroxílico, un radical hidrocarburo alifático sustituido o insustituido, un radical hidrocarburo alifático insustituido o sustituido, enlazado sobre un oxígeno o azufre, un grupo alquil-amino, dialquilamino o acilamino,
10.  $R_5$  y  $R_6$  también significan juntas, un núcleo bencénico incondensado,
- X significa un átomo de oxígeno o de azufre,
- Z significa un eslabón de hidrocarburo alifático con 2 - 6 átomos de carbono, de los cuales por lo menos 2 se hallan en la cadena directa.
20. A significa el anión de un ácido orgánico o inorgánico y
- n significa el número 1 o 2,



341176

caracterizado porque una amina terciaria de la fórmula general II

5.



en la que

10.

$R_1, R_2$  significan, cada una, un radical hidrocarburo alifático isustituido o sustituido,

15.

$R_4$  significa un grupo alcancilo, carboxilo, alcoxi-carbonilo, un radical alfa-hidroxi-alquílico, un radical alfa-hidroxi-alquílico acilado o un radical funcional transformable mediante hidrólisis en un grupo alcancilo,

20.

$R_5$  significa hidrógeno o un átomo halógeno con un peso atómico por debajo de 100, y  $R_6$  significa hidrógeno, un átomo de halógeno con un peso atómico por debajo de 100, el grupo nitro, amino, ciano, o hidroxílico, un radical de hidrocarburo alifático insustituido o sustituido, un radical de hidrocarburo



341176

buro alifático insustituído o sustituido  
enlazado sobre oxígeno o azufre, un grupo alquil-  
amino, dialquilamino o acilamino,

5.  $R_5$  y  $R_6$  también significan juntas un núcleo benzénico in-  
condensado,

Z significa un eslabón de hidrocarburo alifático  
con 2-6 átomos de carbono, de los cuales por lo  
menos 2 se hallan en la cadena directa, y

10. n significa el número 1 o 2;  
se cuaterniza con un compuesto de la fórmula general III



en la que

15.  $R_3$  significa un radical de hidrocarburo alifáti-  
co insustituído o sustituido, y  
 $A'$  significa un átomo de halógeno, un grupo alcoxi  
sulfoniloxi o arilsulfoniloxi, en donde por lo  
menos una de  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  debe mostrar de 8 a  
24 átomos de carbono,

20. y las sales obtenidas se hacen reaccionar eventualmente con  
otros ácidos inorgánicos u orgánicos con el fin de de inter-  
cambio del anión.

2. Procedimiento para la preparación de sales amóni-  
cas cuaternarias.



341176

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 29 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 30 de Mayo de 1967

p.a.

JAIME ISERO

u p

Firmado: ROQUE SANZ HERRERO