

403450

-4



PATENTE DE INVENCION

Ref: P&G Case H-220.

403450

Memoria Descriptiva

sobre:

SECCION TECNICA

CLASIFICACION I. P. C.

CLASE _____

SUBCLASE _____

Procedimiento para preparar imidas de amonio cuaternario.

Int. Cl.:	C07C

Solicitante THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, entidad norteamericana, residente en 301 East Sixth Street, Cincinnati, Ohio, 45202, EE.UU. de A.

=====

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar nuevas imidas de amonio cuaternario, las cuales son agentes tensioactivos, y son capaces de existir en forma zwitteriónica o en forma catiónica.

5.

403450 - 2 -



Los compuestos de amonio cuaternario teniendo por lo menos un radical hidrofóbico de cadena larga (desde C_8 en adelante) han sido conocidos durante largo tiempo. Los mismos son útiles como agentes tensioactivos catiónicos (conocidos como "jabones invertidos"), como agentes suavizantes de textiles y como bactericidas. Cuando se destinan al uso como agentes tensioactivos, el grupo de cadena larga usualmente tiene aproximadamente 12-20 átomos de carbono, pero cuando se destinan al uso como suavizadores para textiles, los compuestos de cadena larga, por ejemplo los que tienen aproximadamente 16-22 o más átomos de carbono, son preferidos, especialmente compuestos con dos grupos de cadena larga. Los ejemplos típicos incluyen el cloruro de octadecildimetilbencilamonio, cloruro de octadeciltrimetilamonio, cloruro de diestearildimetilamonio, los bromuros correspondientes y muchos otros de estructura similar.

Estos compuestos, particularmente el cloruro de diestearildimetilamonio, han sido usados comercialmente en composiciones suavizantes de tejidos destinadas a ser añadidas en el último enjuague con agua después de un proceso convencional de lavado, y se han hecho intentos para usarlos en composiciones detergentes destinadas a ser combinadas con los agentes suavizantes para textiles.

Como estas sustancias son catiónicas, las mismas reaccionan ordinariamente con los detergentes aniónicos para formar sustancias insolubles, y debido a esto su uso en la presencia de detergentes aniónicos no es normalmente practicable. Además, las mismas tienen una



- fuerte afinidad por los tejidos, especialmente el algodón y las lanas, un hecho que juega una parte importante en su efectividad como suavizadores para textiles y como bactericidas, pero también tiene la consecuencia de que en general las mismas no son completamente arrastradas de los tejidos en los lavados sucesivos. Dichas sustancias, por lo tanto, tienden a producir una acumulación sobre los tejidos lavados repetidamente, en los cuales tienden a disminuir las propiedades remojantes de los tejidos, y en los cuales tienden a causar descoloración, desunión de las fibras y aún olores indeseables. Tales tejidos, aunque suaves, a menudo presentan una sensación "grasosa" al tacto después de varios tratamientos. Un efecto similar se observa sobre las superficies duras, así, cuando los agentes tensioactivos catiónicos son usados como agentes esterilizantes para el lavado de platos o cristales, una película hidrofóbica queda adsorbida sobre la superficie, la cual cuando es remojada, tiene una apariencia "grasosa".
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- Otros compuestos de amonio cuaternario constituyen los compuestos tensioactivos zwitteriónicos conocidos, por ejemplo, las betainas carboxílicas, sulfobetainas, sulfato- y sulfito betainas de cadena larga. Estos compuestos son agentes mojantes y detergentes valiosos. Debido a que los mismos son sales internas, ellos no reaccionan con los iones metálicos presentes en el agua dura, especialmente con los iones de calcio, y debido a esto no son casi afectados por la dureza del agua. Por la misma razón los mismos son compatibles con los deter
- 25.
- 30.

403450

- 4 -



- gentes aniónicos, catiónicos y no iónicos. Su afinidad y efecto mojante sobre ciertas fibras altamente hidrofóbicas, tales como las fibras de poliamida y poliéster, los hace particularmente valiosos para remover ciertos tipos de suciedades, especialmente suciedades grasosas, de estos materiales. Ellos son también notablemente efectivos para la limpieza de tejidos de algodón que presentan suciedad conteniendo partículas de arcilla.
- 5.
10. Sin embargo, los mismos no son fuertemente sustantivos a los tejidos y no son muy efectivos como agentes suavizantes para textiles. Estas betainas y compuestos similares a betaina conocidos existen en forma zwitteriónica a través de una amplia escala de pH.
15. En condiciones ácidas relativamente fuertes los mismos se vuelven catiónicos, pero la acidez necesaria está fuera de la escala práctica para el lavado de tejidos o de sujetos humanos.
20. En la presente invención, se emplea una nueva clase de detergentes los cuales son catiónicos bajo condiciones débilmente ácidas y son zwitteriónicos bajo condiciones débilmente alcalinas, la acidez o la alcalinidad estando relacionadas con su valor pKa como se define de aquí en adelante en la presente.
25. De esta manera, si están presentes al pH ordinario de una operación de enjuague en una solución acuosa (lo cual no constituye necesariamente el enjuague después de un lavado) los mismos están mayormente en la forma catiónica y son efectivos como agentes suavizantes de tejidos sustantivos a los tejidos, pero en las
- 30.



condiciones ordinariamente alcalinas de una operación de lavado convencional sussecuente, ellos se convierten a la forma zwitteriónica, y así son no sustantivos a los tejidos. En esta forma los mismos son compatibles con la composición detergente.

5.

Tanto sobre las fibras textiles como sobre otras superficies, por ejemplo, superficies duras, la película catiónica y/o zwitteriónica adsorbida provee una superficie la cual tiende a repeler clases importantes de suciedad (o mugre), y a promover su separación de la

10.

superficie y su dispersión en un lavado alcalino subsecuente, cuando la película adsorbida se hace no sustantiva. De esta manera estas sustancias pueden actuar como agentes aflojantes de la suciedad los cuales son re-

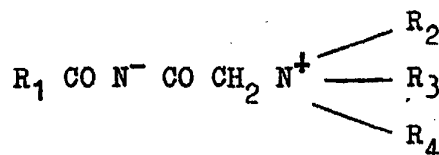
15.

movidos en cada lavado y pueden ser reaplicados en un enjuague o tratamiento similar antes de que la superficie sea reexpuesta a la suciedad. Los mismos pueden

20.

también impartir propiedades antiestáticas y bactericidas a las superficies tratadas con ellos, y algunas de estas sustancias actúan para inhibir la transferencia de los tintes de un artículo o parte de un artículo a otro en las soluciones de lavado y similares.

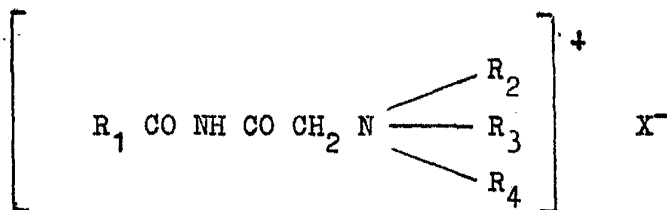
De acuerdo con la invención, se proveen imidas de amonio cuaternario que tienen la fórmula siguiente:



25.

o sus agregados catiónicos que tienen la fórmula:

403450₆ -



en donde X es un anión,

R₁ representa un grupo alquilo teniendo 1 a 25 átomos de carbono o un grupo fenilo o bencilo o un grupo alquilbenceno o alquilfenilo teniendo 8 a 18 átomos de carbono en el radical alquilo,

5.

R₂ representa un grupo alquilo teniendo 1 a 26 átomos de carbono o un radical bencilo o fenilo,

cada una de las R₃ y R₄ representa un grupo alquilo teniendo 1 a 4 átomos de carbono o un radical fenilo o bencilo ó R₂, R₃ y R₄ juntas representan un anillo de piridina y una de las R₁ y R₂ o ambas contienen por lo menos 10 átomos de carbono.

10.

Los compuestos particularmente ventajosos son aquellos de la fórmula mencionada arriba en la presente en los cuales R₁ es un grupo alquilbencilo teniendo 12 a 14 átomos de carbono en el grupo alquilo o un grupo alquilo teniendo 13-21 átomos de carbono y R₂, R₃ y R₄ representan cada una un grupo metilo, o etilo o un grupo fenilo o bencilo o juntas constituyen un anillo de piridina, los compuestos especialmente favorecidos

15.

siendo aquellos en los cuales R₂, R₃ y R₄ cada una representa un grupo metilo. Otros compuestos adecuados

20.

son aquellos de la fórmula dada arriba en la presente en los cuales cada una de las R₁, R₃ y R₄ representa un

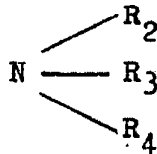
25.

grupo de cadena corta ya sea alquilo teniendo 1 a 6 áto-



- mos de carbono, fenilo o bencilo, y R_2 representa un grupo de cadena larga teniendo 10 a 26 preferiblemente 14 a 22 átomos de carbono. Preferiblemente en estos compuestos R_1 es metilo o etilo, especialmente metilo. Aún otros compuestos adecuados son aquellos en donde ámbas R_1 y R_2 , que no tienen que ser lo mismo, representan grupos de cadena larga tal como se han definido arriba en la presente.
- 5.

- Los compuestos de la invención pueden prepararse por cualquier método adecuado, pero un método conveniente es hacer reaccionar un amida $R_1CO NH_2$ con cloruro de cloroacetilo y entonces hacer reaccionar el producto con una amina terciaria
- 10.



- en donde las R's tienen los significados mencionados arriba en la presente.
- 15.

- Como se ha indicado arriba en la presente, los compuestos para que sean agentes tensioactivos tienen por lo menos un grupo hidrofóbico de cadena larga y los mismos pueden tener dos de tales grupos. Usualmente, al preparar los compuestos, se prefiere comenzar con una amida de cadena larga, por ejemplo, una acilamida grasa teniendo desde 10 aproximadamente a 26 átomos de carbono, preferiblemente 14-22 átomos de carbono, derivada de grasas o de otras fuentes de ácidos grasos de elevado peso molecular, o una alquilbencil o al-
- 20.
- 25.

403450

- 8 -



quilfenilamida teniendo aproximadamente 8 a 18, preferiblemente aproximadamente 12 a 14 átomos de carbono en la cadena alquílica.

5. En particular, la amida puede ser derivada de un alquilato detergente típico, via el correspondiente cloruro de alquilbencilo,

10. La amina terciaria puede actuar como la fuente de un grupo hidrofóbico de cadena larga, en cuyo caso la misma puede contener un grupo alquilo de cadena larga como se describe arriba en la presente. Los grupos restantes son normalmente grupos de cadena corta, tales como metilo, etilo o pueden ser grupos bencilo o fenilo. Alternativamente R_2 , R_3 y R_4 pueden representar juntas un anillo heterocíclico tal como un anillo de piridina. La amina terciaria preferida es la trimetilamina.

15. En solución acuosa, y cuando se separan de la solución acuosa, las imidas de la invención pueden existir ya sea en forma catiónica a pH relativamente bajo o en forma zwitteriónica a pH relativamente alto, y las mismas tienen un valor pKa en la escala 7-10, usualmente 8 a 8,5. El valor pKa es el pH en el cual los compuestos están 50 % molar en forma zwitteriónica y 50 % molar en forma catiónica. De esta manera a un pH más bajo los mismos son predominantemente catiónicos y a un pH alto predominantemente zwitteriónicos, pero a pH cercano al valor pKa ambas formas pueden estar presente en cantidad considerable.

20. La invención también provee composiciones novedosas para el tratamiento de superficies las cuales com

25.

30.

403450



- 9 -

prenden uno o más componentes convencionales de tales composiciones y una imida de amonio cuaternario como se define arriba en la presente, dicha imida teniendo un valor pKa en la escala de 7 a 10.

5. Estas composiciones son útiles como agentes suavizantes de textiles, que no se acumulan sobre los textiles y no impiden la remojabilidad de los textiles tratados repetidamente con ellas, y no causan descoloración o sensación "grasosa" de los textiles. Además, las mismas actúan como agentes repelentes y aflojantes de la suciedad, de manera que las superficies ensuciadas de los textiles y otros materiales son más fácilmente limpiadas en lavados sucesivos, particularmente en condiciones de lavado menos que ideales, por ejemplo cuando se laven a temperatura relativamente baja (por debajo de 60°C) y/o cuando las composiciones son usadas por debajo de la concentración óptima de una composición detergente doméstica convencional. Las mismas son particularmente valiosas para ayudar a la remoción de suciedades grasosas, grasosas particuladas y suciedades basadas en arcilla de los textiles y de las superficies duras.
- 10.
- 15.
- 20.

25. Frecuentemente, es conveniente aplicar las composiciones de la invención en alguna etapa durante el proceso del lavado, por ejemplo en la etapa de enjuague, y las mismas pueden constituir lo que se conoce como "aditivos para enjuague". En este punto, se entenderá que el primer llamado "enjuague" de un nuevo artículo pudiera bien tener lugar antes de que el mismo sea lavado por primera vez o aún usado, para impartir propie-
- 30.

403450



- 10 -

- dades de repulsión de suciedad y aún otros beneficios. Preferiblemente, las composiciones contienen agentes reguladores de pH de un tipo y en una cantidad tal que una solución acuosa de la composición, por ejemplo, en
5. agua del grifo o en una solución de enjuague después de un lavado convencional, generalmente alcalino, tenga un pH cercano o por debajo del valor pKa del agente tensioactivo, de manera que este último esté presente en forma catiónica hasta un grado considerable.
10. Las composiciones son especialmente efectivas si son reguladas de manera que el pH de la solución esté cercano a dicho valor pKa, por ejemplo dentro de dos unidades de pH por encima o por debajo de ese valor, especialmente dentro de una unidad del mismo. Los compuestos reguladores de pH adecuados son bien conocidos en
15. el arte, e incluyen fosfatos, boratos, carbonatos, citratos, tartratos y similares solubles en agua, y los ácidos correspondientes. Las proporciones de los componentes en tales composiciones dependen de la forma en la
20. cual las composiciones están destinadas a emplearse, y de la naturaleza de los componentes seleccionados. Adecuadamente la cantidad de agente tensioactivo en forma catiónica presente puede estar en la escala desde 0,01% aproximadamente hasta 0,5 % en peso seco del tejido que
25. ha de ser tratado, por ejemplo a aproximadamente 0,1 %.
- Sobre otra base, las composiciones para aditivo de enjuague efectivas han contenido aproximadamente 1 a 20 %, por ejemplo aproximadamente 5 % en peso de la forma catiónica del agente tensioactivo, y han sido usadas
30. a una concentración desde 0,2 % aproximadamente hasta 0,5%

403450

- 11 -



en peso en una solución de tratamiento, pero estas cifras no han de ser consideradas limitantes.

Las composiciones de la invención pueden, alternativamente, ser formuladas como composiciones detergen

5. tes alcalinas aprovechando las propiedades detergentes valiosas de la forma zwitteriónica de las imidas de la invención. Tales composiciones pueden contener la cantidad usual de sales coadyuvantes de detergencia y agentes secuestrantes, y pueden contener otros agentes tensioactivos no catiónicos. Cuando se diluyen con agua del grifo o similar en una etapa de enjuague para reducir el pH hasta cerca o por debajo del valor pKa, la proporción de la imida de la invención remanente se vuelve catiónica hasta un grado considerable y substantiva a la superficie que está siendo lavada, con las ventajas descritas arriba en la presente. Usualmente tales composiciones detergentes reforzadas contienen sales coadyuvantes de detergencia y agente tensioactivo orgánico total en una relación de peso en la escala desde 1:4 aproximadamente hasta 30:1.
- 10.
- 15.
- 20.

Otra manera de usar las composiciones como suavizadores para textiles es formularlas como composiciones para remojo previo. En esta forma los tejidos que han de ser lavados se les dá un remojo o humedecimiento preliminar en una solución acuosa conteniendo la forma catiónica de un compuesto de la invención.

25. Seguidamente una composición detergente convencional puede ser añadida a la misma solución llevando a cabo el lavado y el enjuague normalmente. Alternativamente la solución sobrante puede ser separada de los te-
- 30.

403450

- 12 -



jidos, por ejemplo escurriéndola por centrifugación, y entonces los tejidos pueden ser lavados y enjuagados en la forma ordinaria.

5. Estas composiciones para remojo previo solo necesitan contener el compuesto de la invención, pero normalmente las mismas contienen también un diluyente o un medio portador. Frecuentemente es útil incluir un agente tensioactivo adicional zwitteriónico o no iónico para mejorar la solubilidad de la imida de amonio cuaternario.

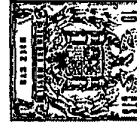
10. Las composiciones descritas arriba en la presente ya sean alcalinas o no, pueden contener los componentes compatibles de las composiciones convencionales de la clase a las cuales ellas pertenecen. Así las composiciones detergentes alcalinas pueden contener coadyu-

15. vantes como los mencionados arriba en la presente, por ejemplo fosfatos y polifosfatos, carbonatos y silicatos hidrosolubles, usualmente de metal alcalino, especialmente sodio o de potasio, y agentes de quelación tales como nitrilotriacetatos, policarboxilatos, tales como los que

20. se describen en la especificación Británica 1,054,755 y citratos, gluconatos y similares. Sales neutras tales como los cloruros, y sulfatos de metal alcalino, pueden también estar presentes, así como agentes blanqueadores tales como perborato de sodio, percarbonatos y perfosfa-

25. tos. Componentes menores que pueden también estar presente incluyen agentes controladores de espuma, enzimas o estabilizadores para las enzimas y/o para los agentes blanqueadores, inhibidores de polvo, etc. Las composiciones de cada clase pueden contener agentes de quelación

30. efectivos al nivel apropiado de pH, abrillantadores óp-



5. ticos, perfume, materia colorante, y, si las composiciones son líquidas, agentes emulsificantes, hidrótrofos, solventes y similares. Como se entenderá, algunos de estos componentes pueden tener más de una función, por ejemplo pueden funcionar como reguladores de pH y agentes de quelación.

En las composiciones detergentes alcalinas, las imidas de amonio cuaternario en forma no catiónica son compatibles con otros tensioactivos de cualquier clase.

10. En las composiciones en donde la imida está en la forma catiónica, los detergentes aniónicos están preferiblemente ausentes. Los detergentes aniónicos adecuados cuando son compatibles incluyen los derivados de los ácidos sulfónico y sulfúrico tales como sulfonatos de alquilarilo, sulfatos de alquilo, sulfatos de eteralquilo y muchos otros bien conocidos en el arte. Los detergentes no iónicos adecuados incluyen alcoholes polietoxilados, alquilfenoles, ácidos grasos, aminas y similares condensados de óxidos de propileno polietoxilado, ésteres de sorbitán polietoxilados y muchos otros. Los zwitteriónicos adecuados incluyen los carboxilatos (betainas) sulfonatos (sulfobetainas) de amonio cuaternario y similares, algunos de los cuales han sido mencionados arriba en la presente. Los tensioactivos no iónicos semipolares tales como los óxidos de amina terciaria u óxidos de fosfina pueden también estar presentes.
15.
20.
25.

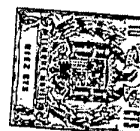
Los siguientes Ejemplos ilustran la invención:

EJEMPLO 1

30. Dodecibenceno lineal comercial fué convertido a cloruro de dodecibencilo y seguidamente via el nitrilo

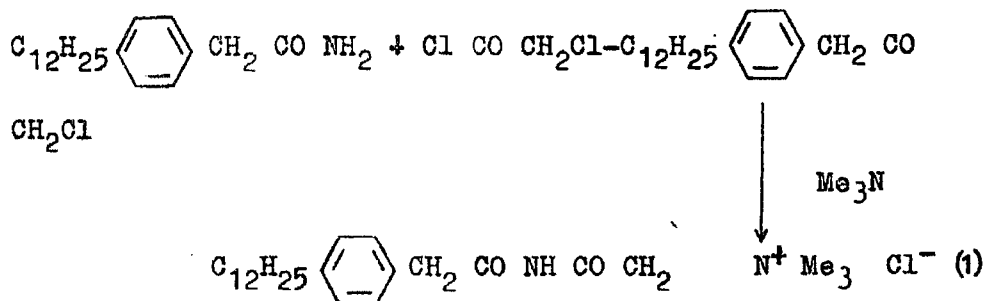
403450

- 14 -

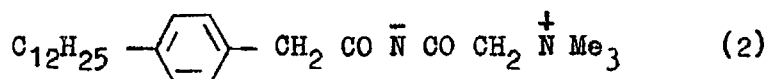


correspondiente a dodecilfenilacetamida. Los isómeros orto- y para- estaban presentes en una relación de aproximadamente 1:4.

5. Fueron calentados bajo reflujo durante dos horas 3,4 gramos de dodecilfenilacetamida y 15 ml de cloruro de cloroacetilo. El exceso de cloruro de cloroacetilo fué separado por evaporación bajo presión reducida, y el residuo fué disuelto en acetona (50 ml). Un exceso grande de trimetilamina gaseosa fué pasado a través de esta solución durante 1 hora y entonces la mezcla se dejó descansar durante 16 horas antes de separar por filtración el producto cristalino, carmelita (1). La reacción puede ser representada en la forma siguiente:



15. El exámen infrarrojo del producto indicó que el mismo estaba contaminado con cloruro de trimetilamonio: el mismo fué purificado pasando una solución metanólica del producto crudo a través de una columna de resina para intercambio de iones hidroxilo (50 ml. IR 400A). La evaporación del eluente dió producto purificado en la forma zwitteriónica (2).

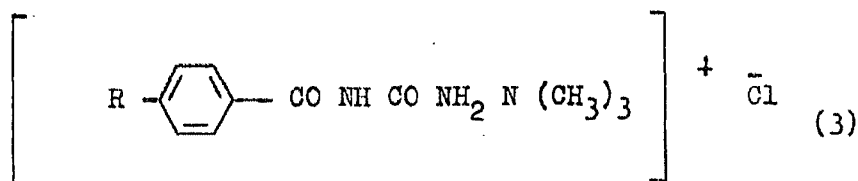




Esta sustancia en la forma ácida conjugada (1) tiene un valor pKa de 8,5.

EJEMPLO 2

- Paños de prueba de muselina de algodón fueron prelavados en una solución a 0,5 % de un detergente alcalino para trabajo fuerte doméstico convencional a 60°C durante 5 minutos, enjuagados en agua del grifo y secados. Los mismos fueron entonces divididos en dos grupos y un grupo (a) fué sumergido en agua del grifo y secado.
- El otro grupo (b) fué sumergido en una solución al 0,1 % en peso de la imida de amonio cuaternario que tiene la fórmula.

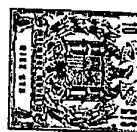


- en donde R era n-dodecilo, el pH de la solución siendo ajustado a 6,5. El valor pKa de este compuesto fué 8,3.
- Los paños de prueba fueron enjuagados en agua del grifo y secados. Ambos grupos de paños de prueba fueron entonces ensuciados uniformemente con una suspensión acuosa de tierra de jardín molida, constituyendo una suciedad del tipo arcilloso, y secados. Cada grupo de paños de prueba fué entonces lavados en una solución al 0,2 % del mismo detergente para trabajo fuerte a 60°C durante 5 minutos. Enjuagados en agua del grifo y secados. La solución tenía un pH de 10.

- Los paños de prueba del grupo (b) fueron visiblemente más limpios que aquellos del grupo (a).

403450

- 16 -

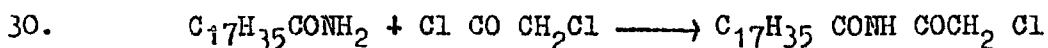
EJEMPLO 3

5. Un paño de prueba de algodón fué sumergido durante 3 minutos en una solución al 1 % en agua del grifo del compuesto (3) del Ejemplo II. El pH de la solución fué 4,2. El mismo fué entonces enjuagado en agua y secado. Un paño de prueba comparativo fué sumergido en agua y secado. Los paños de prueba fueron entonces sumergidos en una dispersión acuosa conteniendo 100 ppm en peso del colorante Cloramine Rose B (Índice de Color: Rojo Directo 31). Los paños de prueba fueron enjuagados y secados. El paño que fué pre-tratado en la solución del compuesto de la invención se vió que era menos coloreado que el que fué pre-tratado en agua solamente.

EJEMPLO 4

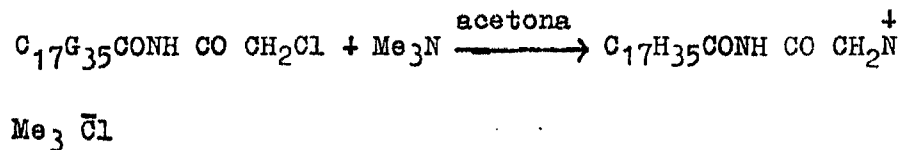
15. (a) Cloroacetilooctadecanimida
20. Octadecanimida (28,3 gramos) en benceno (130 ml) fué tratada con piridina (1 ml) y la solución fué calentada hasta ebullición. Cloruro de cloroacetilo (22,6 gramos) fué entonces añadido durante 30 minutos y el conjunto fué calentado durante un periodo adicional de 1,5 horas bajo reflujo. La solución se dejó enfriar a temperatura ambiente y después de 16 horas, el producto blanco, cristalino (15,5 gramos) fué recogido por filtración. La Espectroscopía infrarroja y de Resonancia Nuclear Magnética (I.R. y N.M.R.) confirmó que el producto era cloroacetilooctadecanimida, punto de fusión 105-106°.

La reacción fué de acuerdo con la ecuación siguiente:

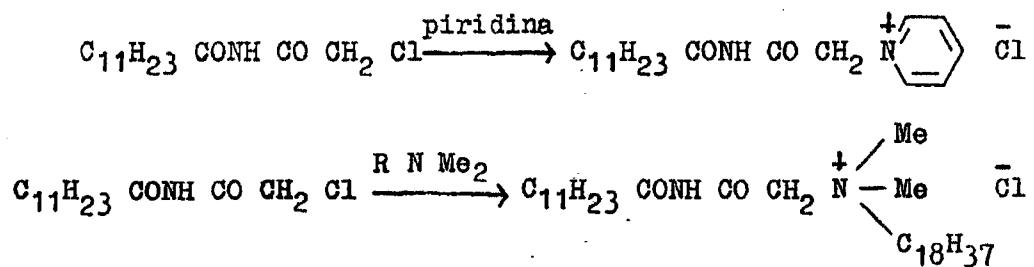


(b) Cuaternización de la Cloroacetilooctadecanimida

- (1) Cloroacetilooctadecanimida (1 g) fué disuelta en acetona caliente (50 mls) y se añadieron 5 mls de trimetilamina. Dieciseis horas más tarde, el producto precipitado (1,1 g) fué filtrado y lavado completamente con acetona. La reacción fué de acuerdo con la ecuación siguiente:

EJEMPLO 5

- En forma similar, tratando cloroacetildodecanimida con piridina o alquildimetilamina ($\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{N Me}_2$) los siguientes tipos fueron preparados:

EJEMPLO 6

- Piezas de tohallas de algodón para pruebas recibieron dos lavados de pre-tratamiento en una composición de detergente sintético doméstico para trabajo fuerte convencional (Ariel : P&G Ltd.) fueron enjuagadas después de cada lavado y secadas.

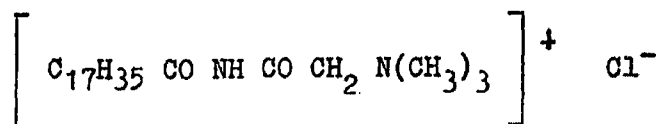
- Las piezas de prueba fueron divididas en dos grupos y uno de los grupos (a) fué lavado en una solución a 0,55% del mismo detergente convencional, el otro grupo (b) fué lavado en una solución idéntica excepto por la adición de

403450

- 18 -



0,025 % del compuesto:



Las soluciones fueron hechas en agua dura (258 ppm. como CaCO_3). El lavado fué realizado en una máquina lavadora pequeña. Las condiciones de lavado fueron:

5. 10 minutos a $48,9^\circ\text{C}$
50 g de tejido por "carga" en la máquina
20:1 relación en peso de líquido a tejido
Dos piezas de prueba por carga, dos cargas por cada composición comparada.

10. Después del lavado los tejidos fueron escurridos centrifugándolos, lavados dos veces en agua fría (10:1 relación líquido a tejido), y escurridos centrifugándolos y secados al aire.

15. Los mismos fueron comparados mediante una técnica de comparación apareada para determinar su suavidad por un panel de 4 damas.

Los resultados, en unidades de calificación del panel (preferidos positivos) fueron:

20. Grupo (a) -0,46
Grupo (b) +0,52

La diferencia mas pequeña significativa 0,78 (95% de confianza).

EJEMPLO 7

25. Cloroacetamida (6,0 g), anhídrido acético (9,0 g) y cloruro de acetilo (0,6 ms) fueron calentados bajo reflujo durante una hora. A la solución enfriada, se le añadió benceno (25 mls). Después de 2 horas, el produc



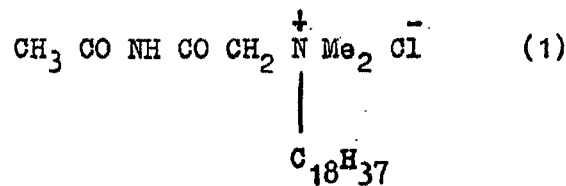
to precipitado fué filtrado, lavado con petroleo ligero y secado. El rendimiento fué 5,7 g y la cloroacetilacetamida mostró un punto de fusión 103-105°C. (El método es adaptado del de Polya y Spotswood, Recueil 1948, 67, 927).

5.

Cuaternización de la Cloroacetilacetamida

Cloroacetilacetamida (1 g) y octadecildimetilamina (2,5 g) en acetona (10 mls) fueron calentados bajo reflujo durante 1,5 horas. Al enfriarse, la imida de amonio cuaternario (1) precipitó y fué aislada por filtración. El rendimiento fué 2,4 g. El producto fué soluble en agua, rindió una solución espumosa y dió una reacción positiva para cloruro iónico. El espectro infrarrojo (I.R.) fué compatible con la estructura asignada:

15.



- N O T A -

20.

Descrita suficientemente la natura del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Inglaterra, con fecha 9 de junio de 1971, bajo el número 19644/71, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios

25.

403450

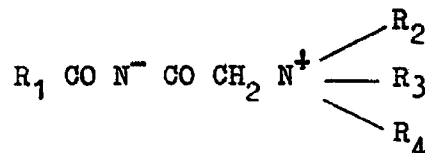
- 20 -



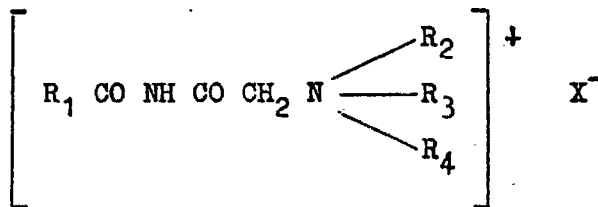
Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR IMIDAS DE AMONIO CUATERNARIO; caracterizándose por lo siguiente:

5.

1º.- Procedimiento para preparar imidas de amonio cuaternario, que tienen la fórmula



o sus agregados catiónicos que tienen la fórmula:



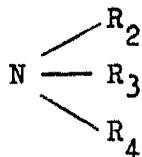
10. en donde X representa un anión; R₁ representa un grupo alquilo teniendo de 1 a 25 átomos de carbono o un grupo fenilo o bencilo o un grupo alquilbencilo o alquilfenilo teniendo de 8 a 18 átomos de carbono en el radical alquilo; R₂ representa un grupo alquilo teniendo de 1 a 26 átomos de carbono o un radical bencilo o fenilo; cada una de las R₃ y R₄ representa un grupo alquilo teniendo de 1 a 4 átomos de carbono o un radical fenilo bencilo ó R₂, R₃ y R₄ juntas representan un anillo de piridina, y una ó ambas de las R₁ y R₂ contienen por lo menos 10 átomos de carbono; caracterizado porque comprende hacer reaccionar una amida de fórmula R₁CONH₂ con cloruro
- 15.
- 20.

403450

- 21 -



de cloroacetilo y hacer reaccionar el producto con una amina terciaria de fórmula:



en la que R_2 , R_3 y R_4 se definen como anteriormente.

- 2^a.- Procedimiento para preparar imidas de amonio cuaternario, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.
- 5.

Esta Memoria consta de 21 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid - 4 AGO. 1972

10.

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET
Por el Firmado L. Gorta Fernández