

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

10	ES	11	NUMERO	10	A1
		21			
		22	FECHA DE PRESENTACION		

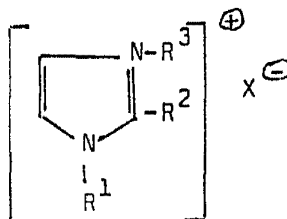
PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
25 10 525.3	11 marzo 1.975	Alemania
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07D // A61L	
54 TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPUESTOS DE IMIDAZOLINIO CUATERNARIOS		
71 SOLICITANTE (S)		
Th. Goldschmidt AG		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
4300 Essen, Goldschmidtstrasse 100		
72 INVENTOR (ES)		
Dr. Ulrich Holtschmidt y Dr. Günter Schwarzmann		
73 TITULAR (ES)		
La misma solicitante		
74 REPRESENTANTE		
D. Carlos Fernandez Candelas		

**CONCEDIDA**  
26 ENE. 1977



El invento concierne a un procedimiento para la preparación de nuevos compuestos de la fórmula general



en donde R<sup>1</sup> significa un radical alcoholo de cadena recta con 8 a 18 átomos de carbono; R<sup>2</sup> significa un radical alcoholo de cadena recta con 1 a 3 átomos de carbono; R<sup>3</sup> significa un radical alcoholo de cadena recta con 8 a 16 átomos de carbono; y X es un radical cloro o bromo, así como a un procedimiento para la preparación de estos compuestos y a preparados microbicidas, que contienen estos compuestos en cantidad eficaz. En este caso, dentro de la expresión "radical alcoholo de cadena recta con 8 a 16 ó 18 átomos de carbono" ha de entenderse también una mezcla de radicales alcoholo con diferentes longitudes de cadena, que en promedio son de C<sub>8</sub> hasta C<sub>16</sub> ó C<sub>18</sub>. Tales mezclas de grupos alcoholo pueden derivarse de grasas existentes en la naturaleza. Los grupos alcoholo son por lo tanto en general de número par de átomos de carbono.

La tecnología en progreso continuo de la fabricación de alimentos, ya sea en lecherías, cerveceras, industrias cárnicas y de embutidos, pero también la necesaria desinfección en hospitales, locales de baño, y también en mataderos, exige la



puesta a disposición de compuestos con alta actividad, que en lo posible sean activos no sólo contra bacterias por sí solas, sino también de igual modo contra bacterias, hongos y levaduras y actúen sobre éstas no sólo de modo inhibitorio sino también destructor. Debido a la formación de cepas resistentes y a la selección natural es necesario poner a disposición constantemente nuevos agentes que superen en su efecto o complementen al de los productos más antiguos en parte ya acreditados. El continuo progreso técnico, que está establecido por el descubrimiento de nuevos compuestos activos, no debe consistir de modo indispensable en que estos compuestos sean en su actividad absoluta mejores que los compuestos del estado conocido de la técnica. Su mera puesta a disposición hace posible el cambio de agentes desinfectantes existentes y disminuye por lo tanto la formación de cepas resistentes. Esto, por sí sólo, ya puede constituir un progreso técnico considerable.

No obstante, los nuevos compuestos, además de la posibilidad de cambio, son de modo sorprendente muy activos contra bacterias, hongos y levaduras, y por lo tanto pueden ser designados como compuestos microbicidas.

Los nuevos compuestos de la fórmula I son solubles en agua y por lo tanto pueden ser confeccionados de modo usual. Como confección se entiende en este caso la producción de preparados ajustados a la utilización, por ejemplo la preparación de soluciones acuosas de los compuestos según el invento en concentración concentrada o típica para la utilización en cuestión. La confección abarca en este caso también el ajuste de un deter-



minado valor de pH, correspondiente a la finalidad de utilización, eventualmente a la adición de sustancias tensioactivas conocidas, catiónicas o no ionógenas, con el fin de disminuir la tensión de superficies de contacto de las soluciones y/o aumentar su efecto limpiador, y eventualmente efectuar la coloración y/o el perfumado del preparado. Otra forma de confección consiste en la preparación de un producto seco, utilizando la sustancia pura cristalina o mezclando la sustancia pura con materiales de vehículo inertes especialmente inorgánicos, tales como por ejemplo fosfatos o sulfatos de metales alcalinos. Ultimamente va ganando en importancia también la disolución de las sustancias activas en disolventes de bajo punto de ebullición o la atomización de las soluciones de las sustancias activas mediante nitrógeno comprimido. Estas formas de preparados son vendidas en el mercado como aerosoles.

Tal como se ha indicado arriba, a los compuestos según el invento se pueden añadir sustancias tensioactivas, catiónicamente activas o no ionógenas. Como compuestos catiónicamente activos son apropiados, por ejemplo, compuestos de amonio cuaternario, tales como por ejemplo cloruro de cetilpiridinio, que al mismo tiempo tiene propiedades acrecentadoras del efecto. Como compuestos no ionógenos pueden utilizarse productos de reacción por adición, en sí conocidos, de óxido de etileno con compuestos con hidrógeno ácido, especialmente con alcoholes con una longitud de cadena de 8 a 14 átomos de carbono.

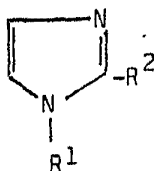
El valor de pH óptimo para la utilización se encuentra en el margen desde débilmente ácido hasta neutro y se extiende



aproximadamente entre 4 y 8. Para ajustar el deseado valor de pH se utilizan convenientemente ácidos orgánicos débiles, preferiblemente ácido acético. No obstante, también son apropiados ácidos polifuncionales, tales como por ejemplo ácido cítrico o ácido láctico.

5

Los nuevos compuestos según el invento pueden ser preparados de manera en sí conocida, haciendo reaccionar compuestos de la fórmula



II

en un disolvente polar preferiblemente un alcohol inferior, con cantidades por lo menos equimolares de  $R^3X$  a temperaturas de 80 a 150°C, y a continuación eliminando el disolvente y eventualmente  $R^3X$  en exceso. En tal caso los sustituyentes  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$  y el grupo X tienen los mismos significados que en la fórmula I,

10

Preferiblemente la reacción se lleva a cabo con cantidades en exceso de  $R^3X$ . La eliminación del compuesto  $R^3X$  en exceso se efectúa convenientemente por destilación.

15

En los siguientes ejemplos se muestran la preparación de los compuestos según el invento, la producción de los preparados microbicidas a partir de ellos, y las propiedades microbicidas de estos preparados.

20

El ensayo en cuanto a actividad microbicida se efectuó de acuerdo con las normas orientativas = Richtlinien der Deutscher



Gesellschaft für Hygiene und Mikrobiologie e.V., Gustav Fischer Verlag, Stuttgart 1972. En este caso, en las tablas, + significa crecimiento de bacterias, - significa ningún crecimiento de bacterias.

5

Ejemplo 1

a) Preparación de bromuro de 1,3-di-n-dodecil-2-metil-imidazolio

0,5 moles de 1-n-dodecil-2-metilimidazol son disueltos en 250 ml de isopropanol y son mezclados con 0,6 moles de bromuro de n-dodecilo. La mezcla de reacción es calentada a reflujo durante 10 horas. Tras separar el disolvente, el residuo remanente es lavado con éter, filtrado con succión y secado.

Rendimiento: 217 g.

Análisis elemental para  $C_{28}H_{55}N_2Br$  :

	<u>Calculado</u>	<u>Encontrado</u>
15	C 67,2 %	C 67,1 %
	H 11,1 %	H 11,3 %
	N 5,6 %	N 5,6 %
	Br 16,0 %	Br 16,0 %

b1) Producción del preparado microbicida

20 10 partes en peso de bromuro de 1,3-di-n-dodecil-2-metil-imidazolio, 10 partes en peso de un producto de reacción por adición de 12 moles de óxido de etileno con 1 mol de alcohol isotridecílico, 5 partes en peso de ácido acético y 75 partes en peso de agua son calentadas a 50°C y agitadas. Resulta una  
25 solución acuosa transparente. Esta solución de base es diluida con agua de modo tal que se obtiene una solución con 0,1% en



peso de compuesto según el invento. El calor de pH es ajustado a 4,1 con ácido acético.

c1) Experimentación en cuanto a actividad microbicida

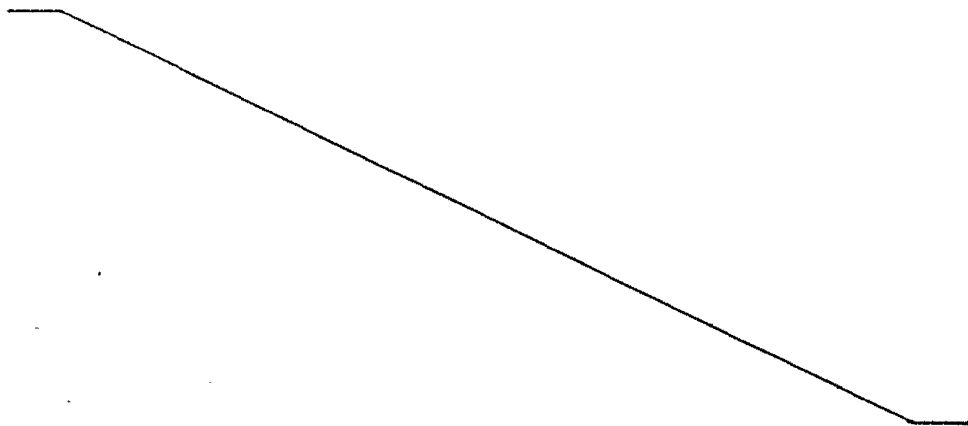
Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
S. aureus	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	-	-	-	-	-	-
	0,001	+	+	-	-	-	-
E. coli	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	-	-	-	-	-
	0,005	+	+	+	+	+	-
	0,001	+	+	+	+	+	+
P. aeruginosa	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	+	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	-	-
	0,005	+	+	+	+	+	-
	0,001	+	+	+	+	+	+



Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
G. candidum	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	-	-	-	-	-	-
	0,001	+	+	-	-	-	-

b2) Producción del preparado microbicida

5 6 partes en peso de bromuro de 1,3-di-n-dodecil-2-metil-imidazolio, 4 partes en peso de una solución, consistente en 80% en peso de bromuro de dodecil-dimetil-bencil-amonio y 20% en peso de etanol, 5 partes en peso de ácido acético y 84 partes en peso de agua son agitadas hasta que resulta una solución transparente. Esta solución de base es diluída con agua de modo tal que se obtiene una solución con 0,1% en peso de compuesto según el invento. El valor de pH es ajustado a 7,8 con ácido cí-  
10 trico.





c2) Ensayo en cuanto a actividad microbici

Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
S. aureus	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	-	-	-	-	-	-
	0,001	+	+	-	-	-	-
E. coli	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	-	-	-	-
	0,005	+	+	+	+	+	-
	0,001	+	+	+	+	+	+
C. albicans	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	+	-	-	-	-	-
	0,001	+	+	-	-	-	-
P. expansum	0,1	+	+	-	-	-	-
	0,05	+	+	-	-	-	-
	0,01	+	+	-	-	-	-
	0,005	+	+	-	-	-	-
	0,001	+	+	+	+	+	+



Ejemplo 2

a) Preparación de bromuro de 1-n-dodecil-2-metil-3-n-octil-  
imidazolio

1 mol de 1-n-dodecil-2-metilimidazol es disuelto en  
500 ml de n-propanol y mezclado con 1,1 moles de bromuro de  
5 n-octilo. La mezcla de reacción es calentada a 100°C durante 5  
horas. Tras separar el disolvente, el residuo remanente es la-  
vado con éter, filtrado con succión y secado.

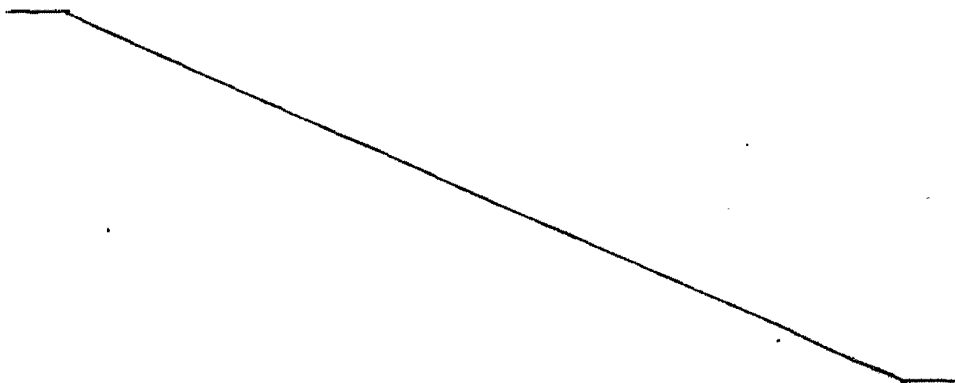
Rendimiento: 204 g.

Análisis elemental para  $C_{24}H_{27}N_2Br$ :

10	<u>Calculado</u>	<u>Encontrado</u>
	C 65,0 %	C 64,0 %
	H 10,7 %	H 10,4 %
	N 6,3 %	N 6,4 %
	Br 18,0 %	Br 18,5 %

15 b) Producción del preparado microbicida

Se prepara una solución acuosa al 0,1% en peso y se  
ajusta con ácido acético a un valor de pH de 4,5.





c) Experimentación en cuanto a actividad microbiciada

Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
S. aureus	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	+	-	-	-	-	-
	0,001	+	-	-	-	-	-
E. coli	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	-	-	-	-	-	-
	0,001	+	+	+	+	-	-
P. vulgaris	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	+	+	-	-	-	-
	0,001	+	+	+	+	-	-
P. aeruginosa	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	-	-	-	-	-	-
	0,001	+	+	+	+	+	+



Ejemplo 3

a) Preparación de bromuro de 1-n-hexadecil-2-metil-3-n-octil-imidazolio

0,5 moles de 2-metil-1-n-hexadecilimidazol son disueltos en 250 ml de isopropanol y mezclados con 0,6 moles de bromuro de n-octilo. Luego se pone en ebullición a reflujo durante 10 horas. Después de ello se separa por destilación isopropanol juntamente con el bromuro de n-octilo que no ha reaccionado, y el residuo remanente es lavado con éter.

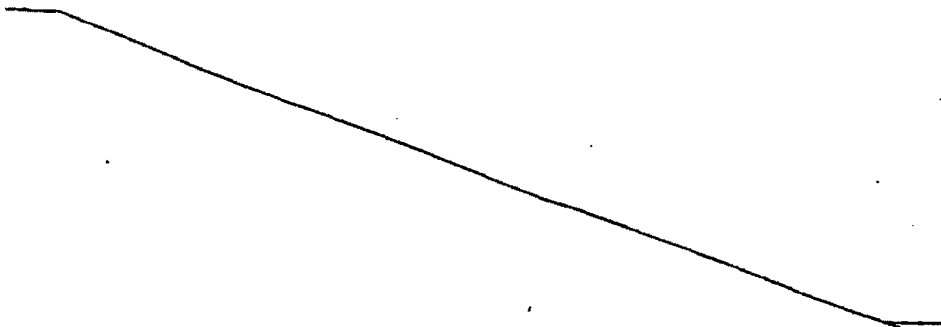
Rendimiento: 221 g.

Análisis elemental para  $C_{28}H_{55}N_2Br$  :

	<u>Calculado</u>	<u>Encontrado</u>
	C 67,3 %	C 67,2 %
	H 11,1 %	H 11,0 %
15	N 5,6 %	N 5,7 %
	Br 16,0 %	Br 16,1 %

b) Producción del preparado microbicida

Se prepara una solución acuosa al 0,1% en peso y se ajusta con ácido acético a un valor de pH de 4,9.





c) Experimentación en cuanto a actividad microbicida

Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
S. aureus	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	-	-	-	-	-	-
	0,001	+	+	+	-	-	-
E. coli	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	-	-	-	-	-
	0,005	+	+	+	+	-	-
	0,001	+	+	+	+	+	+
P. aeruginosa	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	-	-	-
	0,005	+	+	+	+	+	+
	0,001	+	+	+	+	+	+
P. expansum	0,1	+	+	-	-	-	-
	0,05	+	+	-	-	-	-
	0,01	+	+	-	-	-	-
	0,005	+	+	+	-	-	-
	0,001	+	+	+	+	-	-



Ejemplo 4

a) Preparación de bromuro de 1,3-di-n-octil-2-metil-imidazolio

1 mol de 1-n-octil-2-metilimidazol es disuelto junto con 1,1 moles de bromuro de n-octilo en 500 ml de n-propanol y calentado a 105°C durante 5 horas. Después de ello se separa por destilación n-propanol juntamente con el bromuro de n-octilo que no ha reaccionado, y se lava con éter el residuo remanente.

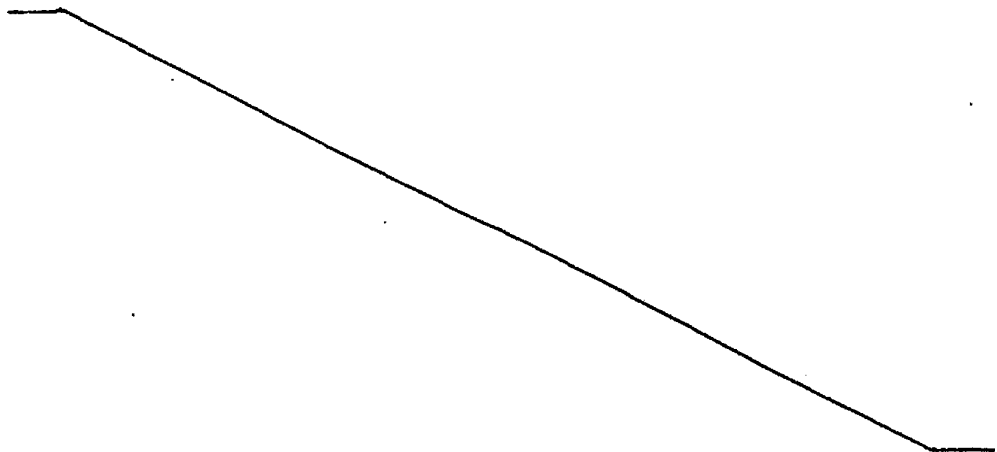
Rendimiento : 197 g.

Análisis elemental para  $C_{20}H_{39}N_2Br$ :

	<u>Calculado</u>	<u>Encontrado</u>
10	C 60,8 %	C 60,7 %
	H 9,9 %	H 10,2 %
	N 7,2 %	N 6,7 %
	Br 20,2%	Br 19,6 %

15 b) Producción del preparado microbiciida

Se prepara una solución acuosa al 0,1% en peso y se ajusta con ácido acético a un valor de pH de 6,7.





c) Experimentación en cuanto a actividad microbica

Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
S. aureus	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	-	-
E. coli	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+
P. vulgaris	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	+	+

Ejemplo 5

a) Preparación de bromuro de 1,3-di-n-octil-2-etilimidazolio

0,6 moles de 1-n-octil-2-etilimidazol, disueltos en  
5 250 ml de isopropanol, y 0,66 moles de bromuro de n-octilo son  
puestos en ebullición a reflujo durante 5 horas. Después de ello  
se elimina el alcohol y el residuo remanente se lava con éter.

Rendimiento: 202 g.

Análisis elemental para  $C_{21}H_{41}N_2Br$ :



	<u>Calculado</u>	<u>Encontrado</u>
	C 62,9 %	C 62,8%
	H 10,3 %	H 10,7%
	N 6,9 %	N 6,9%
5	Br 19,9 %	Br 20,6%

b) Producción del preparado microbicida

Se prepara una solución acuosa al 0,1% en peso y se ajusta con ácido acético a un valor de pH de 7,4.

c) Experimentación en cuanto a actividad microbicida:

Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
S. aureus	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	-	-
	0,005	+	+	+	+	+	-
	0,001	+	+	+	+	+	+
G. candidum	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	-	-	-
	0,005	+	+	+	+	-	-
	0,001	+	+	+	+	+	+



Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
P. expansum	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	-	-
	0,005	+	+	+	+	+	+
	0,001	+	+	+	+	+	+
T. mentagrophytes	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	-	-	-	-	-	-
	0,001	+	+	-	-	-	-

Ejemplo 6

a) Preparación de bromuro de 1,3-di-n-dodecil-2-etilimidazolio

0,38 moles de 1-n-dodecil-2-etilimidazol y 0,42 moles de bromuro de n-dodecilo son disueltos en 250 ml de etanol y puestos en ebullición a reflujo durante 5 horas. Después de ello se elimina el disolvente y el residuo se separa por lavado con éter.

Rendimiento: 190 g.

Análisis elemental para  $C_{29}H_{57}N_2Br$  :



<u>Calculado</u>	<u>Encontrado</u>
C 67,8 %	C 66,8 %
H 11,4 %	H 11,2 %
N 5,4 %	N 4,9 %
Br 15,5 %	Br 15,5 %

b) Producción del preparado microbicida

Se prepara una solución acuosa al 0,1% en peso y se ajusta con ácido acético a un valor de pH de 7,7.

c) Experimentación en cuanto a actividad microbicida

Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
S. aureus	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	+	+	-	-	-	-
	0,001	+	+	+	+	-	-
E. coli	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	+	-	-
	0,005	+	+	+	+	+	+
	0,001	+	+	+	+	+	+



Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
G. candidum	0,1	+	-	-	-	-	-
	0,05	+	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	-	-	-	-
	0,005	+	+	-	-	-	-
	0,001	+	+	-	-	-	-
T. mentagrophytes	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	+	+	-	-	-	-
	0,001	+	+	+	-	-	-

Ejemplo 7

a) Preparación de cloruro de 1-n-dodecil-2-etil-3-n-octil-imidazol

1 mol de 1-n-dodecil-2-etilimidazol es disuelto en  
 5 500 ml de n-butanol y mezclado con 1,2 moles de cloruro de n-  
 octilo. Esta mezcla de reacción es calentada a 127°C durante  
 15 horas. Después de ello se separan por destilación alcohol y  
 cloruro de n-octilo en exceso y se lava con éter el residuo re-  
 manente.

10 Rendimiento: 204 g.

Análisis elemental para  $C_{25}H_{49}N_2Cl$ :



	<u>Calculado</u>	<u>Encontrado</u>
5	C 72,7 %	C 72,2 %
	H 11,9 %	H 11,9 %
	N 6,7 %	N 7,0 %
	Cl 8,6 %	Cl 8,9 %

b) Producción del preparado microbicida

Se prepara una solución acuosa al 0,1% en peso y se ajusta con ácido acético a un valor de pH de 7,3.

c) Experimentación en cuanto a actividad microbicida

Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
S. aureus	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	-	-	-	-	-	-
	0,001	-	-	-	-	-	-
P. aeruginosa	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	+	+	-	-	-	-
	0,001	+	+	+	+	+	+



Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
C. albicans	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	-	-	-	-	-	-
	0,001	+	-	-	-	-	-
T. mentagrophytes	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	-	-	-	-	-	-
	0,001	+	+	-	-	-	-

Ejemplo B

a) Preparación de bromuro de 1-n-hexadecil-2-etil-3-n-octilimidazolio

0,5 moles de 1-n-hexadecil-2-etilimidazol y 0,6 moles de bromuro de n-octilo son disueltos en 250 ml de isopropanol y puestos en ebullición a reflujo durante 5 horas. Después de ello se elimina el disolvente y el residuo se lava con éter.

Rendimiento: 233 g.

Análisis elemental para  $C_{29}H_{57}N_2Br$  :



	<u>Calculado</u>	<u>Encontrado</u>
5	C 67,9%	C 69,0 %
	H 11,2 %	H 12,0 %
	N 5,4 %	N 5,4 %
	Br 15,5 %	Br 14,8 %

b) Producción del preparado microbicida

Se prepara una solución acuosa al 0,1% en peso y se ajusta con ácido acético a un valor de pH de 7,2.

c) Experimentación en cuanto a actividad microbicida

Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
S. aureus	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	-	-	-	-	-
	0,005	+	+	-	-	-	-
	0,001	+	+	+	+	+	-
E. coli	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	-	-	-
	0,005	+	+	+	+	+	+
	0,001	+	+	+	+	+	+



Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
G. candidum	0,1	+	+	-	-	-	-
	0,05	+	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	-	-	-	-
	0,005	+	+	+	-	-	-
	0,001	+	+	+	-	-	-

Ejemplo 9

a) Preparación de bromuro de 1-n-hexadecil-2-n-propil-3-n-octilimidazolio

1 mol de 1-n-hexadecil-2-n-propilimidazol y 1,2 moles de bromuro de n-octilo son calentados conjuntamente a 150°C durante 10 horas. Después de ello se separa por destilación bromuro de n-octilo que no ha reaccionado, y el residuo se lava con éter.

Rendimiento: 245 g.

Análisis elemental para  $C_{30}H_{59}N_2Br$ :

	<u>Calculado</u>	<u>Encontrado</u>
C	68,2 %	68,6 %
H	11,3 %	10,4 %
N	5,3 %	5,1 %
Br	15,2 %	15,4 %

b) Producción del preparado microbicida

Se prepara una solución acuosa al 0,1% en peso y se ajusta con ácido acético a un valor de pH de 6,3.



c) Experimentación en cuanto a actividad microbicida.

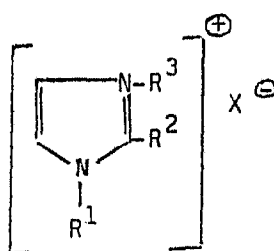
Cepa de ensayo	Concentración en %	Tiempo de acción en minutos					
		1	2	5	10	20	30
S. aureus	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	-	-	-	-	-	-
	0,005	+	-	-	-	-	-
	0,001	+	+	+	+	+	-
E. coli	0,1	-	-	-	-	-	-
	0,05	-	-	-	-	-	-
	0,01	+	-	-	-	-	-
	0,005	+	+	+	+	+	+
	0,001	+	+	+	+	+	+
P. aeruginosa	0,1	+	-	-	-	-	-
	0,05	+	-	-	-	-	-
	0,01	+	+	-	-	-	-
	0,005	+	+	+	+	+	+
	0,001	+	+	+	+	+	+
G. candidum	0,1	+	+	-	-	-	-
	0,05	+	+	-	-	-	-
	0,01	+	+	+	-	-	-
	0,005	+	+	+	-	-	-
	0,001	+	+	+	-	-	-



- N O T A -

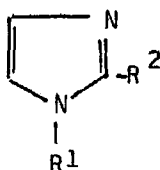
Se reivindica como nuevo y de propia invención.

1. Procedimiento para la preparación de compuestos de imidazolinio cuaternarios de la fórmula general



I

5 en donde R<sup>1</sup> significa un radical alcoholo de cadena recta con 8 a 18 átomos de carbono; R<sup>2</sup> significa un radical alcoholo de cadena recta con 1 a 3 átomos de carbono; R<sup>3</sup> significa un radical alcoholo de cadena recta con 8 a 16 átomos de carbono; y X es un radical cloro o bromo, caracterizado porque se hacen reac-  
10 cionar compuestos de la fórmula



II

en un disolvente polar, preferiblemente un alcohol inferior, con cantidades por lo menos equimolares de R<sup>3</sup>X a temperaturas de 80 a 150°C, y a continuación se eliminan el disolvente y eventualmente R<sup>3</sup>X en exceso.



2. PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPUESTOS DE IMIDAZOLINIO CUATERNARIOS.

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de veintiseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid 10 MAR 1976

CARLOS FERRER  
P.P.