



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

484.000

(19) ES	(21) NUMERO 484.000	(10) A1
(22) FECHA DE PRESENTACION 7-9-1979		

(20) PRIORIDADES: (21) NUMERO 940.532	(22) FECHA 8-9-1978	(23) PAIS EE.UU.
---	------------------------	---------------------

(27) FECHA DE PUBLICIDAD	(31) CLASIFICACION INTERNACIONAL C07C 85/06, 87/30	(32) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
--------------------------	---	--

(34) TITULO DE LA INVENCION "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION QUE CONTIENE UN COMPUESTO DE AMONIO CUATERNARIO"
---

(37) SOLICITANTE (ES) AKZO N.V. (AAM 4217 ES si/pg)
--

DOMICILIO DEL SOLICITANTE IJssellaan 82, Arnhem, Holanda
---

(38) INVENTOR (ES) Richard August RECK
---

(39) TITULAR (ES)
-------------------

(40) REPRESENTANTE DON OSCAR DE ELZABURU FERNANDEZ (P.-72.831)
---

jga

POOR  
QUALITY

Esta invención se refiere a un procedimiento para preparar ciertos compuestos de amonio cuaternario. Más particularmente, esta invención se refiere a un procedimiento para preparar composiciones que contienen metil-

5 sulfato de amonio cuaternario; composiciones que contienen etilsulfato de amonio cuaternario, y composiciones que contienen dimetilfosfato de amonio cuaternario.

Es muy conocido en la técnica que los compuestos de metilsulfato de amonio cuaternario, etilsulfato de amonio cuaternario, y de dimetilfosfato de amonio cuaternario pueden prepararse haciendo reaccionar una amina terciaria con el agente alcoholante correspondiente, sulfato de dimetilo, sulfato de dietilo, o fosfato de trimetilo. Sin embargo, en los procedimientos de la técnica anterior para

10 efectuar tales reacciones, se ha empleado un medio de reacción tal como una mezcla de alcohol isopropílico y agua.

Se ha descubierto recientemente que los compuestos de amonio cuaternario tales como los antes citados pueden emplearse en conjunción con "agentes de transferencia", cuando tales compuestos de amonio cuaternario se emplean para acondicionar prendas, como por ejemplo en un secador de lavadoras automáticas. Así pues, ha sido necesario preparar primero el compuesto de amonio cuaternario en un medio de reacción tal como una mezcla de isopropanol y agua y después separar el isopropanol, lo que sería especialmente perjudicial si el compuesto de amonio cuaternario se emplea en una aplicación de secador de lavadora automática. Después de separar el isopropanol, el compuesto de amonio cuaternario puede mezclarse con el agente de

15

20

25

30

transferencia. El objeto del agente de transferencia es

5 -facilitar la transferencia del compuesto de amonio cuaternario desde cierta fuente de desprendimiento a los materiales textiles que han de acondicionarse en el secador de lavado automático. Asimismo, en algunos casos los agentes de transferencia pueden tener a su vez algunas propiedades antiestáticas o de suavización con respecto al material textil que ha de acondicionarse.

10 Son agentes de transferencia típicos, por ejemplo, el monoestearato de glicerina, los ésteres de sorbitán, ácidos grasos etoxilados, y tensioactivos no iónicos, en general. El inconveniente del procedimiento de la técnica anterior para combinar el compuesto de amonio cuaternario con el agente de transferencia es, naturalmente, que está implicado un procedimiento en múltiples etapas. En primer lugar, el compuesto de amonio cuaternario tiene que prepararse en un medio de reacción, tal como isopropanol y agua. En segundo lugar, la combinación cuaternario-disolvente tiene que combinarse con el agente de transferencia, y después, una vez aplicado al sustrato, el isopropanol y el agua tienen que separarse.

#### RESUMEN DE LA INVENCION

25 Se ha descubierto ahora en la invención un procedimiento para preparar composiciones que contienen metilsulfato de amonio cuaternario, composiciones que contienen etilsulfato de amonio cuaternario, y composiciones que contienen dimetilfosfato de amonio cuaternario, a partir de una amina seleccionada del grupo que consta de aminas terciarias que contienen 1 ó 2 grupos alifáticos de cadena larga, y sus mezclas. El procedimiento comprende hacer reaccionar dicha amina terciaria con el correspondiente agente

de alcoholación, sulfato de dimetilo, sulfato de dietilo, o fosfato de trimetilo, en un medio de reacción seleccionado del grupo que consta de compuestos que tienen un punto de fusión de alrededor de 0°C a alrededor de 100°C y contienen, o bien (i) una unión éster derivada de un ácido graso, (ii) un grupo hidroxilo primario, ó (iii) ambos, y las mezclas de dichos compuestos. La reacción se efectúa a una temperatura superior al punto de fusión del medio de reacción e inferior a la temperatura de degradación del compuesto de amonio cuaternario deseado. Típicamente, la reacción se efectúa a una temperatura de entre alrededor de 50°C y alrededor de 150°C, durante un período de tiempo suficiente para convertir al menos una parte de la amina terciaria en el compuesto de amonio cuaternario deseado.

#### 15 DESCRIPCION DETALLADA DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

Como se ha indicado anteriormente, en la invención se ha descubierto un procedimiento para preparar un compuesto de amonio cuaternario haciendo reaccionar la correspondiente amina terciaria con un agente de alcoholación directamente, en lo que puede llamarse un agente de transferencia de fase. Este descubrimiento es muy sorprendente, dado el hecho de que los agentes de transferencia de fase contienen una unión éster derivada de un ácido graso, un grupo hidroxilo primario, o ambas cosas. Así pues, un experto en la técnica supondría necesariamente que los agentes de alcoholación reactivos, sulfato de dimetilo, sulfato de dietilo, o fosfato de trimetilo, reaccionarían con las uniones éster o los grupos hidroxilo primarios formando subproductos indeseables, que darían como resultado la formación de poco, si algo, de los compuestos de amonio

-cuaternarios deseados.

En particular, un experto en la técnica llegaría a la conclusión de que no sería posible preparar directamente tal compuesto de amonio cuaternario en un agente de transferencia, basado en las muchas referencias de la técnica anterior, que muestran, por ejemplo, la reacción de sulfato de dimetilo con uniones éster y grupos hidroxilo primarios. Por ejemplo, sería de esperar que el agente de alcoholilación reaccionase con los grupos hidroxilo libres por esterificación directa, produciendo éteres de metilalcohol. Tal alcoholilación tiene lugar con la celulosa, como se indica en Chem. Abstracts, volumen 43, 396 d, y con glucosa, tal como se indica en Organic Synthesis Collection, volumen 3, pág. 800. Así pues, sería de esperar que los agentes de alcoholilación tales como el sulfato de dimetilo reaccionasen con cualquier agente de transferencia de fase, como se ha definido anteriormente, que contiene grupos hidroxilo primarios, por esterificación directa, produciendo éteres de metilalcohol.

En segundo lugar, un experto en la técnica supondría que los agentes de alcoholilación reaccionarían con el grupo hidroxilo primario por transesterificación, produciendo una variedad de productos. Tal interacción entre el sulfato de dimetilo y un grupo hidroxilo primario se discute en Chem. Abstracts, volumen 41, 1205 f, donde se muestran reacciones entre alcoholes alifáticos y sulfato de dimetilo que producen éteres de metilalcohol, éteres de dialcohol, y éteres de dimetilo. Los éteres de metilalcohol resultaban de la esterificación directa del alcohol alifático por el sulfato de dimetilo, como se ha discutido anteriormente.

Los éteres de dialcoholo resultaban evidentemente de una transesterificación, produciendo metanol y una mezcla de sulfatos de metilalcoholo y sulfatos de dialcoholo. Posteriormente, la interacción del metanol y los sulfatos mixtos producía los productos de éter mixtos.

En tercer lugar, es sabido que los agentes de alcoholación tal como el sulfato de dimetilo reaccionan con ésteres dando sulfatos de alcoholo por intercambio de alcoholo. Tal reacción se discute en E.E. Gilbert, Sulfonation and Related Reactions, Interscience Publishers, pag. 24 (1965) Pueden encontrarse más ejemplos de tal intercambio de alcoholos en Chem Abstracts, volumen 57, 16027 (1962) y Chem, Abstracts, volumen 65, 16848 (1966).

En vista de lo antes dicho sobre la técnica anterior, que claramente indica que un agente de alcoholación fuerte como el sulfato de dimetilo, sulfato de dietilo, o fosfato de trimetilo, reacciona con compuestos que tienen una unión éster o un grupo hidroxilo primario, un experto en la técnica llegaría a la conclusión de que la reacción de una amina terciaria con tal agente de alcoholación nunca podría efectuarse en los agentes de transferencia de fase, discutidos anteriormente y en lo que sigue. El descubrimiento de la invención de que tal alcoholación puede, de hecho, efectuarse, sin que haya esencialmente ninguna reacción entre el agente de alcoholación y el medio de reacción es muy sorprendente.

#### MEDIO DE REACCION

Como se ha indicado antes, es adecuada una amplia variedad de compuestos para actuar como medio de reacción para la práctica del procedimiento de esta invención. Tales

compuestos son también funcionales para actuar como agentes de transferencia de fase, y posiblemente además como agentes acondicionadores para materiales textiles. En general, los únicos criterios que un compuesto tiene que cumplir para ser adecuado en el procedimiento de esta invención son que el compuesto tenga un punto de fusión de alrededor de 0°C a alrededor de 100°C y contenga una unión de éster derivada de un ácido graso, un grupo hidroxilo primario, o ambas cosas. Naturalmente, pueden emplearse mezclas de tales compuestos en la práctica de la presente invención. Asimismo, el compuesto puede contener a su vez una unión éster como se ha discutido, así como un grupo hidroxilo sobre un átomo de carbono primario. En general, es preferible que el medio de reacción sea capaz de disolver el producto de amonio cuaternario deseado a una temperatura elevada, tal como aquella a la que se efectúa la reacción de cuaternarización.

El compuesto que se emplea como medio de reacción ha de tener un punto de fusión inferior a alrededor de 100°C, tal como desde alrededor de 0°C a alrededor de 100°C, preferiblemente de alrededor de 0°C a alrededor de 80°C, y lo más preferiblemente de más de 38°C, tal como de alrededor de 38°C a alrededor de 80°C.

Si el compuesto empleado como medio de reacción contiene una unión éster derivada de un ácido graso, es necesario que el ácido graso de que se deriva el éster contenga de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono, preferiblemente de alrededor de 12 a alrededor de 18 átomos de carbono. El ácido graso puede ser saturado o insaturado, y puede ser de cadena recta o ramificada. Además

el ácido puede derivarse de una fuente natural o una sintética. También en este caso, el compuesto que contiene la unión éster es preferiblemente capaz de disolver el compuesto de amonio cuaternario deseado.

5 El alcohol del que se deriva el éster no es crítico. Preferiblemente, sin embargo, el alcohol será un alcohol di- o polihidroxilado, y contendrá de alrededor de 2 a alrededor de 6 átomos de carbono. Son ejemplos de los alcoholes di- y polihidroxilados útiles el propilenglicol, 10 1,4-butanodiol, hexanodiol, y el sorbitán. El sorbitán es una mezcla compleja de anhídridos cíclicos de sorbitán, como se describe en la Patente de los EE.UU. nº 2.322.821, que se incorpora aquí como anterioridad. Preferiblemente, los ésteres de sorbitán resultantes corresponden a la descripción de ésteres de sorbitán que se encuentran en la 15 Columna 13, línea 5, a columna 14, línea 37, de la patente de los EE.UU. nº 4.076.633. Asimismo, como se ha indicado antes, los ésteres pueden contener grupos hidroxilo, tales como grupos hidroxilo primarios. Si se emplean alcoholes 20 di- o polihidroxilados, los ésteres que se preparan a partir de los mismos contendrán un grupo hidroxilo libre.

Cualquier grupo hidroxilo libre sobre cualquiera de los ésteres útiles en la práctica del presente procedimiento, así como el grupo hidroxilo primario libre sobre 25 cualquiera de los alcoholes, puede hacerse reaccionar con desde alrededor de 1 a alrededor de 10 moles, preferiblemente alrededor de 5 a alrededor de 6 moles, de óxido de etileno, óxido de propileno, o una combinación de los mismos. Los productos resultantes contendrán aún grupos hidroxilo 30 terminales sobre las cadenas de polioxetileno/polioxipropi-

lano.

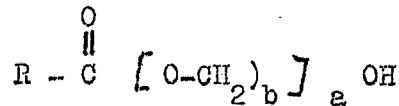
5 Si el compuesto empleado como medio de reacción contiene un grupo hidroxilo primario, el compuesto es capaz preferiblemente, también en este caso, de disolver el producto de amonio cuaternario. Un grupo hidroxilo primario es un grupo hidroxilo unido a un átomo de carbono primario, que es sencillamente un átomo de carbono que está unido a sólo otro átomo de carbono. Un grupo hidroxilo es sencillamente una función -OH, que no forma parte de un grupo ácido. El compuesto puede ser un alcohol alifático relativamente simple que contiene de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono. Sin embargo, el compuesto que contiene el grupo hidroxilo primario puede ser mucho más complejo, tal como condensados de óxido de etileno y/u 10 óxido de propileno, tales como las composiciones comercializadas por BASF Wyandotte con la marca de fábrica de Pluronic. Asimismo, otros ejemplos de compuestos más complejos que contienen grupos hidroxilo primarios incluyen las amidas polietoxiladas, los alcoholes polietoxilados, y 15 los fenoles alcoholados polietoxilados. Lo antedicho se discutirá con más detalle a continuación.

20 Sin limitar la amplia gama de compuestos que pueden usarse como medios de reacción para la práctica del presente procedimiento, las clases siguientes de compuestos son adecuadas para uso en el procedimiento de la presente invención, siempre que tales compuestos satisfagan los criterios con respecto, por ejemplo, a punto de fusión, como se ha indicado antes: ésteres de sorbitán, ésteres de sorbitán etoxilados, polioxipropilenglicol, ésteres de 25 polioxietilenglicol (ácidos grasos etoxilados), monoglicé-

ridos, monoglicéridos etoxilados, condensados de óxido de etileno, condensados de óxido de propileno, condensados de bloque y al azar de óxido de etileno/óxido de propileno, amidas polietoxiladas, alcoholes polietoxilados, y fenoles alcoholados polietoxilados.

Los ésteres de polioxietilenglicol (ácidos grasos etoxilados) y los ésteres de polioxipropilenglicol, que son útiles en la práctica de la presente invención, incluyen compuestos de la fórmula siguiente:

10



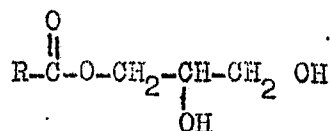
donde a tiene un valor de desde alrededor de 2 a alrededor de 10, preferiblemente de alrededor de 5 a alrededor de 6, y b es un número entero de 2 a 3. En ésta y las fórmulas siguientes, R representa un grupo alifático que contiene de alrededor de 8 a alrededor de 22, preferiblemente de alrededor de 12 a alrededor de 18, átomos de carbono. El grupo alifático puede ser saturado o insaturado y puede contener ramificaciones.

15

20

Los monoglicéridos que son útiles en la práctica de la presente invención incluyen los compuestos de la fórmula siguiente:

25

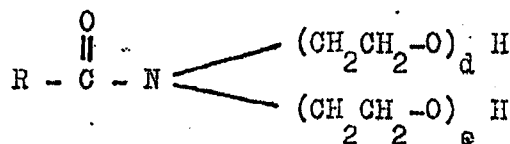


30

Los monoglicéridos anteriores pueden etoxilarse para formar monoglicéridos etoxilados que son útiles en la práctica del presente procedimiento. Preferiblemente, los monoglicéridos etoxilados incluyen compuestos que contienen de alrededor de 2 a alrededor de 10 grupos de óxido de etil-

lano, y lo más preferiblemente de alrededor de 5 a alrededor de 6 grupos de óxido de etileno.

Las amidas polietoxiladas que son útiles en la práctica del presente procedimiento incluyen compuestos de la fórmula siguiente:



donde d y e son independientemente números enteros que totalizan de alrededor de 2 a alrededor de 10, y preferiblemente de alrededor de 5 a alrededor de 6.

Los alcoholes que son útiles en la práctica de la presente invención incluyen los compuestos de la fórmula siguiente:



Como se ha indicado, el grupo hidroxilo puede hacerse reaccionar con de alrededor de 1 a alrededor de 10 moles, preferiblemente de alrededor de 5 a alrededor de 6 moles, de óxido de etileno, óxido de propileno, o una combinación de los mismos.

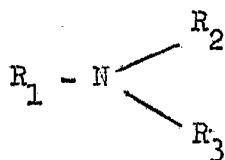
Es evidente por lo antedicho que es imposible describir específicamente todos los compuestos útiles que pueden emplearse como medio de reacción de la presente invención. Sin embargo, por referencia a los parámetros descritos anteriormente, un experto en la técnica puede seleccionar un compuesto apropiado para tal uso.

#### AMINA TERCIARIA

Como se ha discutido antes, la amina terciaria útil en la práctica del presente procedimiento puede seleccionarse del grupo que consta de aminas terciarias que con-

tienen 1 ó 2 grupos alifáticos de cadena larga. La expresión "grupo alifático de cadena larga" significa un grupo alifático de cadena larga (alcohilo o alquenilo) saturado o insaturado, de cadena recta o de cadena ramificada, que tiene de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono. Preferiblemente, el grupo alifático de cadena larga contiene de alrededor de 12 a alrededor de 18 átomos de carbono. La naturaleza de la amina no es crítica para la presente invención, siempre que contenga uno o dos grupos alifáticos de cadena larga. Los restantes constituyentes sobre el átomo de nitrógeno pueden ser, por ejemplo, grupos alifáticos que contienen de 1 a alrededor de 4 átomos de carbono. El grupo alifático puede ser sustituido o no sustituido. Asimismo, los constituyentes restantes pueden ser un condensado de óxido de etileno y/u óxido de propileno que contiene de alrededor de 1 a alrededor de 5 moles de óxido de etileno y óxido de propileno, en total.

Naturalmente, pueden emplearse mezclas de tales aminas terciarias en la práctica de la presente invención. Aunque puede emplearse cualquiera de tales aminas terciarias que corresponden a los criterios anteriores, en general tales aminas terciarias corresponderán a la fórmula



donde  $R_1$  está seleccionado del grupo que consta de grupos alifáticos saturados o insaturados, de cadena recta o ramificada, que contienen de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono, y preferiblemente de alrededor de 12 a alrededor de 18 átomos de carbono,  $R_2$  está seleccionado del

grupo que consta de grupos alifáticos saturados o insaturados, de cadena recta o ramificada, que contienen de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono, preferiblemente de alrededor de 12 a alrededor de 18 átomos de carbono, grupos alcohol de cadena corta que contienen de alrededor de 1 a alrededor de 4 átomos de carbono, hidroxietilo, hidroxipropilo,  $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_g \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$  y  $(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_g \text{C}_3\text{H}_6\text{OH}$ , donde g es un número entero de 0 a 5, y R está seleccionado del grupo que consta de grupos alcohol de cadena corta que contienen de alrededor de 1 a alrededor de 4 átomos de carbono, hidroxietilo, hidroxipropilo,  $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_h \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$  y  $(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_h \text{C}_3\text{H}_6\text{OH}$ , donde h es un número entero de 0 a 5.

De lo anterior resulta bastante evidente que es imposible indicar de modo explícito todos los compuestos de amina terciaria posibles que pueden emplearse en la práctica de la presente invención. Sin embargo, haciendo referencia a los parámetros anteriores, un experto en la técnica puede seleccionar fácilmente un compuesto de amina terciaria apropiado para uso en la realización del presente procedimiento.

Se advertirá que en muchos casos la amina terciaria puede contener algunas impurezas, tales como aminas primarias y secundarias, así como tri(radical alifático de cadena larga) amina. Preferiblemente, la amina contiene menos de uno por ciento (1%) de amina primaria y secundaria, y menos de alrededor de 10% de tri(radical alifático de cadena larga) amina, y lo más preferiblemente, menos de alrededor de 5% de tri(radical alifático de cadena larga) amina.

#### CONDICIONES DE REACCION

Al efectuar el presente procedimiento, no son

necesarias ningunas condiciones especiales de reacción, y pueden emplearse condiciones típicas para efectuar las reacciones de cuaternarización. Así pues, la temperatura empleada no es crítica, sino que puede variar en un amplio intervalo. La temperatura ha de ser superior al punto de fusión del medio de reacción e inferior a la temperatura de degradación de los productos de amonio cuaternario deseados. Sin embargo, generalmente es preferible emplear una temperatura en el intervalo de desde alrededor de 50° a alrededor de 150°C, y preferiblemente de alrededor de 70° a alrededor de 100°C. Naturalmente, pueden emplearse temperaturas fuera del intervalo anterior, dependiendo de los reaccionantes particulares implicados, así como del medio particular de reacción. La reacción de cuaternarización puede efectuarse durante cualquier período de tiempo, siempre que sea suficiente para convertir al menos una porción de la amina terciaria en el compuesto de amonio cuaternario deseado. En algunos casos, puede ser deseable tener una composición resultante que contenga una mezcla de la amina cuaternarizada y la amina terciaria. Así pues, el grado de cuaternarización puede variar entre alrededor de 1 y alrededor de 100%, pero lo más típico es que se desea una cuaternarización en el intervalo de alrededor de 90 a alrededor de 100%, basada en el compuesto de amina terciaria originalmente presente. Sin embargo, no ha de quedar nada de sulfato de dimetilo libre al final de la reacción.

La amina terciaria puede añadirse directamente al medio de reacción. Por muchas razones, tal adición directa es deseable. Sin embargo, es posible, naturalmente, añadir una amina secundaria al medio de reacción, y convertir la

amina secundaria in situ en la amina terciaria antes de su cuaternarización.

Un procedimiento típico de preparar un compuesto de amonio cuaternario tal como metilsulfato de dimetil-di (sebo hidrogenado) amonio en un medio de reacción de éster, sería introducir en el reactor una cantidad de amina terciaria, por ejemplo 19 litros. La amina terciaria contiene preferiblemente menos de 1,0% de amina primaria y secundaria. Una vez cargado el reactor con la amina terciaria, se introduce una cantidad de éster de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\text{kilogramos de éster} = \frac{\left( \text{kilogramos de amina terciaria} \right) \left( 126,1 + \text{EN de la amina terciaria} \right) \left( \frac{3}{7} \right)}{\text{EN de la amina terciaria}}$$

La ecuación anterior permitirá la producción del compuesto deseado de amonio cuaternario de sulfato de metilo en forma de una composición 70% activa (peso:peso). Una vez introducidos en el reactor la amina terciaria y el éster, el contenido ha de calentarse a una temperatura adecuada, tal como 80°C, y comenzarse la agitación. Seguidamente, se ha de añadir una cantidad de sulfato de dimetilo que contiene no más de 0,2% de ácido (como H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\text{Kilogramos de sulfato de dimetilo} = \frac{\text{kilogramos de amina terciaria} \times 122,78}{\text{EN de la amina terciaria}}$$

La ecuación anterior permitirá la producción de 1,5% en peso de amina libre una vez completada la reacción. Tendrá lugar una reacción exotérmica durante la adición del sulfato de dimetilo. La reacción ha de efectuarse en un intervalo de temperatura de alrededor de 80° a alrededor

de 100°C. Una vez completada la reacción, el contenido puede enfriarse y recuperarse.

Otro procedimiento de producción de un compuesto de amonio cuaternario tal como metilsulfato de bis(2-hidroxietil)metilooctadecilamonio en un alcohol graso etoxilado (éster de polioxietilenglicol) sería como sigue: Debe introducirse en el reactor la amina terciaria, que contiene menos de 2,0% de amina primaria y secundaria. Pueden introducirse, por ejemplo, 11,4 a 15,2 litros de amina terciaria. Seguidamente, puede introducirse en el reactor una cantidad de alcohol graso etoxilado, tal como octadecanoato de polioxietilen(5)glicol, de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\text{kilogramos de alcohol graso etoxilado} = \frac{\text{kilogramos de amina terciaria}}{\text{EN de la amina terciaria}} \left( 126,1 + \text{EN de la amina terciaria} \right)$$

Seguidamente, el contenido del reactor puede calentarse a una temperatura tal como 100°C, y comenzar la agitación. Después puede introducirse en el reactor sulfato de dimetilo que contiene no más de 0,2% de ácido (como  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). La cantidad de sulfato de dimetilo a introducir puede determinarse según la ecuación siguiente:

$$\text{kilogramos de sulfato de dimetilo} = \frac{\text{kilogramos de amina terciaria}}{\text{EN de la amina terciaria}} \times 121,04$$

El peso de sulfato de dimetilo introducido según la ecuación anterior ha de dar alrededor de 1,5% en peso de amina libre, una vez completada la reacción. Tendrá lugar una reacción exotérmica, y la temperatura de la reacción ha de ser de alrededor de 115 a 130°C, y la velocidad de adición de sulfato de dimetilo ha de controlarse de modo

que la temperatura se mantenga dentro del intervalo anterior. Una vez completada la reacción, el contenido puede enfriarse y recuperarse.

5 Puede conseguirse una comprensión adicional del presente procedimiento por referencia a los siguientes ejemplos no limitativos:

#### EJEMPLO I

Preparación de metilsulfato de dimetil-di(sebo hidrogenado)amonio en monoestearato de sorbitán.

10 A un autoclave de 38 litros provisto de un depósito posado de sulfato de dimetilo se le añadieron 12,7 kg de metil-di(sebo hidrogenado)amina y 6,8 kg de monoestearato de sorbitán (SMAZ 60, Mazer Chemicals, Inc.). La mezcla se calentó con agitación a 75°C y se añadieron 2,9 kg.  
15 de sulfato de dimetilo, con lo que la temperatura se elevó inmediatamente a 108°C. Después se añadió hidróxido de sodio (0,3 kg, acuoso, al 30%).

La mezcla de reacción, 22,0 kg, se recuperó y se analizó, dando 66,2% de cuaternario, 1,5% de amina y 1,0%  
20 de metilsulfato de amina, y tenía un color Gardner de 4-5, 0,7% de cenizas, 1,2% de agua y un pH de 4,9.

#### EJEMPLO II

Preparación de metilsulfato de dimetil-di(sebo hidrogenado)amonio, en monoestearato de glicerina.

25 A 12,9 kg de metil-di(sebo hidrogenado)amina en un autoclave de 38 litros provisto de un depósito de sulfato de dimetilo pesado se les añadieron 1,4 kg de monoestearato de glicerina. La mezcla se calentó con agitación a  
70°C y después se añadieron 2,9 kg de sulfato de dimetilo.  
30 La temperatura de la mezcla de reacción se elevó a 120°C.

Se añadieron de nuevo 5,2 kg de monoestearato de glicerina y 0,16 kg de metil-di(sebo hidrogenado)amina, y la mezcla de reacción se dejó enfriar con agitación a la temperatura ambiente. Se analizó una muestra de la mezcla final, y  
5 contenía 69,1% de cuaternario, 1,6% de amina, y 2,7% de sulfato de amina, y tenía un color Gardner de 4-5, nada de cenizas, 0,2% de agua, y un pH de 3,9.

#### EJEMPLO III

10 Preparación de metilsulfato de dimetil-di(sebo hidrogenado)amonio en octadecanoato de polioxietilen(5)glicol.

A 12,7 kg de metildi(sebo hidrogenado)amina en un autoclave de 38 litros provisto de un depósito de sulfato de dimetilo pesado se le añadieron 1,36 kg de octadecanoato de polioxietilen(5)glicol. La mezcla se calentó a 95°C y  
15 se añadieron 2,95 kg de sulfato de dimetilo, lo que aumentó la temperatura a 130°C. Después se añadieron además 5,35 kg de octadecanoato de polioxietilen(5)glicol, a medida que la mezcla de reacción se dejaba enfriar. Una muestra de  
20 esta mezcla se analizó, dando 67,9% de cuaternario, 1,5% de amina y 1,8% de metilsulfato de amina, y tenía un color Gardner de 4-5, 0,07% de cenizas, 0,1% de agua y un pH de 6,6.

#### EJEMPLO IV

25 Preparación de metil sulfato de dimetil-di(sebo hidrogenado)amonio en monooleato de sorbitán.

A 250 g (0,477 moles g.) de metildi(sebo hidrogenado)amina en 133 g de monooleato de sorbitán (SMAZ 80, Mazer Chemicals Inc.), calentados a 48°C con agitación en un  
30 matraz de vidrio de fondo redondo de 1 litro y de 3 bocas, se les añadieron de una vez 58,6 g (0,464 moles g.) de sul

fato de dimetilo. La temperatura se elevó inmediatamente a 99°C; el calor se eliminó y la mezcla de reacción se dejó enfriar a alrededor de 65-70°C, en qué empezó la solidificación. Una muestra de la mezcla de reacción dió un análisis de 66% de cuaternario, 1,6% de amina y 3,2% de metil-sulfato de amina, y tenía un color Gardner de 3.

#### EJEMPLO V

#### Preparación de metil sulfato de metilbis(2-hidroxietyl)octadecil amonio en octadecanoato de polioxietylen(5)glicol.

10 A 150 g (0,418 mol g.) de bis(2-hidroxietyl)octadecilamina en 203 g. de octadecanoato de polioxietylen(5)-glicol, calentados a 75°C con agitación en un matraz de vidrio de fondo redondo, de 1 litro y de 3 bocas, provisto de un termómetro y camisa de calentamiento eléctrico, se les  
15 añadieron 51,1 g(0,405 mol g.) de sulfato de dimetilo (Aldrich, 99%). La temperatura se elevó inmediatamente a 120°C el calor se eliminó y la mezcla de reacción se dejó enfriar a 35-40°C, a cuya temperatura empezó a tener lugar la solidificación. Una muestra de la mezcla dió un análisis de  
20 48% de cuaternario, 2,16% de metilsulfato de amina y 1,67% de amina y jabón de amina, calculado como amina.

25

30

18109

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un procedimiento de preparación de una composición que contiene un compuesto de amonio cuaternario, a partir de una amina terciaria seleccionada del grupo que consta de compuestos de amonio terciario que contienen uno o dos grupos alifáticos de cadena larga, y sus mezclas, que comprende hacer reaccionar dicha amina terciaria con un agente de alcoholación, (a) en un medio de reacción seleccionado del grupo que consta de compuestos que tienen un punto de fusión de alrededor de 0°C a alrededor de 100°C y que contienen, o bien (i) un enlace de éster derivado de un ácido graso que contiene de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono y un alcohol di- o polihidroxilado que contiene de alrededor de 2 a alrededor de 6 átomos de carbono, (ii) un grupo hidroxilo primario, ó (iii) ambos, y mezclas de dichos compuestos, (b) a una temperatura superior al punto de fusión del medio de reacción e inferior a la temperatura de degradación del compuesto de amonio cuaternario deseado, (c) durante un período de tiempo suficiente para convertir al menos una parte de la amina terciaria en el compuesto de amonio cuaternario deseado.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el agente de alcoholación es sulfato de dimetilo.

3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el agente de alcoholación es sulfato de dietilo.

5 4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el agente de alcoholación es fosfato de trimetilo.

10 5ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª, 2ª, 3ª ó 4ª, en el que la amina terciaria contiene un grupo alifático de cadena larga que contiene de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono, y dos miembros seleccionados independientemente del grupo que consta de grupos alifáticos que contienen de 1 a alrededor de 4 átomos de carbono, y productos de condensación de óxido de etileno, óxido de propileno y sus mezclas, que contienen de desde alrededor de 1 a alrededor de 5 moles de óxido de etileno, óxido de propileno y sus mezclas.

15 6ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª, 2ª, ó 3ª, en el que la amina terciaria tiene la fórmula



25 donde  $R_1$  está seleccionado del grupo que consta de grupos alifáticos que contiene de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono,  $R_2$  está seleccionado del grupo que consta de grupos alifáticos que contienen de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono, grupos alcohol de cadena corta que contienen de alrededor de 1 a alrededor de 4 átomos de carbono, (hidroxi etilo, hidroxipropilo)

30  $(CH_2CH_2O)_g CH_2CH_2OH$ , y  $(C_3H_6O)_g C_3H_6OH$ , donde g es un número

entero de 0 a 5, y  $R_3$  está seleccionado del grupo que consta de grupos alcohilo de cadena corta que contienen de alrededor de 1 a alrededor de 4 átomos de carbono, (hidroxietilo, hidroxipropilo)  $(CH_2CH_2O)_h CH_2CH_2OH$  y  $(C_3H_6O)_h C_3H_6OH$ , donde h es un número entero de 0 a 5.

7ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª, 2ª ó 3ª, en el que el procedimiento se efectúa a una temperatura de alrededor de 0°C a alrededor de 150°C.

8ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el medio de reacción es un compuesto que contiene tanto un enlace de éster como un grupo hidroxilo primario.

9ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el medio de reacción es capaz de disolver el compuesto de amonio cuaternario a una temperatura elevada.

10ª.- Un procedimiento según la reivindicación 9ª, en el que la temperatura elevada es la temperatura a la que se efectúa la cuaternarización.

11ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el medio de reacción tiene un punto de fusión de alrededor de 0°C a alrededor de 100°C.

12ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el medio de reacción tiene un punto de fusión de alrededor de 0°C a alrededor de 80°C.

13ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el medio de reacción tiene un punto de fusión de desde alrededor de 38°C a alrededor de 80°C.

14ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el medio de reacción es un compuesto que contiene un enlace de éster derivado de un ácido graso que con

tiene de alrededor de 12 a alrededor de 18 átomos de carbono.

5            15ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el medio de reacción es un compuesto que contiene un enlace de éster derivado de un alcohol seleccionado del grupo que consta de propilenglicol, 1,4-butanodiol, hexanodiol y sorbitans.

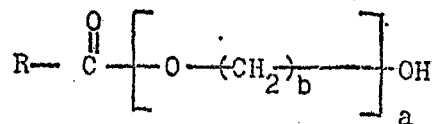
10           16ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el medio de reacción es un compuesto que contiene un enlace de éster y un grupo hidroxilo primario que se ha hecho reaccionar con de alrededor de 1 a alrededor de 10 moles de óxido de etileno, óxido de propileno, o una mezcla de los mismos.

15           17ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el grupo hidroxilo primario se ha hecho reaccionar con de alrededor de 5 a alrededor de 6 moles de óxido de etileno, óxido de propileno, o una mezcla de los mismos.

20           18ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el medio de reacción está seleccionado del grupo que consta de ésteres de sorbitán, ésteres de sorbitán etoxilados, polioxipropilenglicol, ésteres de polioxietilenglicol (ácidos grasos etoxilados), monoglicéridos, monoglicéridos etoxilados, productos de condensación de óxido de etileno, productos de condensación de óxido de propileno, productos de condensación de bloque y al azar de óxido de etileno/óxido de propileno, amidas polietoxiladas, alcoholes polietoxilados, y fenoles alcoholados polietoxilados.

30           19ª.- Un procedimiento según la reivindicación

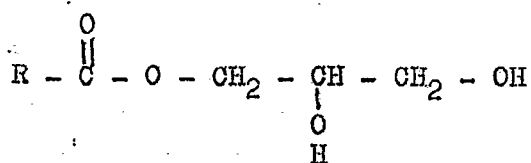
7ª, en el que el medio de reacción es un éster de fórmula



5 donde a es un número entero de alrededor de 2 a alrededor de 10, b es un número entero de 2 a 3, y R es un grupo alifático que contiene de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono.

10 20ª. - Un procedimiento según la reivindicación 9ª, en el que a es un número entero de alrededor de 5 a alrededor de 6, y R contiene de alrededor de 12 a alrededor de 18 átomos de carbono.

15 21ª. - Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el medio de reacción es un compuesto de fórmula



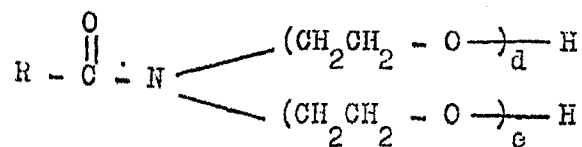
20 donde R es un grupo alifático que contiene de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono.

22ª. - Un procedimiento según la reivindicación 21ª, en el que R contiene de alrededor de 12 a alrededor de 18 átomos de carbono.

25 23ª. - Un procedimiento según la reivindicación 22ª, en el que el compuesto se ha etoxilado con de alrededor de 2 a alrededor de 10 moles de óxido de etileno.

24ª. - Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el medio de reacción es un compuesto de fórmula

30



5 donde d y e son números enteros que totalizan de alrededor de 2 a alrededor de 10, y R es un grupo alifático que contiene de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono.

10 25ª. - Un procedimiento según la reivindicación 24ª, en el que d y e son números enteros que totalizan de alrededor de 5 a alrededor de 6, y R contiene de alrededor de 12 a alrededor de 18 átomos de carbono.

26ª. - Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en el que el medio de reacción es un compuesto de fórmula



15 donde R es un grupo alifático que contiene de alrededor de 8 a alrededor de 22 átomos de carbono.

27ª. - Un procedimiento según la reivindicación 26ª, en el que R contiene de alrededor de 12 a alrededor de 18 átomos de carbono.

20 28ª. - Un procedimiento según la reivindicación 26ª, en el que el compuesto se ha hecho reaccionar con de alrededor de 1 a alrededor de 10 moles de óxido de etileno, óxido de propileno, o una mezcla de los mismos.

25 29ª. - "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION QUE CONTIENE UN COMPUESTO DE AMONIO CUATERNARIO"

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

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

30

Madrid, 23. OCT. 1979

P.A.

Oscar de Eizaburu  
Per Fede.