



287010

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE NUEVOS COMPUESTOS DE ADICION DE ESTERES DE ACIDO SULFURICO Y SULFOBTAINAS", a favor de la firma alemana HENKEL & CIE. G.m.b.H., domiciliada en DUSSELDORF-HOLTHAUSEN (Alemania).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

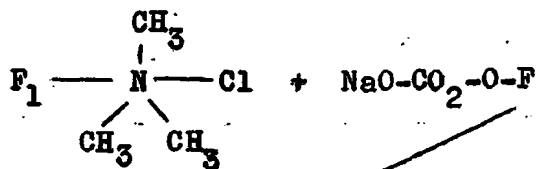
- Se reunen en solución acuosa, una substancia catiónica de actividad capilar, como por ejemplo cloruro trimetil-dodecil-amónico, con una substancia aniónica de actividad capilar, como por ejemplo dodecil-sulfato sódico (o alquilbenzosulfonato sódico), luego se forma según una reacción iónica junto a sales inorgánicas - en este caso por ejemplo cloruro sódico - sales difícilmente solubles que se unen a las partes orgánicas de ambas materias de partida que se detallan en la literatura bajo el nombre de "sales electroneutras". Estas sales
- 5.
- 10.

287010

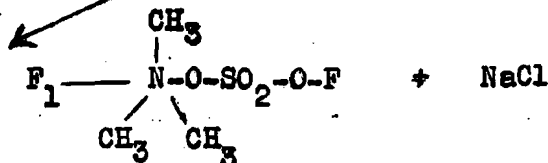


electroneutras cuya formación se efectúa para el caso de la utilización de sales de éster de ácido sulfúrico, según la siguiente ecuación indicada como ejemplo

5.



10.



15.

son insolubles en agua, con tal que las longitudes de las cadenas de los radicales alquilo F y F₁ en la zona de actividad capilar abarque de 8 - 22 átomos de carbono o bien con tal que la suma de los átomos de carbono de todos los radicales hidrocarburos, en especial

20.

de los que presentan grupos como metilo y metileno exceda un valor deseado, y por consiguiente se dirigen a precipitación al ceder conjuntamente las soluciones acuosas de reacción y puede aislarse comodamente en este paso. Para esto son conocidas en la literatura de

25.

patentes, desde muchos antes, sales electroneutras difícilmente solubles en agua, que presentan una serie de posibilidades de utilización.

30.

De otra forma que las sustancias catiónicas citadas en la parte precedente se relacionan las sulfobetainas alifáticas descritas en la DAS 1 018 421, que contienen radicales alquilo de peso molecular superior en el átomo

287010



de nitrógeno cuaternario. Tales sales cuaternarias moleculares internas, cuyo grupo sulfónico aniónico está enlazado en forma solidamente moderada a la valencia principal con un radical alquilo estacionario en el nitrógeno, no dan precipitados solubles en agua con sustancias aniónicas de actividad capilar, en especial sulfatos de alcohol graso y sulfonatos o bien bencensulfonatos de alquilo, sobre lo cual ya se indicó en los escritos de interpretación la falta de existencia de bases.

5.

10.

Ahora la invención se apoya en la determinación sorprendente, que los ésteres de ácido sulfúrico capilar-activos y sus sales ocupan una posición particular, con tal que reaccionen bajo presunta formación de compuestos de adición con sulfobetainas de actividad capilar, con tal que la concentración en éster de ácido sulfúrico y sulfobetaina llegue por encima de las concentraciones de utilización usuales para los humectantes. Se acepta que las concentraciones de las soluciones de sulfato alquílico y sulfobetainas, cuya combinación se describe en la patente DAS 1 018 421, están situadas en la zona de las concentraciones de utilización usuales para los detergentes o humectantes. Estas se hallan en general ampliamente por debajo del 1%. Bajo estas circunstancias no puede observarse la muy elevada viscosidad que presentan al juntarse soluciones de los dos componentes, que es evidente en los compuestos con alquilo C_{12} de concentraciones a partir del 5% o 7,5%.

15.

20.

25.

30.

Sobre la base de estos conocimientos se midieron en el vaso de escurrido "Ford" con una tobera de 2 mm



287010

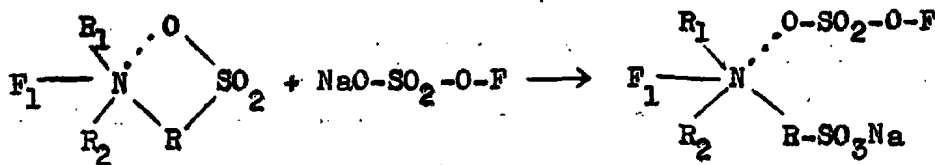
de diámetro a 20°C, tiempos de escurrido de soluciones de dodecilsulfato y de soluciones de una sulfobetaina de dodecil-

-dimetilamina y propansulfona. Además se muestra, que pueden establecerse para concentraciones de hasta el 3% en peso y escasamente diferencias en los tiempos de escurrido de soluciones de sulfato de alcohol graso, soluciones de sulfobetaina o mezclas de estas dos soluciones, que sin embargo era de observar, con el exceso del 3% con concentración creciente, una elevación de viscosidad de

- 5. la solución sulfato de alquilo-sulfobetaina. Los materiales de partida, en especial las sulfobetainas contienen radicales grasos superiores, por ejemplo los de 16 átomos de carbono, luego la elevación de la viscosidad ya se halla a concentraciones pobres, medibles desde un 2% en peso.

Como causa para esta elevación de viscosidad, se observe una eventual formación de sal, que se puede realizar al utilizar un sulfato sódico de alcohol graso según la siguiente ecuación:

20.



25.

en la que

30.

F y eventualmente R₂ representan un radical gra-



287010

so superior, y los símbolos usuales utilizados en la ecuación tienen la significación abajo indicada.

Esta aceptación se halla dentro de una confirma-

5. ción deseada, que los compuestos de adición, que se califican a continuación de "sales", por sencillez, se pueden aislar en forma homogéneamente cristalizada. Como se ha hallado, existe junto a ello otro capilar-activo aniónico, especialmente sulfonatos alifáticos o alquilarmáticos, con tal que no sea posible de otro modo, como aquí, el equilibrio evidentemente amplio de la ecuación precedente según el lado izquierdo oblicuo y un aislamiento definido y sales cristalizadas.
- 10.

15. Sin embargo no puede producirse una serie de observaciones en la combinación realizada en medio acuoso de dosis equimolares de una sulfobetaina y de un sulfato de alcohol graso, si se coloca en lugar de las últimas sales, para una descomposición correspondiente de la ecuación anterior.

20. Si se vaporiza con una solución acuosa, que junto a un sulfato de alcohol grado definido, como por ejemplo, dodecilsulfato sódico, contiene la dosis equimolecular de una sulfobetaina, como por ejemplo la obtenible por secado de dimetildodecilamina y 1,3-propan-sultona, se obtiene un residuo, que a menudo puede re-
25. cristalizarse en cualquier alcohol, sin que nada se modifique en la composición correspondiente del lado derecho de la ecuación anterior, ya que en vista de la muy leve solubilidad de las sulfobetainas en alcohol no se produce este caso, cuando ambos componentes se presentan solo
30. como mezcla correspondiente del lado izquierdo de la



287010

ecuación. Por el contrario si se utiliza en lugar de dodecilsulfato sódico, la sal de un ácido sulfónico alifático o aromático, como por ejemplo dodecan- o bien 4-dodecilbenzo-sulfonato sódico, el primer cristalizado ya está exento de nitrógeno.

5.

Se obtiene asimismo igual resultado al utilizar sales de ácido carboxílico, como por ejemplo laurato sódico. Además se ha comprobado, que las sales obtenibles de un sulfato de alcohol graso definido y una sulfobetaina definida, cada una según el calibre de sus radicales de hidrocarburo, son más o menos fácil y claramente solubles en hidrocarburos aromáticos, como por ejemplo toluol, lo que no era desarrollable cuando se presentaba una mezcla con un sulfato sódico de alcohol graso libre, ya que estos últimos son practicamente insolubles en materias aromáticas, incluso en caliente. Los residuos de evaporación correspondientes, que se obtuvieron bajo utilización de la misma sulfobetaina y sulfonatos semejantes no son por el contrario totalmente solubles en materias aromáticas.

10.

15.

20.

En el sentido de la reacción anterior es de indicar además la observación, que dosis de soluciones acuosas de un sulfato de alcohol graso y de una sulfobetaina de cadena larga, sustituida del tipo arriba descrito para su combinación se caracterizan además por una manifiesta elevación de la viscosidad indeseable y en su dimensión, cuando la concentración de las soluciones es suficiente elevada, y además, que sulfatos de alcohol graso difícilmente solubles o bien sulfobetainas difícilmente solubles en agua, como por ejemplo las que contienen los

25.

30.

287010



radicales hidrocarburos que abarcan 18 átomos de carbono llegan a la desificación neta al instante al adicionar en solución una dosis equivalente de las otras partes de reacción adecuadas para la formación de sal.

5. Este fenómeno es especialmente muy eficaz en las sulfobetainas que son en extremo difícilmente solubles en agua, como por ejemplo las de metil-bencil-dodecilamina y propansultona o las de dimetil-dodecilamina o bien metil-bencil-dodecilamina y propensultona, la última de los cuales es tan buena como insolubles en agua. Todas estas sulfobetainas se llevan fácilmente en solución acuosa por adición de una dosis equivalente de dodecil-sulfato sódico, que luego pueden diluirse a discreción, sin que se produzcan precipitaciones.
10. La credibilidad representada anteriormente muestra que las causas fundamentales para la desaparición citada en la DAS 1 018 421 de una precipitación son de clase diferente al combinar soluciones acuosas de sulfobetainas y sustancias inorgánicas capilar-activas, según se utilizan sulfatos de alcohol graso o bien productos de sulfatación utilizados en el arte, u otras sustancias aniónicas, en especial sales de ácidos sulfónicos capilar-activos. Deja de realizarse al utilizar las sustancias arriba citadas, en el interin de que no sea evidente en las últimas mencionadas ninguna reacción en el sentido de una formación de sal electroneutra y no se presenten precipitaciones sobre esta base, ya que las sales formadas del tipo sal electroneutra, según la ecuación arriba indicada, se disuelven fácilmente en agua, según las apariencias, a consecuencia de
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



287010

los grupos sulfónicos neutralizados que se alcanzan en la formación de un nitroalquilo, y eso que luego las sales producidas contienen dos radicales hidrocarburos hidrófobos. Estas sales electroneutras con grupos sulfónicos

5. externos, tratables y fácilmente aislables en las formas representadas, son estables y con tal que partan de materias primas puras, cristalizan bien en forma sólida en cualquier nuevo compuesto extensamente sólido, los cuales en cuanto a su composición y a sus propiedades no han sido todavía descritos en la literatura.

Estas sales electroneutras, solubles en agua, de sulfobetainas y sales de ésteres de ácido sulfúrico de actividad capilar, son en especial cuando las sulfobetainas introducen uno o dos radicales hidrófobos, emulsores o bien dispersores valiosos, que pueden utilizarse para varios objetos técnicos. Sus propiedades peculiares se basan en primer lugar en la circunstancia citada anteriormente, que muchos de sus representantes son bien solubles, no solo en medios orgánicos sino también

15. en agua y dan con las últimas soluciones viscosidad importantemente elevada. Esta propiedad eleva la estabilidad de las dispersiones. Las sales de acuerdo con la invención son no obstante los grupos sulfónicos externos insensibles progresivamente frente al endurecimiento del

20. agua. Su compartimiento en sulfatos de alcohol graso y también en sulfatos difícilmente solubles, como por ejemplo sulfato de alcohol de tales o sulfato dodecílico, es muy próximo, y su preparación relativamente fácil ofrece la posibilidad de llegar a una forma utilizable. Es de

25. resaltar especialmente el buen comportamiento de estos

30.

287010



10-18 átomos de carbono, que pueden estar enlazados con el nitrógeno, directamente o sobre heteroátomos o bien miembros intermedios que contienen grupos heteroátomos,

- R_1 y eventualmente también R_2 significan radicales de hidrocarburo alifáticos, cicloalifáticos o aralifáticos de cadena rectilínea o ramificada, cada uno con 7 átomos de carbono a lo sumo, que eventualmente pueden enlazarse entre sí, directamente o sobre un medio intermedio, y
5. R se halla en lugar de una radical 1,3-propileno o bien 1,4-butileno, eventualmente sustituido.
- En caso que R_2 represente asimismo un radical hidrófobo, la suma de los átomos de carbono contenidos en R_1 y R_2 no excede de 22 y en especial de 18.
10. Como aminas terciarias, de las cuales se preparan las sulfobetainas a utilizar como materias de partida, pueden entrar en consideración, las que contienen en el nitrógeno, a lo sumo dos, pero de preferencia solo un radical hidrocarburo alifático, de peso molecular superior, de carácter hidrófobo, y por lo menos uno, pero de preferencia dos radicales de hidrocarburo alifático, cicloalifático o aralifático, de peso molecular inferior, los primeros pueden abarcar 8-22, de preferencia 10-18 átomos de carbono y eventualmente estar enlazados con
15. el nitrógeno sobre un grupo que contiene un heteroátomo, y los segundos pueden abarcar 1-7, de preferencia 1-3 átomos de carbono, y eventualmente enlazados entre sí, directamente o sobre un heteroátomo, como por ejemplo N-dimetil-, N-dietyl- ó N-metil-bencil-dodecil-, tetradecil-, hexadecil-, octadecilamina, diisopropil-hexade-
20. 25. 30.

287010



cilamina, N-metil-dioctilamina, N-etil-didodecil-amina, N-dodecil-piperidina, N-hexadecil-morfolina, NN-dioxetil-dodecilamina, N-oxetil-didodecilamina, NN-dimetil-N-dodeciloetil-amina, NN-dimetil-N-oxetil-laurato y otros.

5. Además pueden entrar asimismo en consideración aminas terciarias bifuncionales, como por ejemplo NN'-dimetil-NN'-didodeciletilenodiamina, NN'-didodecil-piperazina, NN'-dioxetilpiperazindilaurato y otras, que llevadas a reacción con dos moles de una sultona dan sulfobetainas bifuncionales.
- 10.

Como sultonas son de considerar en primer lugar, las que ya se producen industrialmente para otros objetos, es decir la 1,3-propan- o bien 1,4-butansultona no sustituida.

15. Sin embargo, también pueden utilizarse para la reacción con las aminas terciarias citadas, las 1,3-propan- o bien 1,4-butansultonas, que se derivan de pentanos, hexanos, heptanos, etc., es decir, aquellos en los que está sustituido el radical de propileno o bien butileno por radicales alquilo de peso molecular inferior con 6 átomos de carbono a lo sumo, como por ejemplo 2-etil-1,3-propansultona, 2-metil-1,4-butansultona y similares.
- 20.

25. Las sultonas a utilizar para la preparación de las sulfobetainas pueden obtenerse en forma de por sí conocida. Sin embargo, también se pueden elaborar las sultonas según el procedimiento de la solicitud de patente alemana H 44.357 IV b/12 preparadas a partir de olefinas terminales de la fórmula indicada más adelante. Estas olefinas se hacen reaccionar con anhídrido sulfúrico y seguidamente o
- 30.



287010

- a) se somete el producto de reacción obtenido de una destilación en vacío, o
- b) se transforma el producto de sulfonación por hidrólisis en un ácido oxisulfónico, y luego se desdobra agua de este a temperatura elevada en vacío y/o bajo utilización de un agente de carga.

5.

Las olefinas utilizadas como materiales de partida de la fórmula general $R_6 R_5 R_4 C-CH_2-C-CH_2$, en la que R_4 , R_5 y R_6 significan hidrógeno o radicales de hidrocarburos alifáticos, pueden contener, por ejemplo 4-7 átomos de carbono, sin embargo, también pueden elaborarse olefinas de peso molecular superior con, por ejemplo, 8-20 átomos de carbono en la molécula.

10.

15.

La reacción de tales sul-tonas con las aminas terciarias puede efectuarse en forma conocida, es decir, sin o con utilización de un disolvente orgánico, como por ejemplo alcohol o acetona; sin embargo también se puede trabajar en agua - particularmente al utilizar 1,3-sul-tonas esencialmente capaces de reacción -, en las que para la realización práctica es de significación considerable, cuando se tiene cuidado de que la temperatura no exceda 50° durante esta reacción para evitar el desdoblamiento electrolítico.

20.

25.

Se elaboran sul-tonas con 8-20 átomos de carbono, que se preparan, por ejemplo según los datos de la solicitud de patente alemana N° H 44.357 IV b/12, luego estas ya poseen el radical hidrocarburo hidrófobo responsable de la actividad capilar de las sulfobetainas con ello preparadas, que se introducen en la molécula primero para la elaboración de otras sul-tonas mediante la amina terciaria.

30.

287010



Por esto pueden hacerse reaccionar estas sultonas para formar sulfobetainas, asimismo con otras aminas terciarias que no contienen radicales hidrófobos. Si se utiliza para este objeto, aminas terciarias con radicales hidrófobos, se obtiene de estas y de las sultonas citadas, sulfobetainas, que contienen en la molécula dos radicales hidrófobos por lo menos.

5.

Asimismo, se pueden obtener las sulfobetainas a utilizar de acuerdo con la invención de los datos de la solicitud de patente alemana H 42 904 IV b/12 qu, al hacer reaccionar en solución acuosa aminas cuaternarias, que contienen en el nitrógeno no solo un radical alquilo de peso molecular superior sino también un radical alilo, con sulfito y oxígeno. En el ejemplo 17 de esta patente se describe la preparación de una sulfobetaina, que contiene el radical de una amina grasa de dimetilo C₁₂-C₁₈.

10.

15.

Como ésteres de ácido sulfúrico de actividad superficial, que pueden combinarse con las sulfobetainas indicadas y que pueden utilizarse para la obtención de las sales de acuerdo con la invención, pueden entrar en consideración practicamente todos los productos de sulfatación y sus sales, que pueden prepararse, según métodos de sulfatación conocidos en alcoholes de peso molecular superior o bien de olefinas de peso molecular superior, con tal que estas contengan un grupo oxi enlazado alifaticamente y sulfatable o bien un doble enlace etilénico sulfatable y un radical hidrocarburo, hidrófobo, de 8-22, de preferencia 10-18 átomos de carbono, de cadena rectilínea o ramificada y asimismo de naturaleza insaturada. Este radical hidrófobo puede ser portador inmedia-

20.

25.

30.

287040



- tamente de los grupos de éster de ácido sulfúrico, como en el caso en los sulfatos de alcohol graso conocidos, utilizados como detergentes en amplias proporciones y también puede enlazarse con el grupo sulfato sobre radicales carbocíclicos y/o heteroátomos o bien miembros intermedios que contienen grupos heteroátomos, como es el caso por ejemplo en los sulfatos de alquil-fenilalquilo, los sulfatos de alquil-fenoxialquilos o bien los sulfatos de alquil-fenoxipolialquilenglicol, los sulfatos de gliceríneo de alcohol graso, los sulfatos mono- o diglicéridos de ácido graso o bien los sulfatos mono- ó dialquilamidos de ácido graso y se explica en algunos de los ejemplos siguientes.
- 5.
- 10.

- Para la preparación de las sales de éster de ácido sulfúrico -sulfobetaina se reúnen los componentes de formación en presencia de un líquido inorgánico u orgánico, que disuelve a lo sumo uno de los componentes de formación, con lo que los componentes de formación deben contener por lo menos 2 y de preferencia más del 3% del peso de la mezcla en disolvente y componentes de formación, con lo que estos datos de concentración ocupan sobre aquellas dosis equivalentes mutuamente en componentes de formación, que pueden reaccionar conjuntamente, de forma que no tiene en cuenta un eventual exceso de uno de los dos componentes de formación.
- 15.
- 20.
- 25.

- Dentro de esta prescripción general, el procedimiento de acuerdo con la invención es capaz de distintas variaciones. Basta reunir, por ejemplo, soluciones de los componentes de formación de la sal. Además pueden reunirse uno de los dos componentes en forma insoluble
- 30.

287611



con el otro componente existente, como solución en un disolvente adecuado. Esta formación de sal se realiza bien bajo descomposición reiterada de uno de los dos componentes. Esto es en especial evidente, cuando, por lo menos uno de los dos componentes de formación, es difícilmente soluble en el disolvente. Seguidamente también pueden mezclarse los componentes de formación existentes como sustancias grasas, en presencia de un disolvente adecuado.

5.

10.

En todos estos procedimientos pueden presentarse los componentes de formación en forma sólida y seca, como pastas acuosas o como soluciones más o menos concentradas, que son accesibles en la preparación técnica de ésteres de ácido sulfúrico de actividad capilar y sus sales. Las sulfobetainas pueden utilizarse en la forma, en la que son accesibles como productos brutos técnicos según la reacción de amina dialquílica grasa y sulfona en presencia de un disolvente acuoso u orgánico.

15.

20.

Para la elaboración de las sales o bien sus componentes de formación a preparar de acuerdo con la invención, en concentraciones por encima del 5 y en especial por encima del 7,5% en peso, puede ser necesario mezclar bien mecánicamente los componentes de formación o bien sus soluciones o pastas a causa de la viscosidad rápidamente creciente de las soluciones o bien pastas con concentración ascendente.

25.

30.

Además se emplean dispositivo adecuados, como por ejemplo amasadoras, laminadoras, prensas de tornillo, bombas de amasar, molinos de disco y aparatos similares. En la selección de aparatos adecuados es posible



287010

trabajar en dependencia de la longitud de los radicales hidrófobos y los disolventes utilizados, en concentraciones de hasta un 50% en peso, y de preferencia hasta un 30% en peso.

5. Como disolvente para la realización del procedimiento de acuerdo con la invención son adecuados todos los disolventes inorgánicos u orgánicos, que disuelven por lo menos uno de los dos componentes de formación y eventualmente, asimismo la sal formada. Este disolvente debe hervir de preferencia en la zona de 30-200°C, y en especial en la zona de 50-130°C, y luego se separará el disolvente de la sal formada.

15. Como disolvente inorgánico es de citar en primer lugar el agua. Como disolvente orgánico pueden entrar en consideración de preferencia los disolventes orgánicos conteniendo oxígeno, del tipo de los alcoholes, éteres, éteres parciales y cetona alifáticos, cicloalifáticos o aromáticos, con 1-8, de preferencia con 1-4 átomos de carbono en la molécula, en especial si son solubles en agua. A esto pertenecen el alcohol metílico, etílico, propílico y butílico, acetona, metiletilcetona, diacetonalcohol, acetofenona, etilenglicol o propilenglicol, glicerina, eventualmente productos de esterificación, que contienen grupos hidróxilo todavía libres,
20. de estos alcoholes polivalentes entre si y/o con los alcoholes monovalentes arriba citados, ciclohexanol o metilciclohexanol, alcohol bencílico y sus productos de hidrogenación, etc. Además pueden utilizarse como disolventes para la realización del procedimiento, hidrocarburos con 5-18, de preferencia con 6-10 átomos de car-
- 25.
- 30.



287010

bono en la molécula, como por ejemplo alifáticos, cicloalifáticos de cadena recta o ramificada, e incluso los hidroaromáticos y aromáticos o alquilaromáticos. Como ejemplo se citan los disolventes siguientes: mezclas de hidrocarburos alifáticos y/o cicloalifáticos y/o aromáticos, como estas y otras accesibles para la preparación técnica de materias de impulsión de motores, benceno, toluol, xilo, y sus productos de hidrogenación, etc.

5.

10.

Las sales originadas pueden concentrarse y eventualmente aislarse al evaporar el disolvente. Además han dado buen resultado como materias auxiliares de cristalización, alcoholes alifáticos inferiores, como por ejemplo metanol, etanol, isopropanol, etc., La formación de sal puede combinarse con la cristalización subsiguiente de forma que los componentes de formación y el alcohol se unen a temperatura elevada en tales dosis de forma que la sal formada es disuelta totalmente y al enfriar se separa por cristalización.

15.

20.

Las sales de éster de ácido sulfúrico y sulfobetaina se pueden preparar asimismo en presencia de sustancias, con las cuales deben utilizarse comunmente más tarde, sin embargo estas sustancias, por ejemplo aceites de hidrocarburo de ebullición elevada, aceites grasos, alcoholes grasos, parafinas, ésteres de peso molecular superior etc., tienen un estado fluido un poder disolvente para los componentes de formación. Luego no es necesaria la separación de las sales formadas del disolvente.

25.

30.

Los ejemplos siguientes describen algunas formas de realización del procedimiento según la invención.

287010



b) Se obtiene la misma sal cristalizada, al disolver en caliente dosis equimolares de ambos materiales de partida en 8 veces la dosis de alcohol y abandonar la mezcla de la cristalización.

5. Las sales obtenidas según a) o b), como producto bruto sólido o en forma cristalizada son limpiamente solubles en agua y dan soluciones de viscosidad elevada que dan buena espuma. Además son solubles en benceno calentado. Las sales pueden utilizarse como emulsores para las reacciones de polimerización.
- 10.

EJEMPLO 2

Se obtienen según el procedimiento del ejemplo 1, sales cristalizadas homogéneamente de composición análoga, al utilizar en lugar del dodecilsulfato sódico, una dosis equivalente de octadecilsulfato sódico y/o, como sulfobetaina, una dosis molar de dimetil-octadecilamina y 1,3-propansultona. Estas sales de sulfato de alcohol graso y sulfobetaina son todavía bien solubles en agua, cuando contienen dos radicales de octadecilo en la molécula.

20.

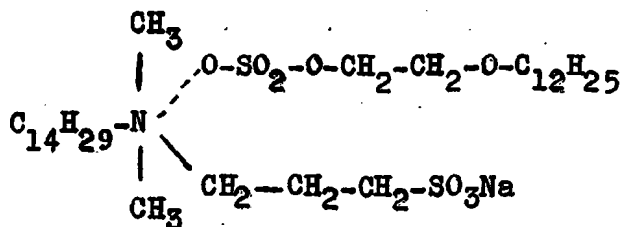
Dan soluciones acuosas de alta viscosidad y pueden utilizarse para la preparación de emulsiones estables para cosméticos.



E J E M P L O 3

287010

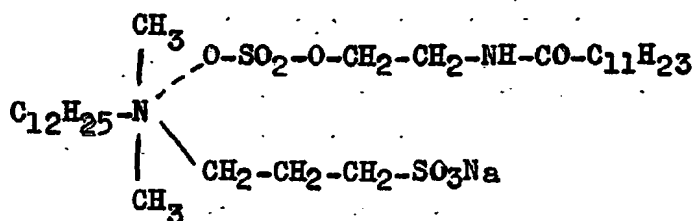
5.



Se combinan soluciones acuosas al 5% en peso, que contienen dosis equimolares de dodeciloxietilsulfato sódico y de la sulfobetaina obtenida a partir de dimetil-tetradecilamina y 1,3-propansultona, y la mezcla se transforma a 100°C en polvo mediante pulverización por calentamiento. La sal pura obtenida a partir de este producto técnico por recristalización en 7 veces la dosis de isopropanol, corresponde asimismo tras repetidas recristalizaciones a la composición anterior.

15.

E J E M P L O 4



20.

En la misma forma que en el ejemplo 3, se obtiene la sal arriba formulada a partir de dosis equimolares de la sal sódica de monoetanolamida láurica y éster de ácido sulfúrico y la sulfobetaina a partir de dimetil-dodecilamina y 1,3-propansultona, por combinación de soluciones al 10% de

25.

ambas materias, cuya sal puede obtenerse en forma pura aná-



287010

líticamente y cristalizada homogéneamente tras eliminación del disolvente por recristalización en diez veces la dosis de isopropanol, o cuando se elaboró en isopropanol directamente de la mezcla.

5. EJEMPLO 5

10. A una mezcla de 250 partes en peso de dimetil-tetradecilamina (1 mol) y 500 partes en peso de agua se adiciona bajo agitación y en forma de porciones 122 partes en peso de 1,3-propansultona (1 mol), a todo lo cual se lleva a un enfriamiento eventual, para evitar que la mezcla no rebase la temperatura de 50°. A la solución de sulfobetaina que se vuelve limpia tras 6 horas de agitación, se adicionan 4000 partes en peso de agua y seguidamente 5000 partes en peso de una solución acuosa, que contiene 288 partes en peso de dodecilsulfato sódico (1 mol). La mezcla viscosa 15. se regula a un pH de 7-8 y se convierte en rocío a 100° C una torre de rociado en hélice. Se obtienen 590-610 partes en peso de un polvo seco y ligero, a partir del cual se puede obtener en forma pura y cristalizada la sal originada, eventual- 20. mente por recristalización en alcohol.

EJEMPLO 6

25. En la misma forma que en el ejemplo 5, se obtiene una sal análoga, cuando se parte de una mezcla técnica de dimetil-alquilamina, cuyos radicales alquilo contienen 12-18 átomos de carbono, y se utiliza una dosis molar de una mezcla de alquilsulfato sódico, cuyos radicales alquilo

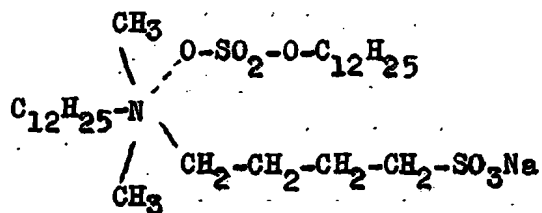


287010

comprenden asimismo 12-18 átomos de carbono. El polvo obtenido al pulverizar, es seco, inodoro y fácilmente soluble en agua.

EJEMPLO 7

5.



10.

A una solución acuosa al 10% de dodecilsulfato sódico se adiciona una solución de igual concentración de sulfobetaina, que se obtuvo a partir de dimetil-dodecilamina bajo utilización de 1,4-butansultona. El residuo obtenido tras evaporación del agua, puede obtenerse en forma de cristales homogéneos por recristalización en cuatro veces

15.

la dosis de etanol, el cual posee asimismo, después de varias recristalizaciones la composición que corresponde a la fórmula anterior.



287010

N O T A

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad alemana número H 45.485 IVb/12 del 14 de abril de 1962.

5. 1. Procedimiento para la preparación de nuevos compuestos de adición de ésteres de ácido sulfúrico y sulfobetainas, caracterizado porque sulfobetainas capilaractivas se reúnen con ésteres de ácido sulfúrico o sus sales capilaractivos en presencia de un líquido, que disuelve por lo menos uno de los dos componentes de formación, a cuyo efecto las dosis de los componentes de formación que reaccionan entre si bajo formación de los compuestos de adición debe ascender por lo menos al 2%, y de preferencia por lo menos al 3% en peso de la mezcla de los componentes de formación y del disolvente.
10. 2. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado porque se juntan soluciones de los componentes de formación.
15. 3. Procedimiento, conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado porque uno de los dos componentes de copulación a combinar entre sí, se presenta en estado húmedo, mientras que el otro se aplica como disolución.
20. 4. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado porque los componentes de formación húmedos se reúnen con el disolvente.
- 25.



287010

5. Procedimiento, conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se utiliza por lo menos uno de los componentes de formación en forma de sus soluciones y pastas conteniendo disolventes, en las que se ataca para su preparación técnica.
6. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se utilizan disolventes inorgánicos u orgánicos con un punto de ebullición desde 30 a 200°C., de preferencia desde 50 a 150°C.
10. 7. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la reacción se realiza en agua, en alcoholes o en mezcla de agua y alcohol.
15. 8. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la reacción se realiza con soluciones de sulfobetaina, que se prepararon mediante reacción de aminas terciarias con sultonas en agua, alcoholes o mezclas de agua y alcohol, sin aislamiento de las sulfobetainas.
20. 9. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la reacción se realiza en presencia de materias que deben ser emulsionadas o bien dispersadas durante la utilización prevista, con los compuestos de adición.
25. 10. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 9 caracterizado, porque los sulfatos capilaractivos se sustituyen en forma de sus ésteres de ácido sulfúrico ácidos y eventualmente se neutralizan los

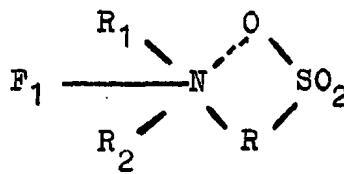
287010



compuestos de adición ácidos formados, con bases inorgánicas u orgánicas.

11. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque se utilizan como sulfobetainas, las de la fórmula general

5.



10.

en la que

R significa un radical de 1,3-propileno o bien 1,4-butileno eventualmente substituído,

15.

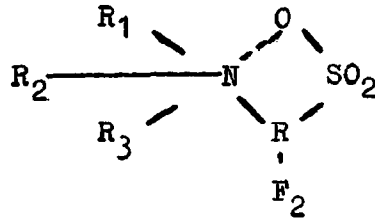
por lo menos uno de los radicales F_1 o R_2 significa un radical hidrocarburo hidrófobo con 8-22, de preferencia 10-18 átomos de carbono, que puede estar enlazado con el nitrógeno directamente o sobre heteroátomos o términos intermedios que contienen grupos de heteroátomo, con lo cual en caso de dos radicales hidrófobos F_1 o R_2 , la suma de los átomos de carbono contenidos en estos radicales no excede de 22 y de preferencia de 18, mientras que los radicales restantes, es decir R_1 y eventualmente R_2 significan radicales de hidrocarburo alifáticos, cicloalifáticos o aralifáticos de cadena rectilínea o ramificada con a lo sumo 7 átomos de carbono cada uno, que pueden estar enlazados entre sí, eventualmente en forma directa o sobre un término intermedio.

20.

25.

12. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque se utiliza, como sulfobetainas, las de la fórmula general

30.



5.

en la que

10. R y R₁ tienen la significación indicada en la reivindicación 11,

R₂ y R₃ representan radicales hidrófobos o no hidrófobos de la significación indicada en la reivindicación 11, mientras que

15. F₂ junto con R significa un radical hidrófobo, según la definición de la reivindicación 11,

20. con lo cual, en caso de existir más radicales hidrófobos en una molécula, la suma de los átomos de carbono existentes en estos radicales no sobrepasa de 22 y de preferencia de 18.

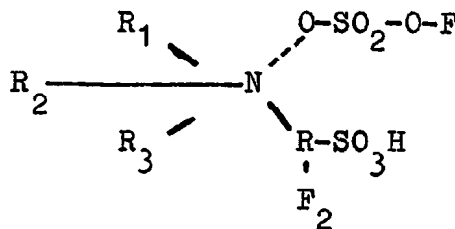
25. 13. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque los ésteres de ácido sulfúrico capilaractivos utilizados o sus sales, se derivan de compuestos oxi de peso molecular superior o de sustancias de peso molecular superior que contienen
dobles enlaces olefinicos, y que contienen un radical
30. hidrocarburo hidrófobo de cadena rectilínea o ramificada de 8-22, y de preferencia de 10-18 átomos de carbono, el cual es enlazable con el grupo de éster de ácido sulfúrico inmediatamente o sobre heteroátomos o términos intermedios que contienen grupos heteroátomo.

287010



17. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 15, caracterizado porque los nuevos compuestos corresponden a la fórmula presunta

5.



10.

o bien sus sales, en la que F tiene la significación indicada en la reivindicación 16, mientras que los demás símbolos tienen la significación indicada en la reivindicación 12.

15.

18. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 15 a 17, caracterizado porque los nuevos compuestos contienen como componentes de éster de ácido sulfúrico los radicales de los compuestos indicados en la reivindicación 13 y 14.

20.

19. Procedimiento para la preparación de nuevos compuestos de adición de ésteres de ácido sulfúrico y sulfobetainas.

25.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 28 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

30.

Madrid, a 13 de abril de 1963.

p.a. JANE ISERN HERALLES
P.P.