



90

# MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

..... PATENTE DE INVENCION .....

por VEINTE años en España, por " PROCEDIMIENTO DE

PREPARACION DE UN DETERGENTE " .....

.....  
.....  
a favor de

UNILEVER N.V. .....

domiciliado en Museumpark 1, Rotterdam, Holanda.

.....  
PRIORIDAD: de la solicitud de patente estado-  
unidense Nº 332.159 del 20 diciem-  
bre 1963.-

INVENTORES: Arno CAHN, Mark David KONORT y Oscar  
Walter NEIDITCH, los tres de nacio-  
nalidad estadounidense.-

GH/..-

- 2 -  
307290



Esta invención se relaciona con nuevos detergentes no iónicos.

5 Es sabido que un alcohol de cadena recta o cadena ramificada puede reaccionarse con óxido etilénico para formar productos de adición con propiedades detergentes, tales como óxido n-tetradecil-alcohol-7-etilénico, óxido dodecil-alcohol-10-etilénico y óxido tridecil-alcohol-9,5-etilénico.

10 Se ha descubierto ahora la posibilidad de preparar detergentes no iónicos condensando ciertos dioles alifáticos  $C_{8-22}$  saturados con por lo menos 3 proporciones moleculares de óxido etilénico.

El diol es preferiblemente un 1,2-diol, pero pueden emplearse un 1,3 ó 1,4 ó 1,5-diol o una mezcla de 1 ó mas - de tales dioles.

15 Ejemplos de dioles adecuados para su empleo en la preparación de los compuestos de la invención, son el tetradecano-1,2-diol y el éter dodecil-glicerilo. Tal como aquí se emplea, el término diol pretende incluir compuestos que tengan un enlace éter, tal como éter dodecil-glicerilo.

20 Preferiblemente, el diol o mezcla de dioles se reacciona con 7 a 23 proporciones moleculares de óxido etilénico en particular con 10 a 18 proporciones moleculares de tal óxido.

25 La invención incluye también composiciones detergentes que contienen los nuevos detergentes no iónicos de la misma.

30 Puede emplearse cualquier método conocido para proporcionar el reactivo diol de cadena larga, tal como la oxidación de olefinas, la hidrólisis de clorohidrinas, la reducción con pinacol de cetonas y la hidrólisis de 1,2-epóxidos.



La mezcla de dioles se obtiene adecuadamente hidrolizando --  
epóxidos mezclados. Por ejemplo, la mezcla puede contener --  
dioles con átomos de carbono que varíen entre 10 y 20, con --  
una longitud de cadena media de 13 átomos de carbono.

5 El reactivo de óxido etilénico (epoxietano) para es  
ta invención puede prepararse mediante cualquier método ade-  
cuado. Por ejemplo, el etileno se oxida directamente en pre-  
sencia de un catalizador o se reacciona clorohidrina con hi-  
dróxido sódico.

10 La cantidad de óxido etilénico requerida es en general  
directamente proporcional al peso molecular del diol. En --  
otras palabras, si el peso molecular del diol es elevado, se  
necesitará más óxido etilénico para formar un producto de --  
adición de propiedades detergentes.

15 La reacción entre el diol y óxido etilénico puede --  
realizarse burbujeando el óxido etilénico en el diol a pre--  
sión atmosférica y durante un tiempo suficiente para incor--  
porar la deseada cantidad de óxido etilénico. Esta reacción  
se realiza generalmente en presencia de un catalizador, por  
20 ejemplo hidróxido sódico, sodio, metóxido sódico, etóxido só-  
dico, hidróxido potásico, cloruro estannico, trifluoruro de  
boro, tetracloruro de estaño, pentafluoruro de antimonio y --  
similares, a elevadas temperaturas, por ejemplo de 190°C. --  
También son adecuadas para esta invención determinadas modi-  
25 ficaciones de este método, tales como el empleo de una capa  
de nitrógeno o equipo presionador, y otros métodos de prepa-  
ración.

30 Los productos de adición de diol-óxido etilénico de  
la invención proporcionan detergencia en soluciones acuosas,  
tanto aisladamente como en presencia de sales acumuladoras --

- 4707000 18 DIC



5

10

15

20

25

30

detergentes convencionales, tales como sulfatos metálicos alcalinos, carbonatos, silicatos, fosfatos, boratos, y mezclas de ellos. La presencia de una sal acumuladora mejora generalmente la detergencia de las composiciones. Compuestos adicionales, tales como carboximetilcelulosa, que mejoran las propiedades de suspensión de la suciedad de la solución de lavado, pueden emplearse. Asimismo, pueden incluirse en las composiciones detergentes de esta invención otros detergentes sintéticos, jabones, perfumes, abrasivos, estabilizadores de la espuma, agentes germicidas, agentes colorantes y similares.

El excelente rendimiento de los productos de adición, particularmente en formulaciones no acumuladas, es sorprendente e inesperado. Por ejemplo, el valor de reflectancia después de someter paño manchado en agua con un producto de adición de diol-óxido etilénico al 0,05% sin acumular al ensayo del Terg-O-Tometer, es generalmente de 47 aproximadamente, por lo menos. Los detergentes especialmente superiores, es decir los productos de adición de dioles con 10 a 18 proporciones moleculares de óxido etilénico, son también sorprendentes e inesperados. Los valores de reflectancia para los últimos detergentes citados sin acumular están comprendidos entre 50 y 53 (los citados valores de reflectancia se definen de acuerdo con las condiciones indicadas en el ejemplo I.).

Los siguientes ejemplos ilustran la invención. Salvo indicación en contrario, todas las partes y porcentajes de los ejemplos son en peso.

EJEMPLO I

Se preparó un producto de adición de óxido 1,2-diol

707000 18 DIC



5 7-etilénico C<sub>10</sub>-C<sub>20</sub> empleando como reactivo una mezcla de ---  
 dioles con 10 a 20 átomos de carbono proporcionados por las  
 siguientes alfa-olefinas: C<sub>10</sub>, 7%; C<sub>11</sub>, 11%; C<sub>12</sub>, 11%; C<sub>13</sub>,  
 11%; C<sub>14</sub>, 12%; C<sub>15</sub>, 11%; C<sub>16</sub>, 10%; C<sub>17</sub>, 9%; C<sub>18</sub>, 7%; C<sub>19</sub>, 7%;  
 10 y C<sub>20</sub>, 4%. El C<sub>10</sub>-C<sub>20</sub> 1,2-diol(0,07 mol; 15,7 gramos) e hi-  
 dróxido sódico pulverizado (0,1 gramo) se agitaron y calenta-  
 ron a 185-190°C., burbujeándose óxido etilénico en la mezcla  
 de reacción. Se interrumpió periódicamente la reacción para  
 determinar el incremento de peso. Después de que el peso hu-  
 bo incrementado en 21,6 gramos (0,49 mol de óxido etilénico),  
 se interrumpió la reacción. El producto de la reacción fue -  
 sometido a cribado sin ninguna adicional purificación.

Se prepararon análogamente otros productos de adi- -  
 ción de diol-óxido etilénico, indicados en la Tabla I.

15 Los citados productos de adición de diol-óxido etilé-  
 nico fueron ensayados para determinar su poder detergente me-  
 diante el Ensayo de Detergencia Terg-O-Tometer descrito en la  
 patente francesa nº 1.332.754.

20 La Tabla I indica los resultados de los ensayos con  
 el Terg-O-Tometer con los productos de adición de diol-óxido  
 etilénico y de alcohol-óxido etilénico. En la citada tabla -  
 se designa por EO el óxido etilénico.

TABLA I

25	<u>Compuesto</u>	<u>Valor de reflec- tancia (0,05% sin acumular)</u>	<u>Nivel de de- tergencia (sin acumular)</u>
	Alcohol n-tetradecílico-7EO	43,8	Deficiente
	Alcohol dodecílico-10EO (a)	40,3	id.
	Alcohol dodecílico-12EO (a)	41,9	id.
	Alcohol dodecílico-15EO (a)	44,4	Ligero
30	Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -7EO	47,8	Moderado

707290

18 DIC



TABLA I (continuación)

Compuesto	Valor de reflectancia (0,05% sin acumular)	Nivel de Detergencia (sin acumular).
Tetradecano-1,2-diol-7EO	48,3	Moderado
5 Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -10EO	50,1	Bueno
Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -13EO	51,8	Bueno
Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -15EO	52,1	Bueno

(a) Preparado a partir de un alcohol de cadena ramificada.

EJEMPLO II

10 Se determinó el poder detergente de varios compuestos, incluyendo los productos de adición de diol-óxido etilénico de la invención, en formulaciones no acumuladas, siguiendo el procedimiento descrito en el ejemplo I. Los resultados se indican en la siguiente tabla II.

TABLA II

Compuesto	Valor de reflectancia 0,05% - sin acumular.
Alcohol dodecílico-10EO (a)	40,8
Alcohol dodecílico-12EO (a)	41,9
20 Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -10EO	50,1
Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -13EO	51,8
DDBS (b)	42,7
TKPP (c)	46,3

(a) Preparado a partir de un alcohol de cadena ramificada.

(b) Dodecilsulfonato sódico.

25 (c) Pirofosfato tetrapotásico.

EJEMPLO III

30 Se compararon las propiedades detergentes de varios compuestos en formulaciones acumuladas y sin acumular empleando un procedimiento similar al utilizado en el ejemplo I. La



307290

tabla III indica los valores de reflectancia que se determinaron.

TABLA III

Compuesto	Valor de reflectancia	
	0,05%-sin acumular	0,025%-acumulado con 0,05% TKPP.
Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -10EO	50,1	53,1
Sterox AJ100 (a)	46,7	53
TKPP	46,3	-

(a) Detergente no iónico comercialmente obtenible preparado con condensación de alcohol tridecílico producido mediante el proceso oxo con 9,5 proporciones moleculares aproximadamente de óxido etilénico.

EJEMPLO IV

Se repitió el procedimiento del ejemplo I con los compuestos enumerados en la tabla IV. Los resultantes valores de reflectancia se indican también en la tabla IV.

TABLA IV

Compuesto	Valor de reflectancia (a) 0,05% - sin acumular.
Sterox AJ-100	42,4
Alcohol miristílico-7EO	44,6
TKPP	43,8
Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -2EO	37,9
Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -5EO	44,1
Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -10EO	50,6
Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -13EO	51,3

(a) Paño manchado, promedio inicial 37,5; agua, 40,7.

EJEMPLO V

Se formaron productos de adición de diol C<sub>10</sub>-C<sub>20</sub> con varias proporciones moleculares de óxido etilénico. Se



5 determinó el valor de reflectancia para cada producto de adición. La preparación y ensayo de los productos de adición se efectuaron de acuerdo con la preparación y ensayos descritos en el ejemplo I. Los valores de reflectancia para los productos de adición en formulaciones acumuladas y sin acumular se indican en la tabla V.

TABLA V

	Producto de adición	Valor de reflectancia (a)	
		0,05%-sin acumular	0,025%-acumulado con 0,05% TKPP.
10	Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -7EO	47,8	52,3
	Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -10EO	50,1	53,1
	Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -13EO	51,8	54,9
	Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -15EO	52,1	53,0
	Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -18EO	50,1	53,3
15	Diol C <sub>10</sub> -C <sub>20</sub> -23EO	48,6	51,9

(a) Paño manchado, promedio inicial 42,0; agua, 43,6.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

20 1. Procedimiento de preparación de un detergente, caracterizado porque se reaccionan por lo menos 3 proporciones moleculares de óxido etilénico con un diol alifático - C<sub>8-22</sub> 1,2 ó 1,3 ó 1,4 ó 1,5 saturado ó una mezcla de 2 ó mas de tales dioles.

25 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se reaccionan de 7 a 23 proporciones moleculares de óxido etilénico con el diol o mezcla de dioles.

30 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque se reaccionan de 10 a 18 proporciones moleculares de óxido etilénico con el diol o mezcla de dioles.



307290

18 DIC

5

4. Procedimiento según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque el diol o mezcla de dioles empleados en la preparación del producto se obtiene a partir de una alfa-olefina o una mezcla de alfa-olefinas, respectivamente.

10

5. Método de preparación de una composición detergente, caracterizado porque se incorpora en dicha composición un detergente obtenible mediante el procedimiento de las reivindicaciones 1 a 4.

15

6. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:  
" PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UN DETERGENTE ".

Todo tal y conforme se describe y reivindica en la presente Memoria que consta de nueve páginas mecanografiadas.

20

Madrid, 18 de diciembre 1964

ALFONSO UNGRIA

P.P.

25

30