



330626

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

## PATENTE DE INTRODUCCION

SOLICITANTE: UNILEVER N.V. ....

RESIDENCIA: Museumpark 1, Rotterdam, Holanda, .....

ENUNCIADO: "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA .....

COMPOSICION DETERGENTE" .....

Prioridad: Patente ..... n.º ..... del .....

26



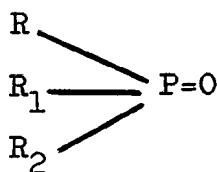
1

La presente invención se relaciona con nuevos -  
óxidos fosfínicos que tienen utilidad como detergentes y  
suplementos detergentes, y con una serie de nuevos compues  
tos fosfónicos útiles como productos intermedios en la pre  
paración de los nuevos óxidos fosfínicos.

5

Los óxidos fosfínicos de esta invención son los  
de fórmula:

10



15

en la que R es un radical alquilo que tiene de 10 a 16 áto  
mos de carbono o un radical alquil-arilo cuya cadena alqui  
lica tiene de 8 a 16 átomos de carbono, y R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> represen  
tan, cada uno de ellos, radicales alquilos que tienen de 1  
a 4 átomos de carbono o forman conjuntamente un grupo ciclo  
alifático de 4 a 5 átomos de carbono. Estos óxidos fosfíni  
cos contienen un grupo alquilo o alquilarilo de cadena lar  
ga y 2 grupos alquilos de cadena corta o un grupo ciclo-ali  
fático de cadena corta, debiéndose distinguir por consi--  
guiente de los conocidos óxidos fosfínicos que contienen  
tres grupos alquilos de cadena larga en una molécula, y de  
los óxidos fosfínicos que contienen tres grupos alquilos  
de cadena corta en una molécula.

20

25

Estos conocidos óxidos fosfínicos no poseen acti  
vidad detergente ni comunican estabilidad a las espumas -  
producidas mediante agitación de soluciones de otros de-  
tergentes que poseen capacidad productora de espuma.

30

Inesperadamente, se ha descubierto que algunos  
de los nuevos óxidos fosfínicos de la presente invención  
poseen actividad detergente. Además, algunos compuestos



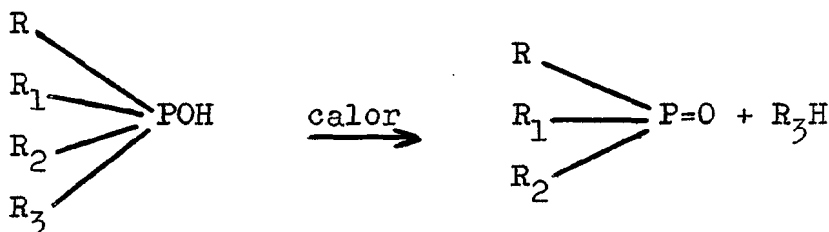
1

de la invención son útiles para estabilizar espumas producidas de soluciones de otros detergentes conocidos y poseen la propiedad adicional de dispersar jabones insolubles en agua producidos mediante disolución de jabones solubles en agua, en agua dura.

5

Los óxidos fosfínicos alifáticos de la invención pueden prepararse calentando un hidróxido fosfónico cuaternario de acuerdo con la siguiente reacción:

10



en la que R, R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son como se definen anteriormente y R<sub>3</sub> es un radical fenilo o bencilo.

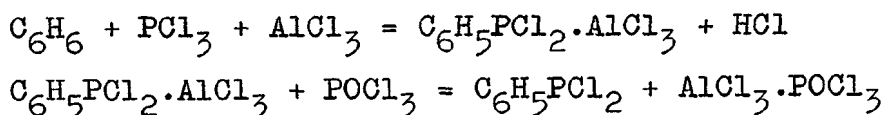
15

El hidróxido fosfónico cuaternario se obtiene a partir de un correspondiente bromuro fosfónico calentando una solución acuosa del bromuro en hidróxido sódico. El bromuro fosfónico se obtiene a su vez mediante una serie de procedimientos convencionales. La serie de reacciones efectuadas en la preparación de bromuro dimetildodecilfenilfosfónico se ofrece a modo de ilustración.

20

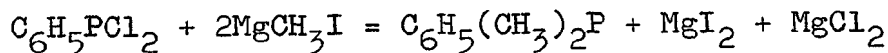
Se reaccionaron benceno, cloruro aluminico, tricloruro de fósforo y oxiclорuro de fósforo para formar fenildiclorofosfina como sigue:

25



La fenil-diclorofosfina se convirtió en dimetilfenilfosfina usando un reactivo de Grignard como sigue:

30

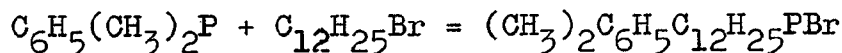




1

La dimetilfenilfosfina fue luego reaccionada con bromuro dodecílico a presión atmosférica y en una atmósfera de dióxido de carbono para formar bromuro dimetildodecilfenilfosfónico:

5



10

El bromuro dimetildodecilfenilfosfónico y el bromuro dietildodecilfenilfosfónico son conocidos en la literatura. Los otros bromuros fosfónicos descritos en esta memoria son nuevos y tienen utilidad como productos intermedios en la preparación de los óxidos fosfínicos anteriormente descritos.

15

Muchos de los nuevos óxidos fosfínicos de esta invención, incluyendo al óxido dimetildodecilfosfínico, el óxido dietildodecilfosfínico y el óxido dimetilhexadecilfosfínico, son buenos detergentes y útiles solos o en combinación con otros detergentes y suplementos detergentes, como detergentes domésticos y para lavanderías. Se han obtenido resultados detergentes con estos compuestos que son superiores a los resultados obtenidos con sulfonatos alquil

20

arilos comerciales.

Además, los óxidos fosfínicos de esta invención, incluyendo el óxido dimetildodecilfosfínico, óxido dietildodecilfosfínico, óxido diisopropildodecilfosfínico, óxido dipropildodecilfosfínico, óxido dibutildodecilfosfínico, óxido dimetildecilfosfínico, óxido dimetiltetradecilfosfínico, óxido dimetilhexadecilfosfínico, óxido ciclotetrametilenododecilfosfínico, óxido dimetildodecilfenilfosfínico, óxido ciclopentametilenododecilfosfínico y óxido n-dodecilfenildimetilfosfínico, proporcionan una nueva clase de estabilizadores de la espuma. Estos materiales son so-

30



1

lubles o dispersables en agua y comunican estabilidad a la espuma producida por la agitación de soluciones que contienen otros detergentes sintéticos productores de espuma.

5

Como ventaja adicional, algunos de los óxidos - fosfínicos de esta invención, tales como el óxido dimetildodecilfosfínico y el óxido dimetilhexadecilfosfínico, son útiles como dispersantes de jabones calizos, es decir son compatibles con jabones ácidos grasos solubles en agua y poseen la propiedad de dispersar jabones cálcicos y magnésicos insolubles formados por la solución de los jabones solubles en agua en agua dura.

10

Los productos intermedios de bromuros fosfínicos que pueden emplearse en la preparación de los óxidos fosfínicos de esta invención incluyen los siguientes compuestos, enumerados con su fórmula y punto de fusión

15

<u>Nombre y fórmula</u>	<u>Punto de fusión</u>
-------------------------	------------------------

Bromuro dipropildodecilfenilfosfónico $C_6H_5P(C_3H_7)_2C_{12}H_{25}Br$	70°C
--	------

Bromuro di-isopropildodecilfenilfosfónico $C_6H_5P(iso-C_3H_7)_2C_{12}H_{25}Br$	líquido
--	---------

20

Bromuro dibutildodecilfenilfosfónico $C_6H_5P(C_4H_9)_2C_{12}H_{25}Br$	92°C
---	------

Bromuro dimetildecilfenilfosfónico $C_6H_5P(CH_3)_2C_{10}H_{21}Br$	137°C
---	-------

25

Bromuro dimetiltetradecilfenilfosfónico $C_6H_5P(CH_3)_2C_{14}H_{29}Br$	151°C
--	-------

Bromuro dimetilhexadecilfenilfosfónico $C_6H_5P(CH_3)_2C_{16}H_{33}Br$	156°C
---	-------

Bromuro fenilciclotetrametilenododecilfosfónico $C_6H_5P(CH_2)_4C_{12}H_{25}Br$	44°C
--	------

30

Bromuro fenilciclopentametilenododecilfosfónico $C_6H_5P(CH_2)_5C_{12}H_{25}Br$	líquido
--	---------



1

Los siguientes ejemplos ilustran la invención.

Ejemplo 1

5

Se preparó óxido dimetildodecilfosfínico calentando una mezcla de 4,40 g de dimetilfenilfosfina y 7,95 g de bromuro dodecílico en un matraz de 100 ml en forma de pera, con un tapón de vidrio con salida a un tubo provisto de una válvula Bunsen, durante 3 horas en un baño de aceite. El aire del aparato había sido desplazado por CO<sub>2</sub>. El producto de reacción sólido fue lavado con 100 ml de éter seco. La producción de bromuro dimetildodecilfenilfosfínico fue de 10 g; punto de fusión, 146°C. Al recristalizarse a partir de acetato etílico, el punto de fusión era de 148 °C.

10

15

Se disolvieron 10 g del bromuro fosfónico en 100 ml de agua destilada en un matraz Erlenmeyer de 500 ml y se trataron con 100 ml de hidróxido sódico acuoso al 10%. Resultó una solución clara. Luego se hirvió la mezcla en una placa caliente durante 15 minutos. La solución se enturbió y se separó un aceite por encima. El matraz fue enfriado y se extractó la mezcla con 400 ml de éter. La solución etérea se lavó con 20 ml de agua y luego se secó con sulfato magnésico anhidro. El éter fue destilado y el residuo calentado durante media hora a 150°C sobre un baño de aceite bajo vacío. Al enfriarse, se solidificó el residuo. Se recristalizó a partir de 20 ml de petróleo ligero, produciendo 5,5 g de óxido dimetildodecilfosfínico, que tenía un punto de fusión de 75°C. El producto presentó el siguiente análisis:

20

25

30

Para C<sub>14</sub>H<sub>31</sub>OP:

Calculado: C, 68,26; H, 12,68; P, 12,57; O, 6,50%.



1 Observado: C, 68,3; H, 12,40; P, 12,3; O, 6,81%.

Ejemplo 2

5 Se calentó durante 3 horas a 100-110°C en un baño de aceite una mezcla de 7,44 g de dietilfenilfosfina y 11,20 g de bromuro dodecílico, como se describe para un compuesto dimetílico en el ejemplo 1. El resultante bromuro fosfónico es muy higroscópico y resultó difícil de cristalizar. Al recristalizarse a partir de una mezcla de acetato etílico-éter, el sólido funde a 62°C y contiene una molécula de acetato etílico de cristalización. La experiencia con cargas anteriores había mostrado que no se deriva ninguna ventaja del uso del bromuro fosfónico cristalino. Por consiguiente, el producto de la reacción fue transferido a un matraz Erlenmeyer de 500 ml con 200 ml de agua destilada y tratado con una solución de 30 g de hidróxido sódico en 50 ml de agua destilada. La solución inicialmente clara fue calentada hasta su ebullición. Empezó a tornarse turbia y se separó por encima un aceite. Al cabo de una hora, se enfrió, se enfrió el matraz y se extractó la mezcla con 240 ml de éter. El extracto etéreo fue lavado con un pozo de agua destilada, secado sobre sulfato sódico anhidro y se evaporó el éter. El residuo ascendía a 10,7 g. El óxido dietildodecilfosfínico destiló a 157°C/0,5 mm (temperatura del baño de aceite, 230°C). El sólido fundió a 50°C aproximadamente. Al pesarse en la balanza analítica 50 mg del sólido recién destilado, la sustancia absorbió humedad tan rápidamente que en el momento en que se había completado la pesada, se había licuado. Una solución acuosa del óxido fosfínico no es salada por cloruro sódico.

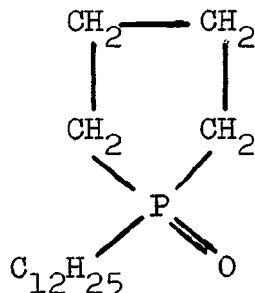
30 Ejemplo 3



1

Se preparó óxido ciclotetrametilenododecilsfosfínico, punto de fusión 48°C,  $C_{12}H_{25}PO(CH_2)_4$ , de estructura:

5



10

reaccionando bromuro dodecílico y fenilciclotetrametileno-  
fosfina. Este último compuesto había sido preparado de -  
acuerdo con el método de Gruttner y Krause, Ber. 49, 438  
(1916). El bromuro fosfónico fue tratado con solución de  
hidróxido sódico como en el ejemplo 1. El producto obteni-  
do presentó el siguiente análisis:

15

Para  $C_{16}H_{33}OP$ :

Calculado: C, 70,50; H, 12,21; P, 11,37%

Observado: C, 70,77; H, 11,98; P, 11,40%

Ejemplo 4

20

Se preparó óxido ciclopentametilenododecilsfosfínico,  $C_{12}H_{25}PO(CH_2)_5$ , de manera similar a la descrita en  
el ejemplo 3, usando como material inicial fenilpentameti-  
lenofosfina (Gruttner y Wiernick, Ber. 48, 1473 (1915). Se  
obtuvo un producto que tenía un punto de fusión de 61°C.

Ejemplo 5

25

Se efectuaron ensayos de detergencia sobre algu-  
nos de los óxidos fosfínicos de esta invención. En este en-  
sayo se comparó la detergencia de los óxidos fosfínicos con  
la del sulfonato dodecilsbencénico, pirofosfato tetrapotá-  
sico y agua mediante un ensayo Terg-O-Tometer. Estos ensa-  
yos implicaron una medición empírica de la cantidad de su-

30



20

1 ciedad retirada de una tela bajo condiciones simuladas de  
lavado. Se colocan en una máquina lavadora en miniatura  
tamaños determinados de tela y se someten a lavado en pre-  
sencia de una cantidad medida de detergente y agua de una  
5 dureza standard. Las telas están uniformemente ensuciadas.  
Con estos experimentos, se lavaron cuatro telas ensuciadas  
de modo estandarizado en 625 ml de soluciones al 0,05%  
de los compuestos seguidamente enumerados. Las telas fueron  
lavadas durante 20 minutos a 120°F (48,8°C) y enjuagadas  
10 en agua clara durante 5 minutos. Se midió la reflectancia  
de las telas lavadas y se comparó con la reflectancia ini-  
cial de las telas ensuciadas. La siguiente tabla I resume  
los resultados de este experimento.

Tabla I

<u>Compuesto</u>	<u>Reflectancia</u>
óxido dimetildodecilfosfínico	68,1
óxido dietildodecilfosfínico	67,1
óxido dimetilhexadecilfosfínico	67,0
sulfonato dodecilbencénico	65,4
20 pirofosfato tetrapotásico	68,2
agua	64,5
tela sucia, reflectancia inicial	59,9

Ejemplo 6

25 Se comparó la detergencia del óxido dimetildode-  
cilfosfínico con la del sulfonato dodecilbencénico, tanto  
solos como en presencia de un reforzador pirofosfato. Se  
siguió el procedimiento de ensayo empleado en el ejemplo  
5. Se lavaron 8 muestras de tela ensuciada en 1.250 ml de  
la solución detergente de ensayo a 120°F (48,8°C) durante  
30 20 minutos y se enjuagaron durante 5 minutos en agua cla-



1 ra. Se empleó agua de una dureza de 180 ppm. Los resultados se resumen en la tabla II.

Tabla II

	<u>Contenido y nivel</u>	<u>Reflectancia</u>
5	óxido dimetildodecilfosfínico, 0,025%	65,3
	óxido dimetildodecilfosfínico, 0,05%	69,2
	sulfonato dodecilbencénico, 0,05%	65,5
	óxido dimetildodecilfosfínico, 0,25% + pirofosfato tetrapotásico, 0,05%	72,4
10	sulfonato dodecilbencénico, 0,025% + pirofosfato tetrapotásico, 0,05%	72,2
	óxido dimetildodecilfosfínico, 0,025% + pirofosfato tetrapotásico, 0,1%	72,9
	sulfonato dodecilbencénico, 0,025% + pirofosfato tetrapotásico, 0,1%	71,7
	pirofosfato tetrapotásico, 0,05%	68,2
15	pirofosfato tetrapotásico, 0,1%	70,0
	agua	64,5
	tela sucia, reflectancia inicial	59,9

Ejemplo 7

20 Se investigó la eficacia de una serie de los óxidos fosfínicos de esta invención como estabilizadores de espumas en la serie de experimentos seguidamente descritos. Se mezclaron 3,5 partes del óxido fosfínico con 96,5 partes de una composición detergente, como se indica en la siguiente fórmula:

	<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje composición en peso</u>
25	tetrapropileno-benceno-sulfonato sódico	18,0
	óxido fosfínico	3,5
	tolueno-sulfonato sódico	2,5
	pirofosfato tetrasódico	25,0
30	tripolifosfato pentasódico	15,0



26

1	silicato sódico	6,0
	carboxi-metil-celulosa sódica	0,5
	agua	7,0
	sulfato sódico e ingredientes diversos	22,5
		<hr/>
		100,0

8

Se emplearon ensayos Terg-O-Tometer, que implican una medición empírica de la cantidad de espuma producida bajo condiciones de lavado simuladas, en la evaluación del efecto estabilizador de la espuma de varios óxidos fosfínicos.

10

Se disolvieron 1,3 g de la anterior mezcla en un litro de agua de una dureza de 50 ppm y se agitó durante 10 minutos a 120°F (48,8°C) con 1,75 g de suciedad de una aspiradora y 12 piezas de tela de algodón de 6,5 x 4,25 pulgadas (16,5 x 10,7 cm). Siguiendo este procedimiento, se observaron las espumas que permanecieron sobre la superficie de la solución de lavado, y se evaluaron de acuerdo con lo siguiente:

Lecturas del Terg-O-Tometer

20	0	sin burbujas
	+	vestigio
	$\frac{1}{2}$	vestigio hasta un 25% de cobertura superficial
	1	25 a 50% de cobertura superficial
	$1\frac{1}{2}$	50 a 100% de cobertura superficial
25	2	cobertura superficial completa.

Los resultados de esta serie de experimentos se indican en la siguiente tabla III.

-----

--

-----

TABLA III

Acción estabilizadora de la espuma de óxidos fosfinicos terciarios de cadena larga

Compuesto	Fórmula	Punto fusión ó punto ebullición	Solubilidad en agua	Lecturas del TerF-O-Tometer
Oxido dimetildodecilfosfinico	$C_{12}H_{25}PO(OH_2)_2$	75°C	Soluble	1½
Oxido dietilododecilfosfinico	$C_{12}H_{25}PO(C_2H_5)_2$	50°C 157°C/0,5 mm	Soluble	1½
Oxido di-isopropilododecilfosfinico	$C_{12}H_{25}PO(iso-C_3H_7)_2$	25°C 176°C/1,5 mm	No soluble	½
Oxido dipropilododecilfosfinico	$C_{12}H_{25}PO(n-C_3H_7)_2$	44°C	No soluble	½
Oxido dibutilododecilfosfinico	$C_{12}H_{25}PO(C_4H_9)_2$	46°C	No soluble	
Oxido dimetildecilfosfinico	$C_{10}H_{21}PO(OH_2)_2$	65°C	Soluble	
Oxido dimetiltetradecilfosfinico	$C_{14}H_{29}PO(OH_2)_2$	76°C	No soluble	1
Oxido dimetil-hexadecilfosfinico	$C_{16}H_{33}PO(OH_2)_2$	77°C	No soluble	1
Control, sistema detergente sin óxido fosfinico				0
Oxido ciclotetrametilenododecilfosfinico	$C_{12}H_{25}PO(OH_2)_4$	48°C	No soluble	1
Oxido ciclopentametilenododecilfosfinico	$C_{12}H_{25}PO(OH_2)_5$	61°C	No soluble	1
Oxido n-dodecilfenildimetilfosfinico	$n-C_{12}H_{25}C_6H_4PO(OH_2)_2$	58°C	No soluble	½

1

5

10

15

20

25

30



Se observó también en el curso de los experimentos que los compuestos dodecíclicos son aceptablemente estables en presencia de blanqueador. Esto fue confirmado por la siguiente serie de experimentos, usando óxidos fosfínicos en composiciones del tipo anteriormente descrito.

<u>Oxido fosfínico</u>	<u>Lecturas del Terg-O-Tometer</u> <u>(Después de 10 minutos)</u>
Oxido dimetildodecilfosfínico sin blanqueador	1½
oxido dimetildodecilfosfínico, blanqueador inicialmente	1
oxido dietildodecilfosfínico, sin blanqueador	1½
oxido dietildodecilfosfínico, blanqueador inicialmente	1½

#### Ejemplo 8

Se comparó una solución que contenía una muestra pura de dodecil-sulfato sódico, sin ningún alcohol laurilo libre, con una solución del mismo dodecilsulfato sódico, conteniendo óxido dimetildodecilfosfínico. Se determinó la estabilidad de las espumas producidas por estas soluciones en presencia de suciedades de acuerdo con el método señalado en el ejemplo 7. La siguiente tabla resume los resultados de estos experimentos.

Tabla IV

<u>Detergente y nivel</u>	<u>Lecturas en el Terg-O-Tometer</u> <u>(Después de 10 minutos)</u>
Dodecil-sulfato sódico, 0,4 g/litro	0
Dodecil-sulfato sódico, 0,4 g/litro + óxido dimetildodecilfosfínico, 40 mg/litro	1
óxido dimetildodecilfosfínico, 40 mg/litro	0

Los anteriores resultados muestran el efecto estabilizador de la espuma por el óxido fosfínico. Se obtu-



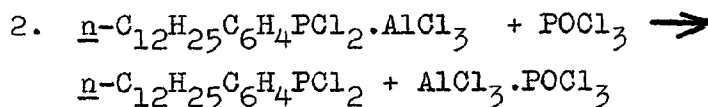
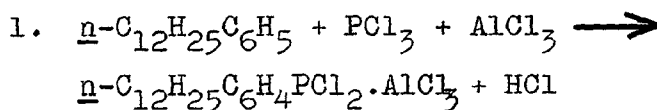
vieron resultados similares en el caso de un sulfonato alquilarilo y una composición detergente que contenía un 8% de un sulfonato alquilarilo y un 8% de un sulfato de sebo, como se muestra en la siguiente tabla.

Tabla V

<u>Detergente y nivel</u>	<u>Lecturas del Terg-O-Tometer (Después de 10 minutos)</u>
Dodecilbenceno-sulfonato sódico 0,4 g/litro	+
Dodecilbenceno-sulfonato sódico 0,4 g/litro + $C_{12}H_{25}PO(CH_3)_2$ , 40 mg/litro	$\frac{1}{2}$
Oxido dimetildodecilfosfínico, 40 mg/litro	0
8% sulfonato alquilarilo + 8% sulfato de sebo	$\frac{1}{2}$
8% sulfonato alquilarilo + 8% sulfato de sebo + 2% óxido dime- tildodecilfosfínico	1

Ejemplo 9

Se preparó óxido n-dodecilfenildimetilfosfínico reaccionando n-dodecilbenceno, cloruro de aluminio, tricloruro de fósforo y oxiclорuro de fósforo, para formar n-dodecilfenildiclorofosfina, como sigue:



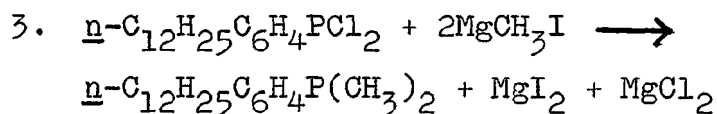
La dodecilfenildiclorofosfina es un nuevo compuesto útil como producto intermedio en la preparación del óxido n-dodecilfenildimetilfosfínico.

La dodecilfenildiclorofosfina se reaccionó luego con un reactivo de Grignard de acuerdo con la siguien-

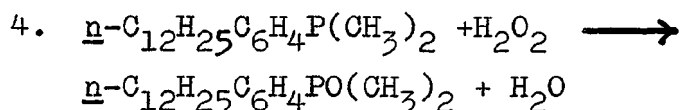


26

te fórmula:



Luego se oxidó la dodecilfenildimetilfosfina con peróxido de hidrógeno para proporcionar el óxido n-dodecilfenildimetilfosfínico, como sigue:



El óxido n-dodecilfenildimetilfosfínico preparado de acuerdo con este método, presentaba el siguiente análisis:

Para  $\text{C}_{20}\text{H}_{35}\text{OP}$ :

Calculado: C, 74,49; H, 10,94; P, 9,60%

Observado: C, 74,04; H, 11,29; P, 9,55%

El óxido n-dodecilfenildimetilfosfínico fue evaluado como reforzador de espumas y resultó ser eficaz. Los resultados de este ensayo se indican en la anterior tabla III.

Los homólogos C8 y C10 de este compuesto, es decir el óxido decilfenildimetilfosfínico,  $\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{C}_6\text{H}_4\text{PO}(\text{CH}_3)_2$  y el óxido octilfenildimetilfosfínico,  $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{C}_6\text{H}_4\text{PO}(\text{CH}_3)_2$ , se prepararon también de acuerdo con el esquema anteriormente expuesto. Estos compuestos resultaron ser útiles como dispersantes de jabones calizos y estabilizadores de la espuma.

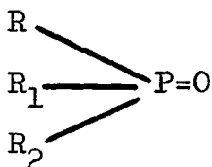
En resumen, la patente de introducción que se solicita recaerá sobre las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de una composición detergente, caracterizado porque un óxido de fosfina



de fórmula general:



en la que R es un radical alquilo que tiene de 10 a 16 átomos de carbono o un radical alquil-arilo, cuya cadena alquílica tiene de 8 a 16 átomos de carbono, y R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> representan, cada uno de ellos, radicales alquilos que tienen de 1 a 4 átomos de carbono o forman conjuntamente con el átomo de fósforo un anillo que contiene fósforo de tipo cicloalifático con 4 a 5 átomos de carbono, es incluido en la composición detergente.

2. Procedimiento de preparación de una composición detergente según la reivindicación 1, caracterizado porque el óxido de fosfina es óxido de dimetildodecilfosfina.

3. Procedimiento de preparación de una composición detergente según la reivindicación 1, caracterizado porque el óxido de fosfina es óxido de dietildodecilfosfina.

4. Procedimiento de preparación de una composición detergente según la reivindicación 1, caracterizado porque el óxido de fosfina es óxido de ciclotetrametileno-dodecilfosfina.

5. Procedimiento de preparación de una composición detergente según la reivindicación 1, caracterizado porque el óxido de fosfina es óxido de ciclopentametilenododecilfosfina.

6. Procedimiento de preparación de una composición detergente según la reivindicación 1, caracterizado



1 porque el óxido de fosfina es óxido de dimetilhexadecilfos-  
fina.

5 7. Procedimiento de preparación de una composi-  
ción detergente según la reivindicación 1, caracterizado  
porque el óxido de fosfina es óxido de dodecilfenildimetil  
fosfina.

10 8. Procedimiento de preparación de una composi-  
ción detergente según la reivindicación 1, caracterizado  
porque el óxido de fosfina es óxido de decilfenildimetil-  
fosfina.

15 9. Procedimiento de preparación de una composi-  
ción detergente según la reivindicación 1, caracterizado  
porque el óxido de fosfina es óxido de octilfenildimetil-  
fosfina.

20 10. Se reivindica por último como objeto sobre  
el que ha de recaer la patente de introducción que se so-  
licita: "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION  
DETERGENTE".

25 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la  
presente memoria descriptiva que consta de diecisiete pá-  
ginas mecanografiadas.

Madrid, 26 de agosto de 1.966

BERNARDO UNGRIA

P.P.

30