



21 DC

332566

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años en España, por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE TERGENTE".

a favor de

UNILEVER N.V.

domiciliado en Museumpark 1 - ROTTERDAM,

HOLANDA.-

PRIORIDAD: de la solicitud de patente estadounidense No. 502.299 del 22 Octubre 1.965.

IG.



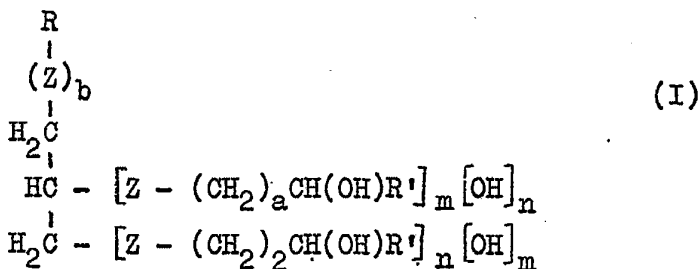
21 OCT.

1 Este invento se refiere a un detergente. Más particularmente, se refiere a un detergente que es un poliol-éter, poliol-poliéter o el análogo con azufre de los mismos.

5 En el pasado, se hacía reaccionar un alcohol de cadena recta o ramificada con óxido de etileno para formar etoxilatos, tal como alcohol n-tetradecílico - 7 moles de óxido de etileno, alcohol dodecílico - 10 moles de óxido de etileno y alcohol tridecílico - 9,5 moles de óxido de etileno. Estos etoxilatos tienen propiedades detergentes.

10 Ahora se ha descubierto que ciertos poliol-éteres y poliol-poliéteres y los tioéteres análogos son agentes superficialmente activos, adecuados para uso como detergentes activos, particularmente en composiciones para el lavado de vajilla; como dispersantes de espumas calizas y como intensificadores de la espuma de otros detergentes activos. Los
15 compuestos de la invención presentan también actividad antimicrobiana, no son tóxicos, son suaves para la piel y completamente biodegradables.

20 Estos nuevos detergentes no iónicos tienen la siguiente estructura genérica:

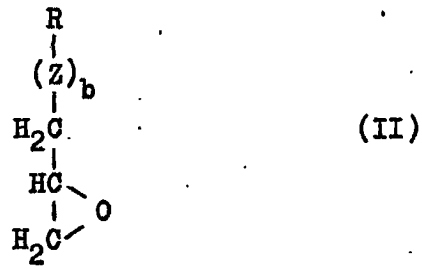


25 donde R es un hidrocarburo alifático de 5 a 12 átomos de carbono; Z es oxígeno, azufre o sulfóxido; a es 1 ó 2; b es 0 ó 1; m es 0 ó 1; n es 0 ó 1; m + n es 1; y R' es H, CH₂OH o CH₃. En la forma utilizada aquí, en esta estructura se
30 incluyen los compuestos isómeros.



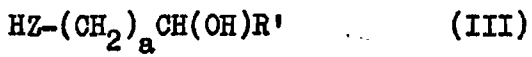
2.00

1 Para preparar los poliol-éteres y poliol-poliésteres y
 sus análogos con azufre anteriormente mencionados puede em-
 5 plearse cualquier método conocido. No obstante el método pre-
 ferido consiste en hacer reaccionar un epóxido de cadena lar-
 ga o un éter glicidílico de cadena larga con un compuesto po-
 lihidroxilado, como etilenglicol o glicerol, en presencia de
 un catalizador ácido, como SnCl₄ o un catalizador básico co-
 mo NaOCH₃. También puede llevarse a cabo la reacción sin ca-
 talizador, pero en tales casos se requieren tiempos de reac-
 10 ción más largos. De acuerdo con este método, los compuestos
 de la invención son los productos de reacción de



15

con



donde R, a, b y R' son los definidos anteriormente y Z es
 20 oxígeno o azufre. Si el producto de reacción es un tioéter,
 puede oxidarse, por ejemplo, con hidroperóxido de tero-butilo
 en metanol, para formar el correspondiente sulfóxido. Tam-
 bién es posible hacer reaccionar un diol de cadena larga o
 un éter monoalquílico de glicerol con un mol de óxido de
 25 etileno. Sin embargo, por este procedimiento se obtiene una
 mezcla de productos que contiene grandes proporciones del
 diol o éter de partida sin reaccionar, junto con algo del
 compuesto mono-etoxilado al que se refiere esta invención y
 algunos compuestos poli-etoxilados como los representados
 30 por la fórmula RCH(OH)CH₂O(CH₂CH₂O)_xH donde x es mayor de 1.



1 Si una de las sustancias reaccionantes es un epóxialca-
no de cadena larga, puede ser obtenido por cualquier método
adecuado. Por ejemplo, se puede oxidar directamente un alque-
no en presencia de un catalizador o hacer reaccionar una
5 clorhidrina con hidróxido sódico. Igualmente, si la sustan-
cia reaccionante es un diol de cadena larga, puede obtenerse
por cualquier método adecuado como oxidación e hidratación
de olefinas e hidrólisis de clorhidrinas.

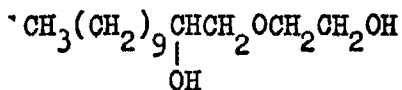
10 Se encuentran comprendidos dentro de la estructura III
citada, entre otros, los siguientes reactivos polihidroxi-
lados de cadena corta:

Reactivos polihidroxi-
lados de cadena cor-
ta (estructura III)

a	R'	Z	Nombre	Estructura	
15	1	H	0	Etilenglicol	HOCH ₂ CH ₂ OH
	1	CH ₂ OH	0	Glicerol	HOCH ₂ CH(OH)CH ₂ OH
	1	CH ₃	0	1,2-propanodiol	HOCH ₂ CH(OH)CH ₃
	1	H	S	2-mercaptoetanol	HSCH ₂ CH ₂ OH
	1	CH ₂ OH	S	3-mercapto-1,2-	
20				propanodiol	HSCH ₂ CH(OH)CH ₂ OH
	1	CH ₃	S	3-mercapto-2-pro-	
				panol	HSCH ₂ CHOHCH ₃
	2	H	0	1,3-propanodiol	HOCH ₂ CH ₂ CH ₂ OH
	2	CH ₂ OH	0	1,2,4-butanotriol	HOCH ₂ CH ₂ CH(OH)CH ₂ OH
25	2	CH ₃	0	1,3-butilenglicol	HOCH ₂ CH ₂ CH(OH)CH ₃
	2	H	S	3-mercapto-1-pro-	
				panol	HSCH ₂ CH ₂ CH ₂ OH
	2	CH ₂ OH	S	4-mercapto-1,2-	
				butanodiol	HSCH ₂ CH ₂ CH(OH)CH ₂ OH
30	2	CH ₃	S	4-mercapto-2-buta-	HSCH ₂ CH ₂ CH(OH)CH ₃
				nol	

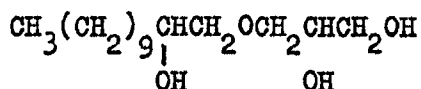


1 Los compuestos preferidos de esta invención comprenden -
entre otros los poliol-éteres, tales como 2-hidroxidodecil -
2'-hidroxietil éter de estructura:



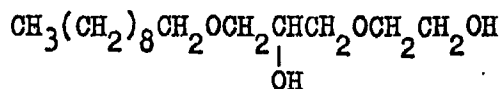
5

y 2-hidroxidodecil - gliceril éter de estructura:



10

y poliol-poliéteres, tal como α -decil- α' -hidroxietil - gli-
ceril - diéter de estructura:



15

Los compuestos del presente invento pueden ser utiliza-
dos por sí solos como detergentes. No obstante, también pue-
den ser utilizados en combinación con otros detergentes.

20

Ejemplos de compuestos detergentes con los cuales pueden mez-
clarse los compuestos de esta invención para formar combina-
ciones superiores son los bien conocidos tipos aniónicos re-
presentados por los agentes orgánicos superficialmente acti-
vos solubles en agua y dispersables en ésta que tienen en la
molécula un grupo hidrófobo de 8 a 22 átomos de carbono y un
grupo sulfato, sulfonato o carboxílico hidrófilo con un ca-
tión que no insolubiliza al compuesto. Para uso de los com-
puestos de esta invención son adecuados, entre otros, los
siguientes detergentes aniónicos:

25

1. Alquilbencenosulfonatos, tal como las sales sódicas y potásicas con una porción alquílica, de cadena recta o ramificada, de unos 9 a 15 átomos de carbono.
2. Alquilsulfatos, tales como las sales de sodio y trieta-
nolamonio de ácido alquilsulfúrico C₁₀-C₂₀, preparado

30



- 1 sulfatando los alcoholes del aceite de coco o del sebo
o sintéticamente.
3. Las sales de metales alcalinos y de amonio de los etoxi-
latos sulfatados de un alcohol de cadena larga y de 3 a
5 moles de óxido de etileno, por ejemplo la sal amónica
de un etoxilato que contiene por término medio 3,1 moles
de óxido de etileno y 1 mol de una mezcla de alcoholes
conocida comercialmente con el nombre de Alfol 1412, com-
puesta por unos 2/3 de n-tetradecanol y alrededor de 1/3
de n-dodecanol.
4. Los compuestos conocidos como "Medialens", que son áci-
dos amidocarboxílicos formados por condensación de áci-
dos grasos de cadena C_8-C_{22} con sarcosina, CH_3NHCH_2COOH .
Generalmente se emplean las sales de metales alcalinos
y de radicales nitrogenados básicos.
5. Alcanosulfonatos, tal como dodecanosulfonato amónico.
6. Alcoxihidroxipropanosulfonatos, tal como los 3-dodecil-
oxi-2-hidroxi-1-propanosulfonatos solubles en agua.
7. Jabones, las sustancias superficialmente activas obteni-
das generalmente por reacción de álcalis cáusticos con
grasas y aceites glicéridos naturales, preparados gene-
ralmente con un alto grado de pureza, y cuya fórmula mo-
lecular genérica es $RCOONa$, donde R es un radical hidro-
carbonado de cadena larga de unos 8 a unos 22 átomos de
carbono.

Los compuestos de la invención son también intensifi-
cadores de la espuma de los detergentes no iónicos. Son ade-
cuados para uso con los compuestos de esta invención, entre
otros, los siguientes detergentes no iónicos.

1. Los "Pluronic", obtenidos por condensación de óxido de



21 Jul.

1 propileno con propilenglicol para formar una base hasta
un peso molecular de 600-2500 aproximadamente, seguido
de condensación de óxido de etileno con esta base en una
5 extensión del 10 % al 90 % aproximadamente, sobre la ba-
se de moles totales. En las patentes estadounidenses nú-
meros 2.674.619 y 2.677.700 se describen compuestos no
iónicos utilizables.

2. Compuestos formados por la polimerización simultánea de
óxido de propileno y óxido de etileno que contienen uni-
10 dades oxipropileno y oxietileno distribuidas al azar. Es-
tos compuestos y otros afines a ellos están descritos en
las patentes estadounidenses números 2.979.528, 3.036.118,
3.022.335, 3.036.130 y 3.048.548.

3. Alquilfenoles de 9 a 12 átomos de carbono en la porción
15 alquílica (recta o ramificada), etoxilados con 4-10 mo-
les de óxido de etileno.

4. Etoxilatos de alcoholes grasos de 8 a 18 átomos de carbo-
no por molécula que contienen de 5 a 30 moles de oxieti-
leno.

20 Los compuestos de esta invención, pueden interactuar
sinérgicamente con todas las sustancias aniónicas productoras
de espuma y sustancias no iónicas superficialmente activas
para dar mezclas con propiedades mejores de lo que podía es-
perarse basándose en las propiedades de los componentes in-
25 dividuales de la mezcla. Con los no-jabones, la acción siner-
gética puede manifestarse en la producción de espuma o en la
estabilidad. Con los jabones, la acción sinérgica puede ma-
nifestarse en forma de reducción de formación de natas calcá-
reas.

30 Por lo tanto, de acuerdo con esta invención, se han



21 000

1 - obtenido nuevos compuestos. Los compuestos de esta invención
tienen ciertas características notables. Por ejemplo, son
sorprendentes las propiedades sinérgicas de producción de
espumas de estos compuestos con otros detergentes y agentes
5 espumadores. Las propiedades antimicrobianas de los compues-
tos son también sorprendentes. Además, los compuestos de la
invención son agentes superficialmente activos no iónicos
con características de formación de espuma superiores a las
de los conocidos detergentes aniónicos y no iónicos. Eviden-
10 temente es sorprendente e inesperada la posibilidad de formu-
lar un detergente a base de los materiales no iónicos de la
invención que posea superiores características de formación
de espuma o de limpieza de la vajilla, con propiedades germi-
cidas inherentes y que al mismo tiempo sea biodegradable por
15 las bacterias de las aguas residuales o naturales.

EJEMPLO I

Se prepara el compuesto 2-hidroxiálquil(C₁₁₋₁₅) - gli-
ceril éter añadiendo gota a gota con agitación, a lo largo
de un período de 30 minutos, a 120-137°C, 286 g (1,3 moles)
20 de 1,2-epoxialcano(C₁₁₋₁₅) (pureza 89 %) sobre 2401 g (26
moles) de glicerol conteniendo 2,3 g de cloruro estánnico. La
calefacción se prosigue durante 1 hora. Se separa la capa su-
perior y se añaden otros 286 g de epóxido sobre la capa infe-
rior de glicerol a 133-138°C y se continúa calentando duran-
25 te 1 hora. La capa que contiene el primer producto se devuel-
ve entonces a la vasija y ambas capas combinadas se neutra-
lizan con 5 g de carbonato sódico. A continuación se separan
las dos capas y se eliminan destilando a 0,9 mm el epóxido
sin reaccionar y el exceso de glicerol de la capa olefínica
30 superior. Por destilación molecular de los 691 g residuales



1 - se obtienen 488 g (1,67 moles) de producto destilado.

5 Se prepara el compuesto 2-hidroxidodecil - 2'-hidroxi-
etil éter en la forma siguiente. Se agita a 135-150°C una
solución de 1 ml de cloruro estánnico en 434 g (7,0 moles)
de etilenglicol mientras se añaden gota a gota, a lo largo
de un período de 30 minutos, 129 g (0,63 moles; pureza 90 %)
de 1,2-epoxidodecano. La solución se mantiene a unos 140°C
durante 1 hora más, después de lo cual se agrega una solución
10 de 8 g de carbonato sódico en 32 g de agua para neutralizar
el catalizador. El exceso de etilenglicol se separa del pro-
ducto de reacción (calentado a 109°C a 16 mm). El producto
crudo residual se filtra y se destila a continuación a pre-
sión reducida.

15 Se determina la detergencia de estos dos compuestos y
de un compuesto de la técnica anterior mediante el ensayo de
detergencia Terg-O-Tometer. Este ensayo da una medida empíri-
ca de la cantidad de suciedad quitada del tejido en condicio-
nes de lavado simuladas. Se colocan unos trozos de tejido de
algodón de determinado tamaño, manchados en forma normaliza-
20 da con una suciedad reglamentaria, a saber, polvo de aspira-
dor, en una máquina lavadora miniatura y se lavan en presen-
cia de una cantidad medida de detergente y agua de una dure-
za fija. En el Journal of the American Oil Chemists' Society
Vol. 27, páginas 153-159, Mayo 1950, se describe un aparato
25 Terg-O-Tometer. Después de enjuagar y secar, se mide la
reflectancia de los tejidos y se compara con la de los teji-
dos sucios antes de su lavado.

30 La Tabla I indica los resultados de los ensayos en el
Terg-O-Tometer. Las unidades de detergencia se determinaron
registrando las diferencias entre los valores de la reflec-



1 -tancia para los tejidos lavados y sucios.

TABLA I

<u>Compuesto (a)</u>	<u>Unidades de detergencia</u>
2-hidroxiálquil(C ₁₁₋₁₅) - gliceril éter	8,5
2-hidroxidodecil - 2'-hidroxietil éter	8,2
Alquil(C ₁₂₋₁₅)bencenosulfonato só-dico mixto (b)	6,9

5 2-hidroxiálquil(C₁₁₋₁₅) - gliceril éter

8,5

2-hidroxidodecil - 2'-hidroxietil

éter

8,2

Alquil(C₁₂₋₁₅)bencenosulfonato só-

dico mixto (b)

6,9

10 (a) 0,025 % del compuesto y 0,05 % de pirofosfato tetrapotásico (PFTK)

(b) Derivado de tetrapropileno y pentapropileno.

Este ejemplo demuestra que los compuestos de esta invención en formulaciones preparadas tienen una detergencia superior a la del compuesto de la técnica anterior ampliamente utilizado en formulaciones de detergentes de uso doméstico.

15

EJEMPLO II

Se prepara el compuesto 2-hidroxidodecilalquil - gliceril éter añadiendo gota a gota con agitación, a lo largo de un período de 50 minutos, a 125°C, 160 g (0,87 moles) de 1,2-epoxialcano(C₁₁₋₁₅) sobre 400 g (4,35 moles) de glicerol (sintético, pureza 99,5 %) conteniendo 1,7 g de cloruro estánnico. Poco después de haber comenzado la adición, la solución se enturbia y a continuación se separan dos fases. Se agite la solución durante 2 horas más y después se neutraliza el catalizador mediante adición de 4 g de bicarbonato só-dico en 200 ml de agua, recogién-dose el producto en agua y éter. La capa etérea se lava y se seca y se separa el disolvente de la misma, destilando a vacío después.

20

25

30

Las propiedades de limpieza de la vajilla de este com-



1 puesto y del compuesto 2-hidroxidodecil - 2'-hidroxietil
 éter del Ejemplo I se comparan con la de tres compuestos de
 la técnica anterior determinando el número de platos lava-
 dos con 1,5 g de cada uno de ellos en 6 cuartillos america-
 5 nos (algo menos de 6 litros) de agua de 120 ppm a 47°C. Los
 resultados se dan en la Tabla II.

TABLA II

<u>Compuesto</u>	<u>Nº de platos lavados</u>
2-hidroxidodecil - glicaril éter	31
10 2-hidroxidodecil - 2'-hidroxietil éter	28
Dodecilfenol - 10 óxido de etileno (a)	5
Dodecilbencenosulfonato sódico (b)	17
Laurilsulfato sódico	5

15 (a) la cadena dodecánica deriva de propileno tetrámero; la
 cadena de óxido de etileno tiene por término medio 10
 unidades;

(b) la cadena dodecánica deriva de propileno tetrámero.

Resulta evidente de este ejemplo que los productos de
 reacción del 1,2-epóxidodecano tienen propiedades de limpie-
 20 za de la vajilla muy superiores a la de los detergentes nor-
 males ampliamente utilizados.

EJEMPLO III

Se preparan 2 éteres de etilenglicol en la forma des-
 crita en el Ejemplo I empleando los 1,2-epoxialcanos apropia-
 25 dos. Las propiedades de limpieza de la vajilla de los dos
 éteres se compararon determinando, como en el Ejemplo II, el
 número de platos lavados con 1,8 g de cada uno de ellos re-
 forzados con 0,49 g de monoetanolamida de coco (MEAC). Los
 resultados se dan en la Tabla III.

30



1

TABLA III

<u>Compuesto</u>	<u>Nº de platos lavados</u>
2-hidroxicil - 2'-hidroxietil éter	25
2-hidroxicidodecil - 2'-hidroxietil éter	33

5

Este ejemplo demuestra que los compuestos de la invención tienen excelentes propiedades de limpieza de vajilla.

EJEMPLO IV

10

Se miden las propiedades de limpieza de vajilla del éter etilenglicólico del Ejemplo I con intensificador (Formulación A) y sin intensificador (Formulación B) determinando el número de piezas lavadas con 6 g de cada formulación en 6 cuartillos (algo menos de 6 litros) de agua de 120 ppm a 116°F (46,5°C). Los resultados se dan en la Tabla IV.

TABLA IV

15

<u>Ingredientes</u>	<u>Formulación (partes en peso)</u>	
	<u>A</u>	<u>B</u>
2-hidroxicidodecil - 2'-hidroxietil éter	30	30
Monoetanolamida de coco	-	8
<u>Número de piezas lavadas</u>	32	41

20

En este ejemplo se pone de manifiesto que los compuestos objeto de esta invención tienen excelentes propiedades de lavado de vajilla solos o en combinación con un intensificador.

EJEMPLO V

25

Se prepara el compuesto α -decil- α' -hidroxietil - glicil diéter añadiendo 35 g (0,16 moles) de decil - glicidil éter sobre 40 g (0,65 moles) de etilenglicol conteniendo 0,2 ml de cloruro estánnico, a 125°C, a lo largo de 0,5 horas. La solución se agita durante 1 hora más a 135°C. Se añade carbonato sódico para destruir el catalizador, se se-

30

27 OCT.



1 -para el exceso de glicol y se destila el residuo.

5 Se prepara el éter etilenglicólico del Ejemplo I y también un éter etilenglicólico similar con la diferencia de que una de las sustancias reaccionantes es un 1,2-epoxialcano(C₁₁₋₁₅).

10 Se prueban estos tres compuestos como intensificadores de la espuma de otros detergentes activos indicados en la Tabla V. El número de piezas de vajilla lavadas por cada una de las diversas formulaciones se determina en la forma descrita en el Ejemplo IV. Los resultados se indican en la Tabla V.

15 En esta tabla se pone de manifiesto que los compuestos de esta invención son buenos intensificadores de la espuma y tienen un efecto sinérgico. Esto queda demostrado por las 35 piezas lavadas con la Formulación D mientras que con las Formulaciones A y B se lavan en total 31 piezas, por las 32 piezas lavadas con la Formulación E mientras que con las Formulaciones A y C se lavan en total 26 piezas, por las 42 piezas lavadas con la Formulación I mientras que con las Formulaciones F y G se lavan en total 36 piezas, por las 45 piezas lavadas con la Formulación J mientras que con las Formulaciones F y H se lavan en total 31 piezas y por las 39 piezas lavadas con la Formulación M mientras que con las Formulaciones K y L se lavan en total 27 piezas. También se probaron unos controles duplicados formados por un detergente líquido comercial para el lavado de vajilla, lavándose con los dos controles 33 y 36 piezas.

30

21 OCT 1983




TABLA V

		Formulación (partes en peso)						
<u>Ingredientes</u>		<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>
1	Alfol 1412-3.1 EO-sulfato amónico (a)	30	-	-	30	30	-	-
5	Alquilsulfonato lineal (b)	-	-	-	-	-	30	-
	Laurilsulfato sódico (c)	-	-	-	-	-	-	-
	2-hidroxi alquil(C ₁₁₋₁₅) - 2'-hidroxietil éter	-	9	-	9	-	-	9
10	2-hidroxidodecil - 2'-hidroxietil éter	-	-	-	-	-	-	-
	-decil- ' -hidroxietil - gliceril diéter	-	-	9	-	9	-	-
	<u>Número de piezas lavadas</u>	23	8	3	35	32	28	8
<u>Ingredientes</u>		<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>	<u>L</u>	<u>M</u>	
15	Alfol 1412-3.1 EO-sulfato amónico (a)	-	-	-	-	-	-	-
	Alquilsulfonato lineal (b)	-	30	30	-	-	-	-
	Laurilsulfato sódico (c)	-	-	-	30	-	30	-
	2-hidroxi alquil(C ₁₁₋₁₅) - 2'-hidroxietil éter	-	9	-	-	-	-	-
20	2-hidroxidodecil - 2'-hidroxietil éter	-	-	-	-	9	9	-
	-decil- ' -hidroxietil - gliceril diéter	9	-	9	-	-	-	-
	<u>Número de piezas lavadas</u>	3	42	45	17	10	39	

- 25 (a) Sal amónica de un producto de reacción sulfatado de 3,1 moles de óxido de etileno y 1 mol de una mezcla de alcoholes primarios de cadena larga de los cuales unos 2/3 tienen 14 átomos de carbono y alrededor de 1/3 tienen 12 átomos de carbono en la cadena hidrocarbonada.
- (b) Alquibencenosulfonato sódico cuya porción alquímica es un hidrocarburo lineal, compuesto por una mezcla de cadenas de unos 11 a unos 14 átomos de carbono (IAS).
- (c) Sal sódica de alcoholes primarios sulfatados derivados del aceite de coco.

30



1

EJEMPLO VI

Se prepara la Formulaci3n A constituida por los siguientes ingredientes:

TABLA VI

5	<u>Ingredientes</u>	<u>%</u>
	Laurilsulfato am3nico	13,2
	2-hidroxi alquil(C ₁₁₋₁₅) - 2'-hidroxietil 3ter	4,0
	Isopropanolamida del 3cido oleico	1,0
	Perfume	0,7
10	Agua (hasta el 100 %)	

15

La Formulaci3n A resulta ser un buen champ3. La formaci3n de espuma, facilidad de peinado del cabello seco y h3medo y acondicionamiento del cabello son semejantes a los de una formulaci3n normal para champ3 con los mismos ingredientes que la Formulaci3n A excepto que el 3ter es sustituido por dietanolamida del 3cido c3prico.

EJEMPLO VII

Se determinaron las propiedades dispersantes de la nata formada por el jab3n y cal de los siguientes compuestos:

20	<u>Compuesto</u>	<u>Estructura</u>
	A	$C_{12}H_{25}-\underset{\text{OH}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{OCH}_2\underset{\text{OH}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{OH}$
	B	$C_{10}H_{21}-\underset{\text{OH}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{OCH}_2\underset{\text{OH}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{OH}$
25	C	$C_{12}H_{25}-\underset{\text{OH}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{OCH}_2\underset{\text{OH}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{OH}$
	D	$C_{12}H_{25}-\underset{\text{OH}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{OCH}_2\underset{\text{OH}}{\text{CH}}\text{CH}_2\underset{\text{OH}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{OH}$
30	Control	$C_{12}H_{25}\text{OCH}_2\underset{\text{OH}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{OH}$



1 - Se preparan los compuestos A, B, C y D en la misma forma que los éteres del Ejemplo I con la diferencia de que se emplea el reactivo 1,2-epoxialcano apropiado y el glicol o glicérol adecuados.

5 El ensayo de dispersión de la nata de jabón y cal consiste en agitar 35 cc de una solución al 1 % (jabón más agente) a 45°C, durante 1 minuto, en un mezclador Waring a 8500 r.p.m. Al cabo de 30 segundos se amortigua la espuma con 750 cc de agua de 180 ppm (2 Ca - 1 Mg) a 40°C. A continuación se agita la mezcla durante 90 segundos con un agitador mecánico después de lo cual se clasifica el sistema en relación con la espuma. Finalmente se filtra por un paño negro y se lee la reflectancia en un reflectómetro Hunter.

10 Las propiedades de cada uno de los compuestos anteriores se dan en la Tabla VII.

TABLA VII

Compuesto	% de compuesto (a)	Espuma (d)	Aumento de reflectancia (e)
A	20	4,0 (b)	0,7 (c)
A	15	2,5	0,7
20 B	20	2,5	1,1
C	20	4,0	1,3
D	20	2,5	0,7
Control	20	4,0	3,7

25 (a) % de compuesto = gramos de compuesto / (gramos de compuesto + gramos de jabón) x 100; concentración de (compuesto + jabón) = 1 %; el jabón es un jabón sódico de coco y sebo 20:80 en forma de escamas con el 87 % de jabón y el 13 % de agua.

(b) clasificaciones: 0 - escasa; 2 - regular; 4 - buena.

30 (c) clasificaciones: ≤ 1,5 buena.



- 1 (d) observación y clasificación visual.
- (e) diferencia entre las lecturas en el reflectómetro para el tejido lavado y sin lavar. Cuanto menor sea la diferencia mayor es la eficacia del agente.

5 Este ejemplo demuestra que los compuestos de la invención son eficaces dispersantes de las natas de jabón y cal.

EJEMPLO VIII

10 La actividad germicida de los compuestos de esta invención se determina por el método de placa gradiente por bandas.

15 El método de placa gradiente por bandas es una modificación del método de placa gradiente de Szybalski, Science 116: 46-48 (1952), para la determinación de los valores de la Concentración Efectiva Mínima (CEM) germicida. Este método emplea bandas de varios organismos por placa.

20 Como demuestra la Tabla VIII, que contiene los resultados de las determinaciones, algunos compuestos de la invención presentan una actividad antimicrobiana sorprendentemente elevada y son superiores al jabón, a un detergente sintético comúnmente utilizado, a un conocido agente antifúngico y a un conocido germicida contra diversos microorganismos.

25

30



TABLA VIII

ACTIVIDAD GERMICIDA POR EL METODO DE PLACA GRADIENTE POR BANDAS

Compuesto	Concentración Efectiva Mínima (CEM) en ppm	
	C.albicans (levadura)	Chaet. globosum (moho)

Ensayo A		
2-hidroxidodecil gliceril éter	42	28
Jabón	5100	200
Syndet (a)	2300	335
Triacetina	25000	3550

Compuesto	S.au-reus	M.can-didus	Str.fae-calix	Cand.al-bicans	E.Coli	Sal.Cholo-raesuis
-----------	-----------	-------------	---------------	----------------	--------	-------------------

Ensayo B						
2-hidroxidodecil gliceril éter	37,4	66,5	30,0	25,6	100	100
Triclorocarbanilida (TCC)	0,15	100	100	100	100	100

Compuesto	C.albicans	A.niger
-----------	------------	---------

2-hidroxidodecil - 2'-hidroxi-etil éter	38	36
-decil- '-hidroxi-etil - glicericil diéter	100	72
2-hidroxidodecil - gliceril-éter	52	56

(a) Detergente comercial a base de polipropileno (C₁₂₋₁₅) bence-nosulfonato sódico mixto.

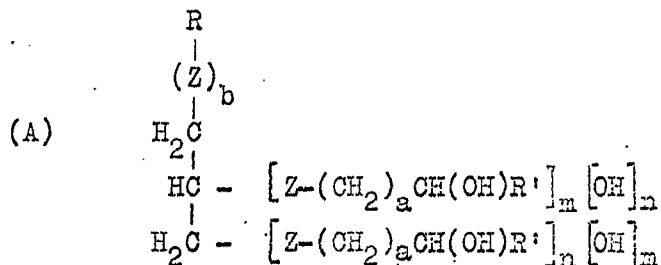
En resumen, la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las siguientes:

1
5
10
15
20
25
30

21 OCT 1952

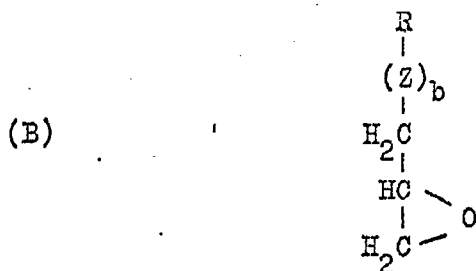
REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparaci3n de una composici3n detergente, caracterizado por incluir en dicha composici3n 1 o m1s compuestos de estructura A:

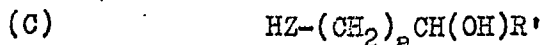


donde R es un radical hidrocarbonado alif1tico de 5 a 12 1tomos de carbono; Z es ox3geno, azufre o sulf3xido; a es 1 3 2; b es 0 3 1; m es 0 3 1; n es 0 3 1; m + n es 1; y R' es H, CH2OH o CH3.

2. Un procedimiento seg3n la Reivindicaci3n 1 caracterizado porque el compuesto de estructura A es un producto de reacci3n de un ep3xido de estructura B:



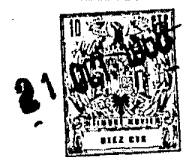
con un compuesto polihidroxiado de estructura C:



donde R es un radical hidrocarbonado alif1tico de 5 a 12 1tomos de carbono; Z es ox3geno o azufre; a es 1 3 2; b es 0 3 1; y R' es H, CH2OH o CH3.

3. Se reivindica por 3ltimo como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invenci3n que se solicita "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DETERGENTE".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre-



1 sente Memoria descriptiva que consta de veinte páginas meca-
nografiadas.

Madrid, 21 Octubre 1.966

5

BERNARDO UNGRIA
p.p.