

373687



P.- 43.358
U.S. Ser N^os.
780.172 y
780.276

REGISTRACION DE MARCA
CLASIFICACION C-11
D

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

A nombre de COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

entidad norteamericana

con domicilio en 300 Park Avenue, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR NUEVOS COMPUESTOS DETERGENTES"

(Clase Internacional C11d)



La presente invención se refiere a composiciones nuevas que poseen propiedades singulares de espumado y detergencia además de la facultad de suavizar telas, a métodos para preparar las mismas y a compuestos intermedios nuevos útiles en su preparación, y a composiciones detergentes que comprenden las mismas. Más particularmente, la presente invención se refiere a tales compuestos nuevos del tipo de hidroxí-éter-sulfonato (incluyendo tioéter), y a composiciones detergentes que comprenden los mismos.

A pesar de que en los años recientes se han desarrollado materiales detergentes sobresalientes y varios agentes suavizadores sobresalientes, aún ha sido necesario proveer materiales independientes para llevar a cabo estas dos funciones. Por lo tanto, hasta la presente invención no se había descubierto ningún material detergente exitoso que poseyera facultad suavizadora.

Los más exitosos detergentes desarrollados en años recientes son alquil lineales-bencenosulfonatos. Mientras que tales materiales poseen excelentes características de espumado y detergencia, tales materiales poseen muy poca o ninguna capacidad suavizadora.

Los suavizadores más efectivos que se han desarrollado en los años recientes son los agentes suavizadores de tejidos de amonio cuaternario. Mientras que estos agentes catiónicos son extremadamente efectivos en suavizar los tejidos textiles, se ha notado que debido a su naturaleza catiónica tales aditivos para suavizar los tejidos no pueden ser empleados en unión con detergentes aniónicos convencionales, por ejemplo, sulfonatos, y por lo tanto, deben ser añadidos al agua de lavar durante la ope-

373687



5 ración de ciclo de aclarado. Esto es debido al hecho de que los suavizadores de tejido catiónicos de amonio cuaternario y los detergentes aniónicos se acomplejan y precipitan afectando por lo tanto adversamente la funcionalidad de cada uno de los materiales.

10 Ha sido durante mucho tiempo la aspiración de la industria de detergentes proporcionar un solo compuesto que posea las características de espumado y detergencia de los detergentes convencionales y que posea además la singular facultad de suavizar los tejidos. Tal compuesto único que por sí solo posea tanto la facultad de detergencia como de suavizador de tejido eliminaría, desde luego, las desventajas de emplear dos materiales separados y, además, eliminaría por completo las desventajas asociadas con la incompatibilidad de los detergentes aniónicos convencionales y los suavizadores catiónicos de tejidos.

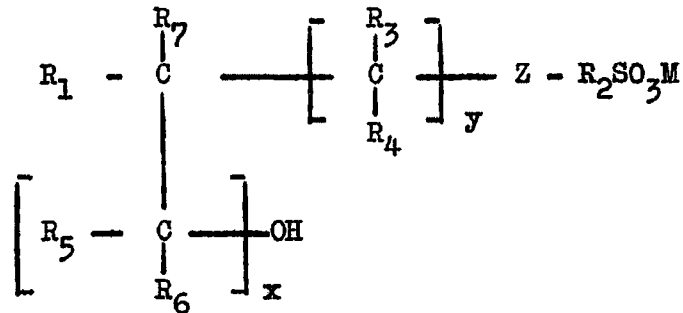
15 De acuerdo con la presente invención, se ha descubierto ahora que ciertos hidroxí-éster-sulfonatos poseen características de detergencia substancialmente equivalentes a, o mejores que, las de los detergentes convencionales aniónicos ahora empleados en las composiciones detergentes y, además, poseen una facultad de suavizadores de tejido substancialmente equivalente a los suavizadores de tejido catiónicos de amonio cuaternario ahora empleados convencionalmente en el ciclo de aclarado de una operación de lavado. Tales composiciones pueden ser producidas tanto en forma de una composición líquida detergente homogénea de una sola fase o pueden ser convenientemente preparadas en forma de barras, escamas, o en forma de composiciones granulares o de gránulos prensados.

11.9.70



Las composiciones nuevas de la presente invención que poseen singularmente características sobresalientes de espumado y detergencia además de la facultad de suavizar las telas corresponden a la fórmula general:

5



10

en donde:

(1) R_1 es un grupo alcohol superior recto o ramificado de C_6 a C_{30} , y preferiblemente C_{10} a C_{22} ;

(2) R_2 es un grupo alifático recto o ramificado de C_3 a C_{12} , y preferiblemente C_3 a C_6 ;

(3) R_3 a R_7 son, independientemente, hidrógeno o alcohol recto o ramificado de C_1 a C_{10} , y preferiblemente hidrógeno o alcohol inferior de C_1 a C_4 ;

(4) Z es oxígeno (-O-) o azufre (-S-);

(5) x é y tienen los valores 0 ó 1 y $x + y = 1$;

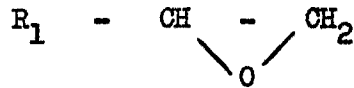
y

(6) M es un catión tal como hidrógeno, metal alcalino, amonio, amonio substituído o amina y preferiblemente un grupo que forme sal solubilizante en agua.

Mientras que las sales sódicas de los hidroxiéter sulfonatos de la presente invención son las preferidas, es desde luego posible el emplear ventajosamente otros metales alcalinos tales como potasio o litio. Además, sales de amonio y amino, por ejemplos sales de trialcanolamina tales como trietanolamina pueden ser ventajosamente empleadas con resultados excepcionales.



Los nuevos hidroxí-éter-sulfonatos de la presente invención pueden ser preparados haciendo reaccionar un epoxi-alcano con un alcohol alifático no saturado con la subsiguiente sulfonación del producto de reacción. Los reactivos de epoxi-alcano que son útiles en la preparación de los hidroxí-éter-sulfonatos de la presente invención pueden ser cualquier epoxi-alcano que tenga la estructura:



en donde R_1 es como se definió arriba. Como se ha notado arriba, R_1 comprende un radical alcoholo de cadena recta o ramificada de desde alrededor de 6 a alrededor de 30 átomos de carbono. Ejemplos ilustrativos de algunos de los radicales de alquilo apropiados incluyen:

- 15 n-hexilo
- iso-hexilo
- n-heptilo
- iso-heptilo
- n-octilo
- 20 iso-octilo
- n-nonilo
- iso-nonilo
- n-decilo
- n-dodecilo
- 25 terc-dodecilo
- 2-propilheptilo
- 5-etilnonilo
- 2-butiloctilo
- n-undecilo
- 30 n-tridecilo

373687



- n-tetradecilo
- n-pentadecilo
- ter-octadecilo
- 2,6,8-trimetilnonilo
- 5 7-etil-2-metil-4-undecilo
- n-hexadecilo
- n-octadecilo
- eicosilo
- docosilo
- 10 tricosilo
- pentacosilo
- triacontilo, etc.

Los radicales alcohilo también pueden incluir radicales alcohilo no saturados tales como hexenilo, oleilo, dodecenilo, hexadecenilo, y similares.

Ejemplos ilustrativos de algunos epoxi-alcanos los cuales pueden ser empleados como reactivos en el procedimiento de la presente invención para producir los nuevos hidroxí-éter-sulfonatos de la presente invención incluyen:

- 20 1,2-epoxihexano
- 1,2-epoxioctano
- 1,2-epoxidecano
- 1,2-epoxiundecano
- 1,2-epoxidodecano
- 25 1,2-epoxitridecano
- 1,2-epoxitetradecano
- 1,2-epoxipentadecano
- 1,2-epoxihexadecano
- 1,2-epoxioctadecano
- 30 7-etil-2-metil-1,2-epoxiundecano

373687



- 2,6,8-trimetil-1,2-epoxinonano
- 1,1,2-trimetil-1,2-epoxi-decano
- 1,1-dimetil-2-etil-1,2-epoxi-decano
- 1-metil-1,2-dietil-1,2-epoxi-tetradecano
- 1,1-dimetil-epoxi-undecano
- 1,1-dietil-epoxi-decano
- 1,1-diisopropil-epoxi-octano, etc.

5

Hidroxi-éter-sulfonatos ejemplares de acuerdo con la presente invención incluyen:

10

(A) Oxa derivados

(1) en donde $y = 1$ y $x = 0$

- 6-hidroxi-4-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 6-hidroxi-4-oxaoctadecil-sulfonato sódico
- 6-hidroxi-4-oxaeicosil-sulfonato sódico
- 6-hidroxi-4-oxauncosil-sulfonato sódico
- 6-hidroxi-4-oxadocosil-sulfonato sódico
- 6-hidroxi-8-metil-12-etil-4-oxapentadecil-sulfonato sódico

15

- 6-hidroxi-7,7-dimetil-4-oxahexadecil-sulfonato sódico

20

- 6-hidroxi-4-oxatetracosil-sulfonato sódico
- 6-hidroxi-4-oxahexadecil-sulfonato potásico
- 6-hidroxi-4-oxanonadecil-sulfonato potásico
- 6-hidroxi-4-oxaeicosil-sulfonato potásico
- 6-hidroxi-8-metil-12-etil-4-oxa-pentadecil-sulfonato

25

- potásico
- 6-hidroxi-4-oxatetracosilsulfonato potásico
- 6-hidroxi-4-oxahexadecil-sulfonato de litio
- 6-hidroxi-4-oxaoctadecil-sulfonato de litio
- 6-hidroxi-4-oxahexadecil-sulfonato amónico

30

- 6-hidroxi-4-oxaeicosil-sulfonato amónico

11.9.70



- 6-hidroxi-8-metil-12-etil-4-oxapentadecil-sulfonato de amonio
- sal de trietanolamina de ácido 6-hidroxi-4-oxa-hexadecil-sulfónico
- 5 sal de trietanolamina de ácido 6-hidroxi-4-oxa-eicosil-sulfónico
- sal de trietanolamina de ácido 6-hidroxi-7,7-dimetil-4-oxahexadecilsulfónico
- 8-hidroxi-6-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 10 8-hidroxi-6-oxaoctadecil-sulfonato sódico
- 8-hidroxi-6-oxadocosil-sulfonato sódico
- 8-hidroxi-8-metil-12-etil-6-oxapentadecil-sulfonato sódico
- 8-hidroxi-11, 11-dimetil-6-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 15 co
- 8-hidroxi-6-oxahexadecil-sulfonato potásico
- 8-hidroxi-6-oxanonadecil-sulfonato potásico
- 8-hidroxi-6-oxadocosil-sulfonato potásico
- 8-hidroxi-11,11-dimetil-6-oxahexadecil-sulfonato potásico
- 20 sico
- 8-hidroxi-6-oxahexadecil-sulfonato de litio
- 8-hidroxi-6-oxadocesil-sulfonato de litio
- 8-hidroxi-6-oxahexadecil-sulfonato amónico
- 8-hidroxi-6-oxaheptadecil-sulfonato amónico
- 25 8-hidroxi-8-metil-12-etil-6-oxapentadecil-sulfonato amónico
- sal de trietanolamina de ácido 8-hidroxi-6-oxahexadecilsulfónico
- sal de trietanolamina de ácido 8-hidroxi-6-oxaheptadecilsulfónico
- 30

373687



sal de trietanolamina de ácido 8-hidroxi-9,9-dimetil-
6-oxahexadecilsulfónico

- 5 7-hidroxi-5-oxahexadecil-sulfonato sódico
7-hidroxi-5-oxaocetadecil-sulfonato sódico
7-hidroxi-5-oxadocosil-sulfonato sódico
7-hidroxi-9,9-dimetil-5-oxahexadecil-sulfonato sódico
7-hidroxi-5-oxahexadecil-sulfonato potásico
7-hidroxi-5-oxadocosil-sulfonato potásico
7-hidroxi-9,9-dimetil-5-oxahexadecil-sulfonato potási-
10 co

7-hidroxi-5-oxahexadecil-sulfonato de litio
7-hidroxi-5-oxahexadecil-sulfonato amónico
sal de trietanolamina de ácido 7-hidroxi-7,7-dimetil-
5-oxahexadecilsulfónico

- 15 10-hidroxi-8-oxahexadecil-sulfonato sódico
10-hidroxi-7,7-dimetil-8-oxahexadecil-sulfonato sódico
10-hidroxi-8-oxaocetadecil-sulfonato potásico
10-hidroxi-7,7-dimetil-8-oxahexadecil-sulfonato potási-
co

- 20 10-hidroxi-8-oxahexadecil-sulfonato de litio
10-hidroxi-8-oxahexadecil-sulfonato amónico
11-hidroxi-9-oxahexadecil-sulfonato sódico
11-hidroxi-9-oxaocetadecil-sulfonato potásico
11-hidroxi-9-oxahexadecil-sulfonato de litio
25 11-hidroxi-9-oxahexadecil-sulfonato amónico
12-hidroxi-10-oxaeicosil-sulfonato sódico
12-hidroxi-10-oxaocetadecil-sulfonato potásico
15-hidroxi-13-oxahexadecil-sulfonato sódico
15-hidroxi-7,7-dimetil-13-oxahexadecil-sulfonato sódici-
30 co

11.9.70

- 9 -

373687



- 15-hidroxi-13-oxaoctadecil-sulfonato potásico
15-hidroxi-13-oxahexadecil-sulfonato de litio
15-hidroxi-8-metil-12-etil-13-oxapentadecil-sulfonato
amónico
- 5 (2) en donde $y = 0$ y $x = 1$
5-hidroxi-4-oxahexadecil-sulfonato sódico
5-hidroxi-4-oxaoctadecil-sulfonato potásico
5-hidroxi-8-metil-12-etil-4-oxapentadecil-sulfona
to amónico
- 10 6-hidroxi-5-oxahexadecil-sulfonato sódico
6-hidroxi-7,7-dimetil-5-oxahexadecil-sulfonato
sódico
6-hidroxi-5-oxaoctadecil-sulfonato potásico
sal de trietanolamina de ácido 6-hidroxi-7,7-di-
metil-5-oxahexadecilsulfónico
- 15 7-hidroxi-6-oxahexadecil-sulfonato sódico
7-hidroxi-6-oxadocosil-sulfonato potásico
7-hidroxi-6-oxahexadecil-sulfonato de litio
sal de trietanolamina de ácido 7-hidroxi-9,9-di-
metil-6-oxahexadecilsulfónico
- 20 8-hidroxi-7-oxaeicosil-sulfonato sódico
8-hidroxi-7-oxaoctadecil-sulfonato potásico
8-hidroxi-7-oxahexadecil-sulfonato de litio
9-hidroxi-8-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 25 9-hidroxi-8-oxaoctadecil-sulfonato potásico
10-hidroxi-9-oxahexadecil-sulfonato sódico
10-hidroxi-9-oxaoctadecil-sulfonato potásico
10-hidroxi-9-oxahexadecil-sulfonato de litio
11-hidroxi-10-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 30 11-hidroxi-10-oxahexadecil-sulfonato de litio



- 11-hidroxi metil-10-oxahexadecil-sulfonato amónico
5-metil,5-(hidroximetil)-4-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 5 5-metil,5-(hidroximetilo)-4-oxaeicosil-sulfonato sódico
5-metil,5-(hidroximetil)-4-oxaoctadecil-sulfonato potásico
- sal de trietanolamina de ácido 5-metil-5-(hidroximetil)-7,7-dimetil-4-oxahexadecilsulfónico
- 6-etil,6-(hidroximetil)-5-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 10 6-etil,6-(hidroximetil)-5-oxahexadecil-sulfonato amónico
- sal de trietanolamina de ácido 6-etil,6-(hidroximetil)-7,7-dimetil-5-oxahexadecilsulfónico
- 8-isopropil,8-(hidroximetil)-7-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 15 8-isopropil,8-(hidroximetil)-7-oxahexadecil-sulfonato de litio
- 10-terc-butil,10-(hidroximetil)-9-oxaeicosil-sulfonato sódico
- 20 sal de trietanolamina de ácido 10-terc-butil,10-(hidroximetil)-7,7-dimetil-9-oxahexadecilsulfónico
- 5-(beta-hidroxi etil)-4-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 6-(gamma-hidroxi propil)-5-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 25 6-(gamma-hidroxi propil)-5-oxaoctadecil-sulfonato potásico
- 6-(gamma-hidroxi propil)-5-oxahexadecil-sulfonato de litio
- 7-(delta-hidroxi butil)-6-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 30 7-(delta-hidroxi butil)-6-oxaoctadecil-sulfonato potásico

373687



- 7-(delta-hidroxiutil)-6-oxahexadecil-sulfonato de litio
- 7-(delta-hidroxiutil)-8-metil-12-etil-6-oxapentadecil-sulfonato amónico
- 5 5-hidroxiisopropiliden-4-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 5-hidroxiisopropiliden-7,7-dimetil-4-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 5-hidroxiisopropiliden-4-oxadocosil-sulfonato potásico
- 5-hidroxiisopropiliden-4-oxahexadecil-sulfonato de litio
- 10 7-hidroxiutiliden-6-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 7-hidroxiutiliden-6-oxahexadecil-sulfonato amónico
- 5-metil,5-(beta-hidroxiutil)-4-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 15 5-metil,5-(beta-hidroxiutil)-4-oxaoctadecil-sulfonato potásico
- 5-metil,5-(beta-hidroxiutil)-sulfonato de litio
- 5-metil,5-(beta-hidroxiutil)-8-metil-12-etil-4-oxapentadecil-sulfonato amónico
- 20 6-isopropil-5-hidroxiisopropiliden-4-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 6-isopropil-6-hidroxiisopropiliden-8-metil-12-etil-5-oxapentadecil-sulfonato amónico
- sal de trietanolamina de ácido 6-isopropil,6-hidroxiisopropiliden-7,7-dimetil-5-oxahexadecilsulfónico
- 25 6-hidroxi-5-metil-4-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 6-hidroxi-5-metil-4-oxaoctadecil-sulfonato potásico
- 6-hidroxi-5-metil-4-oxahexadecil-sulfonato de litio
- 6-hidroxi-5-etil-4-oxahexadecil-sulfonato sódico
- 30 6-hidroxi-5-etil-4-oxaoctadecil-sulfonato potásico



- 6-hidroxi-5-etil-4-oxahexadecil-sulfonato amónico
7-hidroxi-6-isopropil-5-oxahexadecil-sulfonato sódico
7-hidroxi-6-isopropil-5-oxaoctadecil-sulfonato potásico
8-hidroxi-7-isopropil,11-metil-6-oxahexadecil-sulfonato
5 sódico
8-hidroxi-7-isopropil,11-metil-6-oxadocosil-sulfonato
potásico
10-hidroxi-9-terc-butil-8-oxahexadecil-sulfonato sódico
10-hidroxi-9-terc-butil-8-oxaoctadecil-sulfonato potá-
10 sico
10-hidroxi-9-terc-butil-8-oxahexadecil-sulfonato amóni-
co

(B) tioderivados

(1) en donde $y = 1$ y $x = 0$

- 15 6-hidroxi-4-tiahexadecil-sulfonato sódico
6-hidroxi-4-tiaoctadecil-sulfonato sódico
6-hidroxi-4-tiauncosil-sulfonato sódico
6-hidroxi-7,7-dimetil-4-tiahexadecil-sulfonato sódico
6-hidroxi-4-tiatetracosil-sulfonato sódico
20 6-hidroxi-4-tiaheptadecil-sulfonato potásico
6-hidroxi-4-tiaoctadecil-sulfonato de litio
6-hidroxi-4-tiadocosil-sulfonato amónico
sal de trietanolamina de ácido 6-hidroxi-7,7-dimetil-
4-tiahexadecilsulfónico
25 8-hidroxi-6-tiaoctadecil-sulfonato sódico
8-hidroxi-6-tiatetracosil-sulfonato sódico
8-hidroxi-6-tiaheptadecil-sulfonato potásico
8-hidroxi-6-tiahexadecil-sulfonato de litio
8-hidroxi-6-tiaheptadecil-sulfonato amónico
30 sal de trietanolamina de 8-hidroxi-11,11-dimetil-8-tia

11.9.70

- 13 -

373687



hexadecilsulfónico

- 7-hidroxi-5-tiaoctadecil-sulfonato sódico
- 7-hidroxi-5-tiaeicosil-sulfonato potásico
- 7-hidroxi-5-tiahexadecil-sulfonato amónico
- 5 10-hidroxi-8-tiaoctadecil-sulfonato sódico
- 10-hidroxi-8-tiadocosil-sulfonato potásico
- 11-hidroxi-9-tiahexadecil-sulfonato sódico
- 12-hidroxi-8-etil-10-tiapentadecil-sulfonato amónico
- 15-hidroxi-13-tiahexadecil-sulfonato de litio
- 10 (2) en donde $y = 0$ y $x = 1$
- 5-hidroximetil-4-tiaeicosil-sulfonato sódico
- 5-hidroximetil-4-tiadocosil-sulfonato potásico
- 6-hidroximetil-5-tiaeicosilsulfonato sódico
- 6-hidroximetil-5-tiahexadecil-sulfonato de litio
- 15 7-hidroximetil-6-tiaoctadecil-sulfonato potásico
- 7-hidroximetil-6-tiahexadecil-sulfonato amónico
- 8-hidroximetil-7-tiahexadecil-sulfonato sódico
- 8-hidroximetil-7-tiaoctadecil-sulfonato potásico
- 8-hidroximetil-7-tiahexadecil-sulfonato de litio
- 20 8-hidroximetil-14-metil-12-etil-7-tiapentadecil-sulfo-
nato amónico
- 9-hidroximetil-8-tiaeicosil-sulfonato sódico
- 9-hidroximetil-8-tiaoctadecil-sulfonato potásico
- 9-hidroximetil-8-tiahexadecil-sulfonato amónico
- 25 10-hidroximetil-9-tiaoctadecil-sulfonato potásico
- 11-hidroximetil-10-tiaoctadecil-sulfonato potásico
- 5-metil-5-hidroximetil-4-tiahexadecil-sulfonato sódico
- 6-etil,6-hidroximetil-5-tiaeicosil-sulfonato sódico
- 8-isopropil,8-hidroximetil-7-tiahexadecil-sulfonato de
- 30 litio

373687



- 10-terc-butil-10, hidroximetil-9-tiaecosil-sulfonato
sódico
- 5-(beta-hidroxietil)-4-tiahexadecil-sulfonato sódico
- 5-(beta-hidroxietil)-4-tiahexadecil-sulfonato de litio
- 5 6-(gamma-hidroxipropil)-5-tiaecosil-sulfonato sódico
- 6-(gamma-hidroxipropil)-5-tiahexadecil-sulfonato amóni-
co
- 7-(delta-hidroxibutil)-6-tiadocosil-sulfonato potásico
- 5-hidroxiisopropiliden-4-tiahexadecil-sulfonato sódico
- 10 7-(hidroxietiliden)-6-tiaecosil-sulfonato sódico
- 5-metil(beta-hidroxietil)-4-tiaecosil-sulfonato sódico
- 5-metil(beta-hidroxietil)-4-tiahexadecil-sulfonato de
litio
- 6-isopropil-6-hidroxiisopropiliden-4-tiaoctadecil-sul-
fonato potásico
- 15 6-hidroxi-5-metil-4-tiahexadecil-sulfonato sódico
- 6-hidroxi-5-etil-4-tiahexadecil-sulfonato sódico
- 6-hidroxi-5-metil-4-tiahexadecil-sulfonato amónico
- 7-hidroxi-6-isopropil-5-tiadocosil-sulfonato potásico
- 20 8-hidroxi-7-isopropil-11-metil-6-tiahexadecil-sulfona-
to amónico
- sal de trietanolamina de ácido 10-hidroxi-9-terc-butil-
7,7-dimetil-8-tiahexadecilsulfónico
- Ejemplos, únicamente por vía de ilustración, de
- 25 alcoholes no saturados, incluyen:
- alcohol alílico
- alcohol isopropenílico
- 1-buten-3-ol
- 3-buten-1-ol
- 30 alcohol cretílico

373687



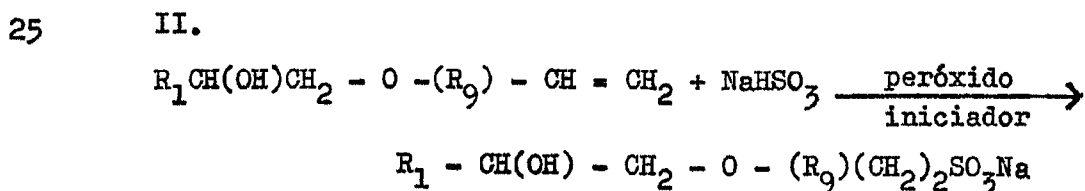
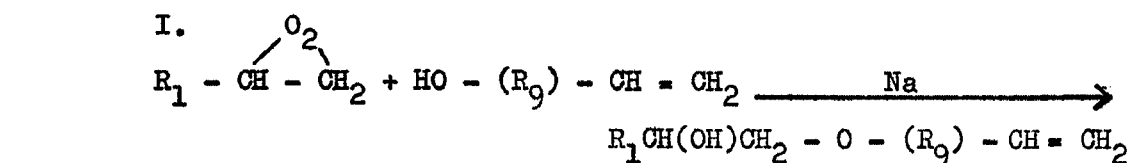
- alcohol metálico
- 9-decen-1-ol
- 3,5-dimetil-5-hexen-3-ol
- 2,3-dimetil-4-penten-3-ol
- 5 3-etilo-5-hexen-3-ol
- 1-hepten-3-ol
- 2-hepten-4-ol
- 3-hepten-1-ol
- 4-hexen-3-ol
- 10 5-hexen-3-ol
- 3-metil-3-buten-2-ol
- 2-metil-1-hepten-3-ol
- 3-metil-5-hexen-3-ol
- 2-metil-1-penten-3-ol
- 15 2-metil-4-penten-3-ol
- 4-metil-1-penten-3-ol
- 4-metil-3-penten-2-ol
- 10-undecen-1-ol
- Además, ejemplos de los correspondientes derivados de tiol, por ejemplo mercaptanos incluyen:
- 20 alilo mercaptano
- isopropenil mercaptano
- 1-buten-3-tiol
- 3-buten-1-tiol
- 25 3,5-dimetil-5-hexeno-3-tiol
- 2,3-dimetil-4-penteno-2-tiol
- 3-etil-5-hexeno-3-tiol
- 9-deceno-1-tiol
- 3,5-dimetil-5-hexeno-3-tiol
- 30 2,3-dimetil-4-penteno-2-tiol

373687



- 3-etil-5-hexeno-3-tiol
- 1-hepteno-3-tiol
- 2-hepteno-4-tiol
- 3-hepteno-1-tiol
- 5 4-hexeno-3-tiol
- 5-hexeno-3-tiol
- 3-metil-3-buteno-2-tiol
- 2-metil-1-hepteno-3-tiol
- 3-metil-5-hexeno-3-tiol
- 10 2-metil-1-penteno-3-tiol
- 2-metil-4-penteno-3-tiol
- 4-metil-1-penteno-3-tiol
- 4-metil-3-penteno-2-tiol
- 10-undeceno-1-tiol

15 Los hidroxi-éster ó tioéter sulfonatos de la presente invención son preparados, usando una técnica, por la reacción de un epóxido de cadena larga con un alcohol no saturado o tioalcohol (es decir mercaptano) con la subsiguiente sulfonación del producto intermedio de acuerdo con las siguientes ecuaciones, que ilustran el uso de un alcohol:



30 en donde R_1 es como se define arriba; y R_9 es de C_1 a C_{10} que junto con $-CH = CH_2$ forma un grupo no saturado dentro



del alcance de R_3 .

La reacción I dada arriba es preferiblemente catalizada por el empleo de sodio, preferiblemente disuelto en el reactivo alcohol. Por lo tanto, mientras que ha sido establecido que casi todos los rendimientos cuantitativos del producto intermedio no saturado pueden ser producidos por el uso de sodio como el catalizador en el procedimiento de la presente invención, es desde luego obvio que cualquier material catalizador capaz de efectuar la condensación del alcohol y del epóxido de cadena larga con la abertura del anillo epoxidico puede ser empleado con éxito en el procedimiento de la presente invención. Ejemplos de tales catalizadores incluyen por ejemplo BF_3 , BF_3 -acetato de dialcohol, etc.

La reacción del epóxido de cadena larga y el alcohol no depende críticamente de la elección de la temperatura, presión o cantidades de reactivo. Por lo tanto, mientras que el epóxido y el alcohol reaccionan en proporciones substancialmente estequiométricas, es posible emplear un exceso relativamente grande de ya sea el epóxido de cadena larga o del alcohol reaccionante sin efectuar adversamente el sistema de reacción. En este respecto se ha demostrado que el empleo de un exceso relativamente grande de cualquiera de los reactivos simplemente necesita la eliminación del exceso de reactivo del sistema de reacción y no afecta adversamente al producto o al rendimiento del mismo.

Similarmente se ha encontrado que la reacción de la presente invención puede ser apropiadamente llevada a la presión ambiente o bajo condiciones de presión aumenta-



da, teniendo la presión del sistema un efecto relativamen-
te pequeño sobre el rendimiento y pureza del producto in-
termedio y del producto final producido. Con fines económi-
cos, sin embargo, se ha encontrado más apropiado llevar la
5 reacción bajo condiciones de presión atmosférica.

Se ha también determinado que la temperatura a
la cual se lleva la reacción no es crítica con respecto a
la pureza y rendimiento de tanto el producto intermedio co-
mo el producto final. Por lo tanto, temperaturas que ascien-
10 den desde temperaturas ambientes hasta aproximadamente 150
grados centígrados se han encontrado apropiadas, a pesar
de que cualquier temperatura puede ser usada siempre y cuan-
do los reactivos sean estables a la misma. La selección de
cualquier temperatura en particular dependerá entre otras
15 cosas de los reactivos específicos y la selección del cata-
lizador, si se emplea alguno. Catalizadores apropiados in-
cluyen cualquier material básico o ácido no reactivo. Cata-
lizadores ilustrativos son los metales alcalinos, hidróxi-
dos alcalinos, ácidos de Lewis tales como trifluoruro de
20 boro, cloruro de aluminio, etc. La concentración de catali-
zador no es crítica, y una cantidad tan pequeña como el
0,001% puede ser usado; el límite superior puede ser del
10%.

Se ha de notar que mientras la descripción dada
25 arriba ha sido dirigida principalmente al empleo de un so-
lo epóxido de cadena larga en la reacción con alcohol para
producir un producto intermedio único de hidroxí-éter no
saturado, es, desde luego, obvio que mezclas de tales epó-
xidos de cadena larga pueden ser empleadas apropiadamente
30 para producir una mezcla de hidroxí-éteres no saturados.

11.9.70

- 19 -

373687



La sulfonación de tal mezcla de productos producirá una mezcla de hidroxí-éter-sulfonatos cuya mezcla es excepcionalmente útil debido a su capacidad de detergencia y suavidad para las telas. Por lo tanto, una mezcla de reacción apropiada de epóxidos de cadena larga se ha encontrado ser una mezcla de 1,2-epoxi-alcanos de $C_{15} - C_{18}$.

Está dentro de lo que se propone en esta invención llevar a cabo el procedimiento para producir los compuestos de esta invención, incluyendo la reacción de condensación de 1,2-epoxialcano-alcohol en presencia de diluyentes inertes o solventes mutuos tales como xileno, tolueno, etc., y en la fase de sulfonación del procedimiento también se podrán usar alcoholes acuosos, por ejemplo, metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, butanol, piridina acuosa, etc.

El nuevo intermedio de hidroxí-éter no saturado preparado por la reacción del epóxido de cadena larga y alcohol no saturado puede ser sulfonado para producir los nuevos compuestos detergentes y suavizadores de telas de la presente invención en cualquier forma apropiada convencional. Así, se ha encontrado conveniente sulfonar el doble enlace del nuevo compuesto intermedio con un bisulfito, por ejemplo, bisulfito sódico en presencia de un iniciador. Iniciadores apropiados incluyen iniciadores de peróxido, por ejemplo, butil-perbenzoatos terciarios, peróxido de di-terc-butilo, peróxido de dibenzoilo, peróxido de dilaurilo, etc.¹ Tal procedimiento que es convenientemente empleado

¹Otro sistema iniciador es el sistema nitrato/oxígeno, por ejemplo, nitrato de potasio, nitrato de litio, nitrato de amonio, nitratos alcalino-térreos y otros que no aceleran la oxidación de bisulfito a sulfato en presencia de oxígeno, preferiblemente a una presión parcial de desde 0,07 a 0,105 kg/cm² manométricos.



en la sulfonación de dobles enlaces está expuesto en la patente de los Estados Unidos Nº 2.504.411, cuya materia se incorpora en esta memoria como referencia. Mientras que la temperatura de la reacción de sulfonación no es crítica, se emplean temperaturas por lo general ligeramente elevadas. Así, por ejemplo, una temperatura de desde alrededor de 40 grados a 150 grados centígrados puede ser convenientemente empleada en la sulfonación de los nuevos compuestos de hidroxí-éter no saturados de la presente invención.

Otras rutas sintéticas pueden ser usadas. Por ejemplo, en lugar del alcohol no saturado, se puede condensar el epoxi-alcano con un compuesto α - ω -halohidroxi, deshidrohalogenar y luego sulfonar con bisulfito, o alternativamente emplear sulfito sódico (en lugar de dehidro-halogenación y bisulfito), es decir, reacción de Strecker. Además glicoles vecinales hechos reaccionar con sultonas rinden las presentes composiciones.

Los nuevos hidroxí-éter sulfonatos de la presente invención además de poseer propiedades excelentes de detergencia y suavidad para las telas, se ha encontrado que son compatibles con los diversos mejoradores de detergencia y otros aditivos convencionalmente empleados en las composiciones detergentes. Por lo tanto, es posible formular una composición detergente basada en el hidroxí-éter sulfonato en calidad de detergente y suavizador de telas. Debido a la compatibilidad poco usual de los hidroxí-éter sulfonatos de la presente invención con los diversos mejoradores de detergencia, es posible preparar tanto composiciones detergentes de fase sólida como composiciones detergentes líquidas de una sola fase como se ha demostrado an-



teriormente en esta memoria, que no podrían ser preparadas adecuadamente con el empleo de alcohilbencenosulfonatos lineales convencionales.

5 Los nuevos compuestos de esta invención y las nuevas mezclas que contienen tales compuestos pueden ser empleados en una amplia diversidad de composiciones detergentes, incluyendo fórmulas líquidas de detergentes para trabajos ligeros y composiciones granulares tales como polvos detergentes reforzados secados por atomización. Pueden ser usados en barras de tocador para el lavado de las manos, cara y cuerpo (aquí, como en otras fórmulas, sus propiedades germicidas inesperadas son altamente ventajosas) o en barras detergentes para lavar que contienen cantidades apreciables de sales mejoradoras de detergencia para 10 el lavado de las ropas. También pueden ser usados en champús para cabello, tinte del cabello u otras composiciones de tratamiento o acondicionadoras del cabello. También pueden ser usados en cremas dentales u otros dentífricos y en preparaciones para el cuidado de la piel tales como cremas y lociones. 20

Los nuevos compuestos detergentes de esta invención pueden ser usados como tales o como mezclas con otros detergentes tensioactivos. Los detergentes tensioactivos añadidos pueden ser del tipo aniónico, no iónico, catiónico o anfótero, o mezclas de los mismos. 25

Los agentes aniónicos tensioactivos incluyen aquellos compuestos detergentes o tensioactivos que contienen un grupo orgánico hidrófobo y un grupo solubilizante aniónico. Ejemplos típicos de grupos solubilizantes aniónicos lo son sulfonato, sulfato, carboxilato, fosfonato y 30



fosfato. Ejemplos de detergentes aniónicos apropiados que caen dentro del alcance de esta invención incluyen los jabones, tales como las sales solubles en agua de ácidos grasos superiores o ácidos de colofonía, tales como los derivados de grasas, aceites y ceras de origen animal, vegetal o marino, por ejemplo, los jabones sódicos de sebo, grasa; aceite de coco, aceite de tall y mezclas de los mismos; y los detergentes sulfatados y sulfonados sintéticos, particularmente aquellos que alrededor de 8 a 26, y preferiblemente alrededor de 12 a 22 átomos de carbono a la molécula.

Como ejemplos de detergentes sintéticos aniónicos apropiados se pueden citar los alcohilo superior-aromáticos sulfonatos mononucleares tales como los alcohol superior benceno-sulfonatos que contienen desde 10 a 16 átomos de carbono en el grupo alcohilo en una cadena recta o ramificada, por ejemplo las sales sódicas de alcohol-benceno sulfonatos superiores o de los alcohol-toluen-xileno y fenolsulfonatos superiores, alcohol-naftalensulfonatos, diamilnaftalensulfonato amónico, y dinonilnaftalensulfonato sódico. En un tipo preferido de composición se usa un alcoholbencenosulfonato lineal que tiene un alto contenido en isómeros 3-(e superior) fenilo y un correspondientemente bajo contenido (bien por debajo del 50%) en isómeros 2-(o inferior) fenilo; en otros términos, el anillo de benceno está preferiblemente unido en gran parte en la posición 3 ó superior (por ejemplo, 4, 5, 6 ó 7) del grupo alcohilo y el contenido de isómeros al cual el anillo de benceno está unido en la posición 1 ó 2 es correspondientemente bajo. Materiales particularmente preferidos están ex-

11.9.70

- 23 -

373687



puestos en la patente de los Estados Unidos Nº 3.320.174 de Mayo 16 de 1967, de J. Rubinfeld.

5 La mezcla que contiene alcoholbencenosulfonatos lineales y los compuestos detergentes de esta invención, tienen inesperadamente buenas propiedades, particularmente con respecto al poder suavizador.

10 Otros detergentes aniónicos son los olefinsulfonatos incluyendo los alqueno-sulfonatos de cadena larga, los hidroxialcano-sulfonatos de cadena larga o mezclas de alquenosulfonatos o hidroxialcanosulfonatos. Estos deter-
gentes olefinsulfonatos pueden ser preparados, en una forma conocida, por la reacción de SO_3 con olefinas de cadena larga (de 8 a 25, preferiblemente 12 a 21 átomos de carbono) de la fórmula $\text{R}'\text{CH}=\text{CHR}''$, en donde R' es alquilo y R'' es alquilo o hidrógeno, para producir una mezcla de sultonas y ácidos alquenosulfónicos, cuya mezcla es luego tratada para convertir las sultonas en sulfonatos. Ejemplos de otras detergentes de sulfato o de sulfonato son los para-
15 finsulfonatos, tales como los productos de reacción de las alfa-olefinas y bisulfitos (por ejemplo bisulfito sódico), por ejemplo parafinsulfonatos primarios de alrededor de 10 a 20, preferiblemente alrededor de 15 a 20 átomos de carbono; sulfatos de alcoholes superiores; sales de ésteres α -sulfograsos (por ejemplo, de alrededor de 10 a 20 átomos de carbono, tales como α -sulfomiristato o α -sulfosebato de metilo.
20
25

Ejemplos de sulfatos de alcoholes superiores son el laurilsulfato sódico, alcohol de sebo-sulfato sódico, aceite de ricino sulfonado u otros aceites sulfatados, o
30 sulfatos de mono- o diglicéridos de ácidos grasos (por ejem



plo monosulfato de monoglicérido esteárico, poli(etenoxi) éter-sulfatos de alcoholo tales como los sulfatos de los productos de condensación de óxido de etileno y alcohol láurico que tienen usualmente de 1 a 5 grupos etenoxi por molécula; laurilsulfonatos u otros alcoholo-gliceril-sulfonatos superiores; poli(etenoxi)éter sulfatos aromáticos tales como los sulfatos de los productos de condensación de óxido de etileno y nonilfenol (que tienen usualmente de 1 a 6 grupos oxietileno por molécula).

10 Los detergentes aniónicos apropiados incluyen también los acilsarcosinatos (por ejemplo lauroilsarcosinato sódico), los ésteres de acilo (por ejemplo éster de ácido oléico) de isotionatos, y las N-metil-acil-auridas (por ejemplo, N-metil-laureil- u oleil-aurida potásica).

15 Los compuestos detergentes aniónicos, solubles en agua, más altamente preferidos son los de amonio y amonio substituído (tales como mono-, di- y trietanolamina), sales de metal alcalino (tales como las de sodio y potasio) y sales de metal alcalinotérreo (tales como las de calcio y magnesio) de los alcoholo-benceno-sulfonatos superiores, olefinsulfonatos, los sulfatos de alcoholo superior y los sulfatos monoglicéridos de ácidos grasos superiores. La sal en particular será seleccionada apropiadamente dependiendo de la fórmula en particular y de las proporciones en la misma.

25 Agentes tensioactivos no iónicos incluyen aquellos compuestos detergentes o tensioactivos que contienen un grupo orgánico hidrófobo y un grupo hidrófilo el cual es un producto de reacción de un grupo solubilizante tal como carboxilato, hidroxilo, amido o amino con óxido de

11.9.70

- 25 -

373687



etileno o con el producto de polihidratación del mismo, poli-
lietilenglicol.

5 Como ejemplos de agentes tensioactivos no ióni-
cos que pueden ser usados, se pueden anotar los productos
de condensación de alcohol-fenoles con óxido de etileno,
por ejemplo, el producto de reacción de isooctil-fenol con
alrededor de 6 a 30 unidades de óxido de etileno; produc-
tos de condensación de alcohol-tiofenoles con 10 a 15 uni-
dades de óxido de etileno; productos de condensación de al-
10 coholes grasos superiores tales como alcohol tridecílico
con óxido de etileno; adenos de óxido de etileno de mono-
ésteres de alcoholes hexavalentes y éteres internos de los
mismos tales como monolaurato de sorbitán, monooleato de
sorbita y monopalmitato de manita, y los productos de con-
15 densación de polipropilenglicol en óxido de etileno.

También puedan emplearse agentes tensioactivos
catiónicos. Tales agentes son aquellos compuestos detergen-
tes tensioactivos que contienen un grupo hidrófobo orgáni-
co y un grupo catiónico solubilizante. Grupos típicos ca-
20 tiónicos solubilizantes son los grupos amino y cuaterna-
rios.

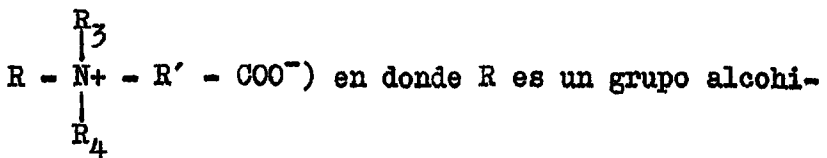
Como ejemplos de detergentes sintéticos catióni-
cos apropiados se pueden anotar las diaminas tales como las
del tipo $RNHC_2H_4NH_2$ en donde R es un grupo alcohilo de al-
25 rededor de 12 a 22 átomos de carbono, tal como N-2-amino-
etil-estearil-amina y N-2-aminoetil-miristil-amina; aminas
unidas a amidas tales como las del tipo $R^1CONHC_2H_4NH_2$ en
donde R^1 es un grupo alcohilo de alrededor de 9 a 20 áto-
mos de carbono, tales como N-2-amino-etil-estearil-amida y
30 N-amino-etil-miristil-amida; compuestos de amonio cuaterna-



rio en los cuales típicamente uno de los grupos unidos al átomo de nitrógeno es un grupo alcohol de alrededor de 12 a 18 átomos de carbono y tres de los grupos unidos al átomo de nitrógeno son grupos alcohol que contienen de 1 a 3 átomos de carbono, incluyendo grupos alcohol de 1 a 3 carbonos que llevan substituyentes inertes, tales como grupos fenilo, y hay presente un anión tal como halógeno, acetato, metosulfato, etc. Detergentes típicos de amonio cuaternario son el cloruro de etil-dimetil-estearil-amonio, cloruro de bencil-dimetil-estearil-amonio, cloruro de trimetil-estearil-amonio, bromuro de trimetil-cetil-amonio, cloruro de dimetil-etil-dilauril-amonio, cloruro de dimetil-propil-miristil-amonio, y los correspondientes metosulfatos y acetatos.

Ejemplos de detergentes anfóteros apropiados son aquellos que contienen tanto un grupo aniónico como uno catiónico y un grupo orgánico hidrófobo, el cual es ventajosamente un radical alifático superior, por ejemplo de 10 a 20 átomos de carbono. Entre éstos están los ácidos N-alcohol de cadena larga - aminocarboxílicos (por ejemplo de

la fórmula $R - N^2 - R^1 - COOM$); los ácidos N-alcohol de cadena larga - iminedicarboxílicos (por ejemplo de la fórmula $RN(R'COOM)_2$) y las N-alcohol-betainas de cadena larga (por ejemplo de la fórmula





amino y carboxilo de un aminoácido (por ejemplo, un radical alcoholeno de 1 a 4 átomos de carbono), M es hidrógeno o un metal que forma sal, R² es un hidrógeno u otro sustituyente monovalente (por ejemplo metilo u otro alcoholo inferior), y R³ y R⁴ son substituyentes monovalentes unidos al nitrógeno por enlaces carbono-nitrógeno (por ejemplo, metilo u otros substituyentes de alcoholo inferior). Ejemplos de detergentes anfóteros específicos son ácido N-alcoholo-beta-aminopropiónico; ácido N-alcoholo-beta-iminodipropiónico, y N-alquil,N,N-dimetilglicina; el grupo alcoholo puede ser, por ejemplo, aquel derivado del alcohol graso de coco, alcohol laurílico, alcohol miristílico (o una mezcla de laurílico y miristílico), alcohol de sebo hidrogenado, catílico, estearílico o mezclas de tales alcoholes. Los ácidos aminopropiónicos o iminodipropiónicos substituidos son a menudo suministrados en forma de sal de sodio u otra sal, la cual puede asimismo ser usada en la práctica de esta invención. Ejemplos de otros detergentes anfóteros son las imidazolininas grasas tales como aquellas preparadas haciendo reaccionar un ácido graso de cadena larga (por ejemplo de 10 a 20 átomos de carbono) con dietilentriamina y ácidos monochalocarboxílicos que tienen de 2 a 6 átomos de carbono, por ejemplo, 1-coco-5-hidroxi-etil-5-carboximetilimidazolina; betainas que contienen un grupo sulfónico en vez del grupo carboxílicos; betainas en las cuales el substituyente de cadena larga está unido al grupo carboxílico sin que intervenga un átomo de nitrógeno, por ejemplo, sales internas de ácidos 2-trimetilamino grasos tales como ácido 2-trimetilamino-láurico, y compuestos de cualquiera de los tipos antes mencionados pero en los cuales el átomo



de nitrógeno es reemplazado por fósforo.

Las sales mejoradoras de detergencia están presentes en las proporciones usuales, en las fórmulas detergentes, particularmente cuando se desea una limpieza de trabajo pesado. Estas sales incluyen una o más sales mejoradoras de detergencia solubles en agua, ya sean del tipo orgánico o inorgánico y preferiblemente sales alcalinas.

Ejemplos de sales inorgánicas mejoradoras de detergencia, solubles en agua, son los carbonatos, fosfatos, boratos, polifosfatos, sulfatos y silicatos, etc. de metal alcalino. Ejemplos específicos de tales sales son los tripolifosfatos, tetraboratos, carbonatos, pirofosfatos, ortofosfatos y hexametafosfatos de sodio, potasio y litio, sulfatos de sodio, potasio y litio y silicatos de sodio, potasio y litio. Ejemplos de sales orgánicas alcalinas mejoradoras de detergencia son (1) aminopolicarboxilatos de metal alcalino [por ejemplo, etilendiamintetracetatos, N-(2-hidroxietil)-etilendiamintriacetatos, nitrilotriacetatos, y N-(2-hidroxietil)nitrilodiacetatos] de sodio y potasio; (2) sales de metal alcalino de ácido fítico (por ejemplo, fitatos de sodio y potasio - véase la Patente de los Estados Unidos Nº 2.739.942); (3) sales solubles en agua de etano-1-hidroxi-1,1-difosfonato (por ejemplo, las sales trisódicas y tripotásicas - vease la Patente de los Estados Unidos Nº 3.159.581); (4) sales solubles en agua de ácido metilendifosfónico (por ejemplo metilendifosfonato trisódico y tripotásico y las otras sales descritas en la Patente de los Estados Unidos 2.213.030); (5) sales solubles en agua de ácidos metilendifosfónicos substituídos (por ejemplo etiliden-, isopropiliden-, benzilmetiliden-,

11.9.70

- 29 -

373687



y halometilidendifosfonatos trisódicos y tripotásicos; (6) sales solubles en agua de polímeros y copolímeros de poliacarboxilato (por ejemplo, homopolímeros de ácido itacónico, ácido aconítico; ácido maleico, ácido masacónico, ácido fumarico, ácido metilennalónico, y ácido citrónico y copolímeros de los mismos con otros monómeros copolimerizables compatibles tales como etileno); y mezclas de los mismos, incluyendo específicamente mezclas de tripolifosfato pentasódico y nitrilotriacetato trisódico en una proporción, de estos dos mejoradores de detergencia, de 1:10 a 10:1, por ejemplo 1:1. Las proporciones de sal mejoradora de detergencia pueden ser, por ejemplo, 20 partes o más (por ejemplo de 50 a 2000 partes) por 100 partes de detergente. Preferiblemente el hidroxietil-sulfonato comprende 5-50% en peso y los mejoradores de detergencia 15-90% en peso de la composición total.

La fórmula detergente también puede contener otros ingredientes. Entre éstos están los agentes de suspensión de la suciedad o agentes contra la redeposición tales como carboximetilcelulosa sódica o poli(alcohol vinílico), preferiblemente ambos, u otros materiales poliméricos solubles, tales como metilcelulosa estando la cantidad de agente de suspensión por ejemplo, en el margen de alrededor de 1/20% a 2%); antioxidantes tales como 2,6-di-terc-butil-fenol, u otros materiales fenólicos antioxidantes (por ejemplo, en cantidades en el margen de alrededor de 0,001 a 0,1%); agentes colorantes y agentes abrillantadores ópticos o tintes fluorescentes en cantidades en el margen de, por ejemplo, alrededor de 1,20% a 1/2%. Entre los abrillantadores ópticos están compuestos tales como los tintes fluorescentes



del tipo estilbena, por ejemplo, 2-sulfo-4-(2-nafto-1,2
triazol) estilbena sódico; 4,4'-bis(4-anilino-6-morfolino-
s-triazin-2-yl-amino)estilbendisulfonato disódico; o 4,4'-
bis(4,6-dianilino-s-triazin-2-yl-amino)-2,2'-estilbendisul-
5 fonato disódico; o del tipo oxazol, por ejemplo teniendo
una estructura de 1-fenil-2-benzoxazol-etileno. Al prepara-
rar fórmulas líquidas acuosas en particular, pueden usarse
materiales hidrotropicos tales como alquil inferior-aril-
sulfonatos, por ejemplo toluen- o xilensulfonato sódico, si
10 se desea o es necesario; en general estos materiales están
presentes en pequeñas cantidades, usualmente en el margen
de alrededor de 1/2 a 15% (por ejemplo 10%) de la composi-
ción líquida total.

Se puede también añadir ingredientes germicidas
15 conocidos a las composiciones detergentes. Estos incluyen
carbanilidas halogenadas, por ejemplo, triclorocarbanilida,
salicilanilida halogenada, por ejemplo, tribromosalicilani-
lida, bifenoles halogenados, por ejemplo, hexaclorofeno,
trifluorometildifenil-urea halogenada, sal de zinc de 1-hi-
20 droxi-2-piridinotiena y similares (por ejemplo en cantida-
des en el margen de alrededor de 1/50% a 2%.)

Opacificantes, perfumes, tintes, mejoradores de
espuma, depresores de espuma y agentes contra las manchas,
también pueden ser incluidos en las composiciones detergentes
25 que contienen los nuevos productos de esta invención,
como tambien lo pueden ser blanqueadores que liberan oxígeno
o cloro, tales como perborato sódico o dicloroisocianu-
rato sódico o potásico. Las composiciones detergentes para
trabajo pesado que contienen los nuevos productos también
30 pueden contener bromuro de sodio (por ejemplo en una canti-



dad del 0,1 al 1%) para mejorar el efecto blanqueador de hipoclorito de sodio presente en el agua de lavar.

Las composiciones detergentes que contienen los nuevos productos de esta invención también pueden contener
5 enzimas para favorecer la eliminación de manchas. Particularmente importantes entre éstas están las enzimas proteolíticas con materiales tales como pepsina, tripsina, quimotripsina, papaina, bromelina, coleginasa, queratinasa, carboxilasa, amino-peptidasa, elastasa, subtilisina y aspergillopopidasa A y B. Entre las enzimas comercialmente disponibles
10 están la Alcalasa y Maxatasa. La enzima está preferiblemente presente en forma de polvo y es mezclada en la fórmula detergente típicamente en una cantidad de alrededor de 0,001% a 4% de la fórmula total, preferiblemente
15 alrededor de 0,05-1%. La combinación de los nuevos productos de esta invención con las enzimas rinde resultados particularmente eficaces. El producto que contiene enzima puede ser usado en agua fría o tibia o en agua caliente.

La fabricación de productos detergentes en forma
20 de barra, por ejemplo, barras de tocador y barras de lavar, a partir de los detergentes de olefinsulfonato, está descrita en la patente Belga Nº 698.280. Los nuevos compuestos de hidroxí-éter-sulfonato de esta invención pueden cada uno substituir a los olefinsulfonatos en las mismas
25 proporciones en cada una de las fórmulas generales y específicas expresadas en aquella patente. Técnicas de procedimiento iguales o similares pueden ser usadas para mezclar los ingredientes y preparar las barras.

En la fabricación de preparaciones orales, los
30 nuevos materiales de esta invención pueden ser incorpora-

373687



dos en pastas dentales, cremas dentales, polvos dentales, dentríficos líquidos, lavados bucales o enjuagues, gomas de mascar para los dientes, pastillas y trociscos. Así, en una pasta dental la composición puede comprender algo del 20 al 75% de un agente abrillantador dental, junto con agua, un humectante tal como glicerina, y un agente gelatinizante tal como la carboximetilcelulosa sódica. Fluoruros tales como el fluoruro estannoso pueden estar presentes. En general los nuevos compuestos de hidroxí-éter-sulfonato de esta invención pueden cada uno substituir a los olefinsulfonatos en cada una de las fórmulas generales o específicas establecidas en las solicitudes de Bouchal y Salzmann, Serie Nº 579.497 y de Rubinfeld y Levinsky, Serie Nº 579.524 cada una presentada el 15 de Septiembre de 1.966.

Fórmulas para champús pueden comprender simples dispersiones de los nuevos materiales detergentes, de esta invención en agua, por ejemplo, en forma de sales de alcoholamonio de los mismos, o combinaciones que contienen pequeñas proporciones de agentes fomentadores de espuma tales como mono- ó dietanolamidas de ácidos grasos (por ejemplo láurico/mirístico) o las correspondientes isopropanolamidas, o aminoóxidos tales como óxido lauril-dimetilamínico. Otros detergentes tensio-activos tales como los jabones laurilsulfato sódico pueden estar presentes.

Mientras que las composiciones detergentes de la presente invención son composiciones excelentes para todos los tipos de operaciones de limpieza, éstas son extremadamente efectivas para la limpieza de textiles en un lavado convencional ó máquina lavadora. Por lo tanto, las composiciones detergentes de la presente invención pueden ser

11.9.70



5 usadas con efectividad para el lavado de las telas en agua
que tenga una temperatura de desde alrededor de 15,5°C a
alrededor de 100°C, exhibiendo la composición detergente de
la presente invención características poco usuales de de-
turgencia y suavidad para las telas ya sea en agua fría o
caliente. Preferiblemente la etapa de la presente invención
va seguida de enjuagando y secando las telas. La concentra-
ción de composición detergente en la solución de lavado de-
be variar desde alrededor de 0,05% a alrededor de 0,5% en
10 peso total, y la composición detergente debe ser añadida de
manera que proporcione una cantidad efectiva de detergente
y suavidad del componente de hidroxí-éter-sulfonato de por
lo menos 0,002%.

15 En el lavado de las telas, la adición de las te-
las y de la composición detergente puede ser llevada a ca-
bo en cualquier forma apropiada convencional. Así, por
ejemplo, las telas pueden ser añadidas al recipiente o la-
vadora ya sea antes o después de que la solución para la-
var es añadida. Las telas son entonces agitadas en la so-
lución detergente durante periodos variados de tiempo sien-
do generalmente usado un ciclo de lavado de desde 8 a 15
minutos en el ciclo de lavado de una lavadora del tipo de
agitador automático. Como se ha expuesto arriba, a conti-
nuación del lavado de las telas la composición detergente
25 es evacuada y las telas son aclaradas en agua substancial-
mente pura. Aquí otra vez, según a gusto, las telas pueden
ser aclaradas tantas veces como se desee. Después de que
se aclaran las telas, éstas son secadas, primero haciéndolas
girar y después en contacto con el aire como en el ma-
30 nejo convencional de tejidos en una cuerda de colgar ropas



o en un sistema de tipo de secador automático.

5 En la preparación de las nuevas composiciones de la presente invención generalmente el componente de hidroxietérsulfonato así como los mejoradores de detergencia y cualesquiera de los ingredientes menores son incorporados a la composición con anterioridad a su conversión en la forma de producto final, por ejemplo, gránulos detergentes, escamas, barras, etc. Sin embargo, los componentes individuales de la nueva composición detergente de la presente invención pueden ser añadidos en forma de partículas o directamente en forma de un líquido para producir una composición detergente líquida.

10

Una composición detergente particularmente preferida de la presente invención comprende el detergente de hidroxietérsulfonato y el componente suavizador en combinación con silensulfonato sódico y pirofosfato de potasio en una forma líquida acuosa de una sola fase, transparente. En tal composición detergente líquida el agua generalmente comprende desde alrededor del 30 hasta alrededor del 70% del total de la composición mientras que el hidroxietérsulfonato comprende desde alrededor del 5 al 15% en peso, el xilensulfonato sódico desde el 5 al 15% en peso y el pirofosfato de potasio, o una sal alcalina mejoradora de detergencia similar, desde alrededor del 10 al 30% en peso.

15

20

25

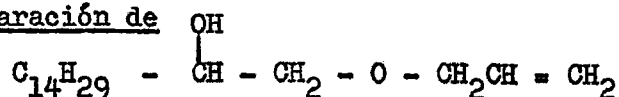
Los siguientes ejemplos específicos ilustran varias realizaciones de la presente invención. Se entenderá, sin embargo, que tales ejemplos son presentados solamente con el propósito de ilustración. Las partes son en peso a no ser que se indique lo contrario.

30

373687



16

EJEMPLO IPreparación de

5 0,3 gramos de sodio son disueltos en 100 ml de alcohol alílico y 48 gm. (0,2 mols) de epóxido de 1,2-hexadecano son añadidos y la mezcla se mantiene a reflujo durante 4,5 horas. Cuando la reacción comienza, la temperatura del sistema de reflujo es de 96,6°C., aumentando lentamente la temperatura durante el curso de la reacción. Después

10 de que el sistema se mantiene a reflujo durante 2,5 horas, la temperatura se eleva a 100,6°C; no se observa más aumento en la temperatura. El curso de la reacción es seguido por medio de cromatografía de fase de gas. La columna usada

15 es una columna de 0,60 m de caucho de silicona (2% SE-30 sobre Cromosorb W). La temperatura es de 100°C. cuando la muestra es inyectada seguido por un aumento programado de temperatura de 15°C por minuto. El epóxido original aparece como un pico después de 6,6 minutos en la columna. Después de 3,5 horas de reflujo el pico de epóxido ha casi desaparecido,

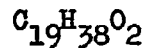
20 mientras que la formación del producto puede verse en forma de un pico fuerte que aparece después de 9 minutos en la columna. Después de 4,5 horas de reflujo el pico de epóxido ha desaparecido completamente.

25 Después de la neutralización con ácido hidrocórico concentrado, el exceso de alcohol es evaporado y el residuo es destilado bajo vacío. Esto rinde 43,5 g (73% de rendimiento) de un líquido incoloro, de intervalo de ebullición de 155-156°C./0,8 mm. Hg, punto de congelación 32,5°C.

30 Un análisis elemental del compuesto corresponde



a la fórmula:

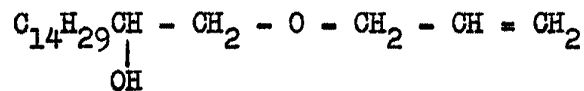


El espectro infrarrojo tiene las siguientes características de absorción:

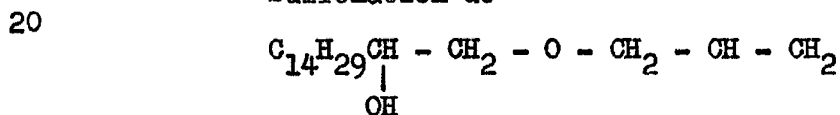
- 5 2,9 micras Banda fuerte debido al bosquejo de O-H en un alcohol
- 6,04 micras Banda débil debido al doble enlace carbono-carbono
- 10 10,05 micras } Dos bandas fuertes debido a un grupo terminal
 10,75 micras } de vinilo
- 8,9-9,2 micras - Banda fuerte y ancha debido a hidroxilo secundario y otros grupos

No se observa banda alguna en la región de 9,6 micras en donde absorben normalmente grupos de hidroxilo primarios.

- 15 El espectro infrarrojo por lo tanto corresponde a la siguiente estructura:



Sulfonación de



- 25 El hidroxíter no saturado producido arriba es sulfonado disolviendo 15 gramos de compuesto intermedio no saturado (0,05 mols) en 25 milímetros de metanol, añadiendo 5,2 gramos de bisulfito sódico disuelto en 10 milímetros de agua, y añadiendo 0,5 milímetros de perbenzoato de butilo terciario como un catalizador. Esta mezcla es agitada a 75°C., siguiendo la reacción por cromatografía de fase de
- 30 gas como anteriormente, observándose este tiempo de desapa

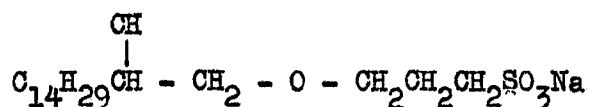
11.9.70

373687



rición del pico a 9 minutos lo cual es debido al hidroxieté-
 ter no saturado. Después de 3 horas a 75°C., casi todo el
 hidroxieté-
 ter no saturado ha reaccionado. Después de 5 horas
 de reacción, la mezcla es enfriada a la temperatura ambien-
 5 te y luego agitada en 300 mililitros de acetona. El sólido
 blanco que precipita es filtrado y recristalizado a partir
 de una mezcla de agua y metanol. Después de secado se ob-
 tienen 16,0 gramos de un sólido blanco (80% de rendimien-
 to). No se pudo obtener un punto de fusión debido a que la
 10 descomposición ocurre alrededor de 175°C.

El espectro infrarrojo y análisis elemental co-
 rresponden a la siguiente estructura:

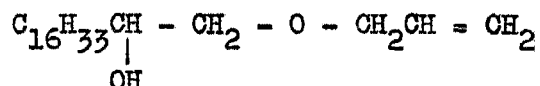


15

EJEMPLO II

El procedimiento general del Ejemplo I es repeti-
 do usando 0,23 gramos de sodio en 100 ml. de alcohol alí-
 lico y añadiendo a ello 54 g. (0,2 mols) de epoxido de 1,2-
 octadecano. Por fraccionamiento al vacío del residuo, des-
 20 pués de eliminar del exceso de alcohol alílico rinde 50
 gramos de un producto blanco; punto de fusión 43-44°C; pun-
 to de ebullición 175-180°C./0,88 mm. de mercurio. El análi-
 sis del espectro infrarrojo y análisis elemental correspon-
 den al producto de la fórmula

25



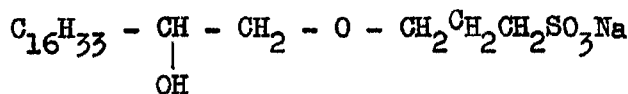
La sulfonación y aislamiento son llevados a cabo como en
 el Ejemplo I usando 11,5 gramos de bisulfito sódico disuel-
 to en 22 ml. de agua y añadiendo la solución a una solu-
 30 ción de 30 g. del anterior hidroxieté-
 ter no saturado en 50



105

ml. de metanol. Un ml. de perbenzoato de butilo terciario es añadido como catalizador. El producto aislado por el espectro infrarrojo y análisis elemental, tiene la estructura:

5

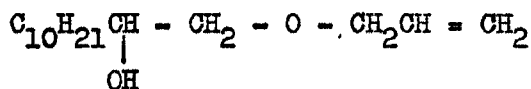


Este producto se descompone a alrededor de 175°C.

EJEMPLO III

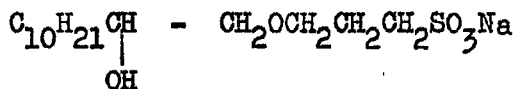
10

El Ejemplo I es repetido otra vez usando una cantidad equivalente de epoxido de 1,2-dodecano. El producto resultante de éter no saturado tiene un punto de ebullición de 117°C./0,5 mm. Hg y tiene la fórmula:



15

La sulfonación como en el Ejemplo I rinde un producto de la fórmula:



EJEMPLO IV

20

La reacción de hexadecano - 1,2-epoxido con alcohol alílico, usando bifluoruroeterato de boro como catalizador.

25

A 116 gramos de alcohol alílico que contiene 0,5 mililitros de bifluorurodiel-eterato de boro se añaden 240 gramos (un mol) del epoxido gota a gota desde un embudo de adición mientras se agita rápidamente. La adición del epóxido se completa en 20 minutos; durante la reacción la temperatura aumenta desde 25°C. a 80°C. Un cromatograma de gas llevado a cabo como se describe en el Ejemplo I muestra que todo el epóxido ha reaccionado. Después de que el exceso de alcohol alílico ha sido eliminado destilando a presión reducida, una muestra del producto de reacción es cro-

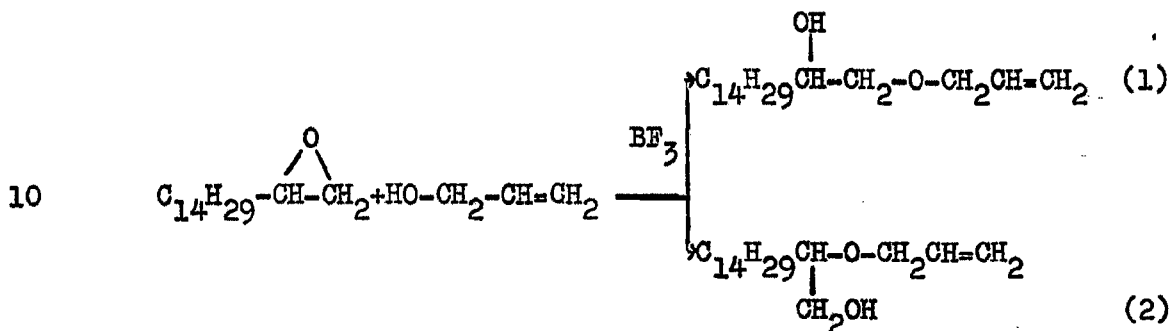
30

11.9.70



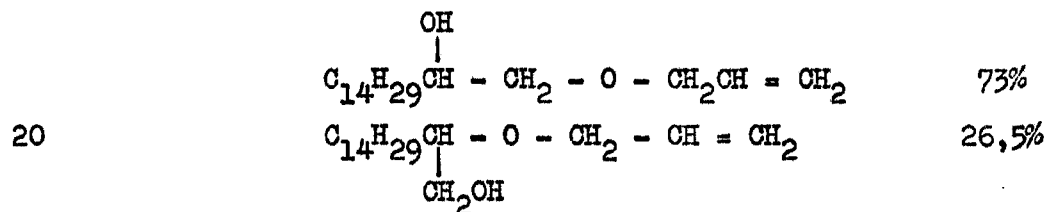
matografiado en una columna de 1,8 m DEGS (20% de succinato de dietilenglicol sobre Cromosorb W); temperatura 200°C., isotérmica.

5 Dos picos son observados, a 10,6 minutos y a 12,5 minutos. Esto muestra que la reacción ha rendido dos productos, por vía de la reacción:



15 Las técnicas de RMN de infrarrojo prueban la presencia de grupos de alcohol primario y secundario. Las áreas bajo los dos picos corresponden a 73,5% del alcohol secundario (1) y 26,5% del alcohol primario isómero (2).

Sulfonación de la mezcla:



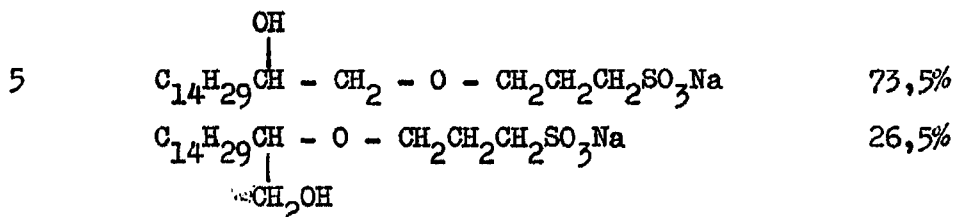
25 90 gramos (0,3 moles) del producto de reacción dado arriba son disueltos en 100 milímetros de metanol; se añade una solución de 31,2 gramos (0,3 moles) de bisulfuro de sodio en 60 mililitros de agua y finalmente 2,5 mililitros de perbenzoato de butilo terciario. El matraz de reacción está equipado con un agitador magnético, herméticamente cerrado calentado a 130°C. durante una hora. Después de enfriar a la temperatura ambiente, la mezcla es agitada en 30 300 mililitros de acetona. El sulfonato sódico que se pre-

373687



capita es filtrado y secado. El rendimiento es de 85 gramos (70%).

El producto tiene la siguiente composición:

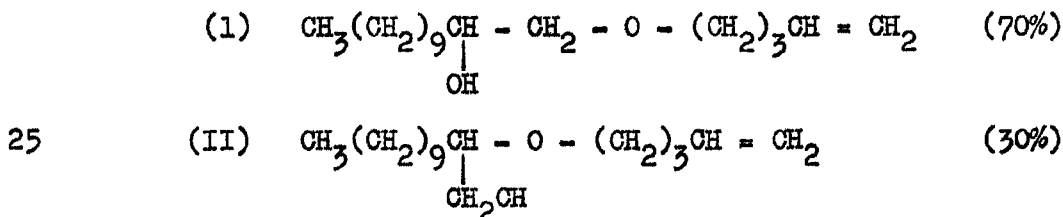


EJEMPLO V

10 Se repite el Ejemplo IV excepto que los dos alcoholes isómeros son separados por el procedimiento cromatográfico descrito en el Ejemplo IV y los productos puros primarios no saturados de alcohol son sulfonados como en el Ejemplo IV.

EJEMPLO VI

15 Es seguido el procedimiento general del Ejemplo IV usando 8,6 gramos (0,1 mol) de 1-penten-5-ol conteniendo 2 gotas de éterato (dietilo) de trifluoruro de boro, y añadiendo en gotas mientras se agita 18,4 gramos (0,1 mol) de dodecano-1,2-epóxido. Se forman los productos principales (es decir, un alcohol primario y uno secundario) como
20 se muestra por el cromatograma de gas. Los productos son isómeros y tienen las estructuras:

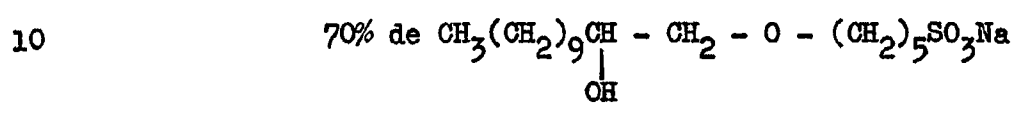


30 Las cantidades relativas son determinadas por cálculos basados en las áreas bajo los picos obtenidos en el cromatograma. La mezcla tiene un punto de ebullición que varía de 140-146°C. a 0,4 mm. Hg.

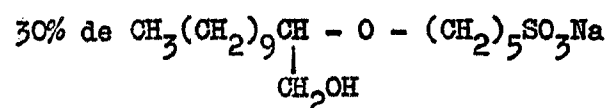


La mezcla producida arriba es sulfonada usando 10
 gramos de dicha mezcla y una solución de 4,55 gramos NaHSO_3
 y 0,25 ml de perbenzoato de butilo terciario en 10 ml. de
 metanol y 7,5 ml. de agua. La agitación se lleva a cabo du-
 5 rante 1-1/2 horas a 135°C . Después de enfriar, 200 ml. de
 acetona son incorporados con agitación en la mezcla. Se for-
 ma un precipitado blanco el cual es filtrado y secado. El
 rendimiento es de 12 g. (85%).

La mezcla sulfonada contiene:

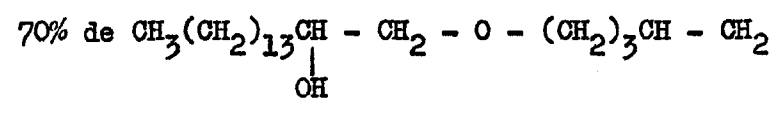


y

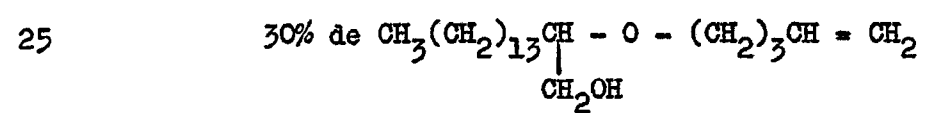


15 EJEMPLO VII

Se repite el ejemplo anterior usando 0,15 mols
 del alcohol y 0,1 mol de hexadecano-1,2-epoxido. La mezcla
 aislada de alcohol no saturado tiene un intervalo de punto
 de ebullición de 178 a 184°C . A 0,6 mm. Hg. El peso molecu-
 20 lar es 326. El producto es un líquido a la temperatura am-
 biente y contiene:



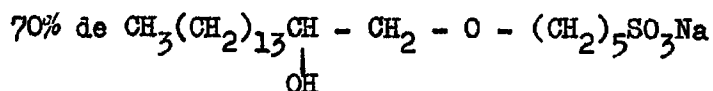
y



16,3 gramos (0,05 mols) de la mezcla de arriba de
 alcoholes no saturados, 16 ml. de metanol, 0,3 ml de perben-
 zoato de terc-butilo, 5,7 gramos (0,055 mols) de bisulfito
 30 sódico disuelto en 11,5 ml. de agua son agitados durante

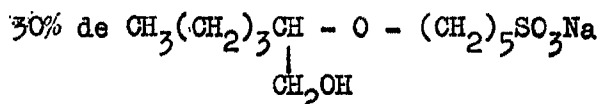


1 hora a 135°C. Luego se vierte la mezcla en acetona y el precipitado resultante es filtrado y secado. El rendimiento es de 16,59 gramos (77%). El producto es una mezcla de:



5

y

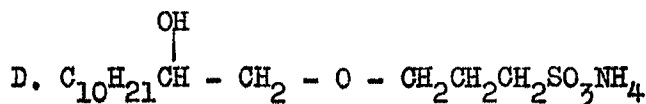
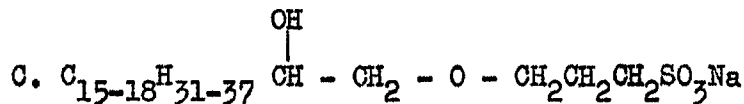
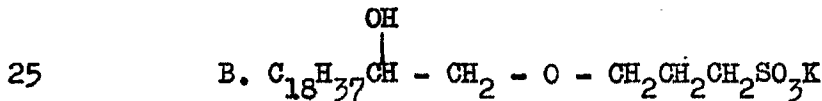
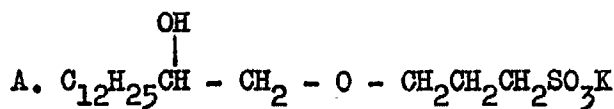


EJEMPLO VIII

10 Se repite el procedimiento de los Ejemplos VI y VII en lo que se refiere a la producción de los alcoholes no saturados. En cada caso la mezcla es separada en los isómeros de los componentes individuales por una técnica de separación en columna cromatográfica de fase de gas. Los 15 4 productos resultantes (2 isómeros del Ejemplo VI y 2 isómeros del Ejemplo VII) son sulfonados como en los Ejemplos VI y VII respectivamente, usando cantidades equivalentes de reactivos.

EJEMPLO IX

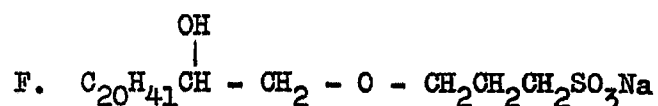
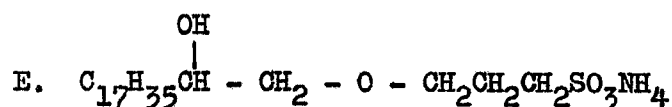
20 De acuerdo con el procedimiento del Ejemplo III, son preparados los siguientes sulfonatos de hidroxí éter:



30

373687

11.9.70



5 En todos los casos el hidroxí-éter-sulfonato es preparado haciendo reaccionar el correspondiente epóxido de cadena larga con alcohol alílico para formar los hidroxí-éter intermedios no saturados con sulfonación del intermedio no saturado con bisulfito de sodio, potasio o amonio para producir el hidroxí-étersulfonato deseado.

EJEMPLO X

15 Se lleva a cabo un experimento con el fin de demostrar la compatibilidad del detergente de hidroxí-éter-sulfonato suavizador de telas con sales alcalinas mejoradas de detergencia, solubles en agua.

20 Una composición que comprende el 15% en peso de 6-hidroxí-4-oxacicosil-sulfonato sódico 35% de tripolifosfato sódico y 50% de sulfato sódico es preparada mezclando respectivamente 3,75 grms. 8,75 gramos y 12,50 gramos de los componentes individuales. Se preparan 25 gramos de una composición en polvo.

25 Esta composición en polvo que comprende el hidroxí-éter-sulfonato, tripolifosfato sódico y sulfato sódico es añadida a 175 gramos de agua preparando por lo tanto 200 gramos de solución. Esta solución es un líquido transparente de una sola fase a la temperatura ambiente.

30 Se ha tratado de preparar una composición detergente líquida, transparente, de una sola fase, empleando una lechada detergente de tridecil-benceno-sulfonato lineal en lugar del hidroxí-éter-sulfonato dado arriba. Un deter-

373687



gente líquido homogéneo de una sola fase no puede ser pre-
 parado sino que la composición producida es opaca con par-
 tículas de detergente granulares las cuales se separan rá-
 pidamente. La disolución de la composición a 500 gramos con
 5 agua adicional no cambia la composición y las partículas de
 tergentes todavía se separan rápidamente.

Esto, por lo tanto, muestra claramente la compa-
 tibilidad poco usual o inesperada del detergente de hidro-
 xi-éter-sulfonato y el suavizador de telas con sales alcal-
 10 linas, solubles en agua, mejoradoras de detergencia.

Otra composición detergente de acuerdo con la
 presente invención es preparada a partir de los siguientes
 componentes:

	<u>Componente</u>	<u>Porcentaje por peso</u>
15	6-hidroxi-4-oxaeicosil-sulfonato sódico	10,0
	solución al 60% de pirofosfato de potasio	25,0
	agua	65,0

De nuevo la composición detergente líquida es una
 solución transparente, viscosa, de una sola fase a la tem-
 20 peratura ambiente.

La preparación de una composición similar se in-
 tenta empleando un alcohol-bencenosulfonato lineal de C₁₃
 en lugar del hidroxí-éter-sulfonato empleado en las compo-
 siciones de la presente invención. Se logra una composición
 25 líquida incompatible de dos capas cuando se mezclan el agua,
 alcohol-benceno-sulfonato lineal y pirofosfato de potasio.

De nuevo esto ilustra la compatibilidad superior
 inesperada de los detergentes de hidroxí-éter-sulfonato y
 suavizadores de telas empleados en las composiciones de la
 30 presente invención con sales alcalinas, solubles en agua,



mejoradoras de detergencia.

EJEMPLO XI

Los hidroxí-éter-sulfonatos preparados en los Ejemplos I al III son probados en cuanto a su detergencia con relación al tridecil-bencenosulfonato lineal, un detergente comercialmente disponible. La detergencia de los materiales producidos en los Ejemplos I al III con respecto al control se hace ya sea en agua blanda o dura o en agua fría o caliente.

Los resultados de las pruebas Spangler de suciedad de detergencia están mostrados en la Tabla I.

TABLA I

Resultados de las Pruebas Spangler de Suciedad*

de Detergencia

Δ Rd.** (Eliminación de Suciedad)

Temperatura y dureza de Agua	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Control (Tridecil-Bencenosulfonato lineal)
21,1°C N.B.*** agua del grifo (90ppm.)	+19,3	+19,6	+17,6	+18,2
21,1°C(300 ppm)	+16,0	+14,9	+11,2	+ 9,3
48,8°C N.B. agua del grifo	+19,7	+20,8	+17,4	+19,9
48,8°C(300 ppm)	+16,5	+15,9	+12,8	+11,6

* La prueba de suciedad de Spangler es llevada a cabo en un tergotómetro usando pedazos de tela de percal de algodón (7,62 cm x 15,24 cm) ensuciadas con sebo preparado sintéticamente y empleando 1,5 g del detergente de prueba y 1 litro de agua; el ciclo de lavado es de 10 minutos a 100 cpm de agitación seguido por cinco minutos de aclarado en la misma agua usada en el lavado. El detergente de prueba está compuesto de:
15% de sulfonato activo
35% de tripolifosfato sódico
50% de sulfato sódico

** un valor + indica eliminación de suciedad
*** New Brunswick, New Jersey

373687



Los resultados mostrados arriba indican una excelente detergencia no esperada en agua dura y agua blanda tanto fría como caliente, si se compara con el detergente comercial de tridecil-bencensulfonato lineal. Correspondientemente, esto ejemplifica las propiedades poco usuales de buena detergencia de los nuevos hidroxí-éter-sulfonatos de la presente invención.

EJEMPLO XII

El hidroxí-éter-sulfonato producido en el Ejemplo I es probado en cuanto a su capacidad como suavizador de telas en una prueba con toallas. El agua empleada para la prueba de suavidad es de 48,8°C y es agua del grifo, de New Jersey. Se prepara una composición detergente controlada combinando 40 gramos de tripolifosfato sódico y 10 gramos de ingrediente activo de dodecil-bencensulfonato lineal. También se añaden 10 gramos del hidroxí-éter-sulfonato producido en el Ejemplo I a 40 gramos del mejorador de detergencia, tripolifosfato sódico.

En una tasación en escala de suavidades desde 1 a 10, siendo 10 la suavidad máxima de la tela, el control que contiene mejorador de detergencia y detergente comercial produce un resultado de 1, mientras que la composición que contiene el hidroxí-éter-sulfonato de acuerdo con la presente invención produce un resultado de 8.

Esta prueba, por lo tanto, indica que los hidroxí-éter-sulfonatos de la presente invención, además de poseer una detergencia excelente, también poseen características excelentes para suavizar las telas.

EJEMPLO XIII

Los productos de hidroxí-éter-sulfonato de los



Ejemplos IV, VI y VII son probados como en el Ejemplo XI con los siguientes resultados:

TABLA II

Resultados de las Pruebas Spangler de Suciedad de Detergencia

		<u>Δ Rd (Eliminación de Suciedad)</u>			
	<u>Temperatura y Dureza de Agua</u>	<u>Ej- IV</u>	<u>Ej. VI</u>	<u>Ej. VII</u>	<u>Control TBSL</u>
5	21,1°C(N.B. agua del grifo)	+18,5	+17,1	+20,4	+18,7
	21,1°C(300 ppm.)	+15,0	+12,0	+17,2	+ 8,9
10	48,8°C(N.B. agua)	+19,7	+18,7	+19,7	+19,5
	48,8°C(300 ppm.)	+18,1	+14,3	+19,6	+13,1

De nuevo son demostradas las realizaciones en general sobresalientes ya sea en agua fría o caliente a ambas durezas de estos productos.

15 EJEMPLO XIV

Se repite el procedimiento del Ejemplo XIII usando lo siguiente:

	sal sódica de 6-hidroxi-4-oxaeicosilsulfonato	10,0%
	solución al 40% de ingrediente activo de xilensulfonato	20,0%
20	solución al 60% de ingrediente activo de pirofosfato potásico	25,0%
	agua	45,0%
		<hr/> 100,0%

25 La composición es preparada como en el Ejemplo I mezclando los componentes individuales y calentando hasta que se forme una composición líquida transparente de una sola fase. La transparencia y homogeneidad de los sistemas son mantenidas cuando se enfría a la temperatura ambiente. La composición líquida de una sola fase tiene una

30 densidad relativa de 1,19, un pH de 9,9 y una viscosidad de



20 cps.

Una composición líquida similar es preparada em-
 pleando una cantidad equivalente de dodecibencenosulfona-
 to lineal, un detergente convencional aniónico en lugar de
 5 la sal sódica del 6-hidroxi-4-oxálicosilsulfonato de la
 presente invención. Debido a la incompatibilidad del deter-
 gente aniónico con las sales alcalinas, solubles en agua,
 mejoradoras de detergencia, el sistema es preparado propor-
 cionando soluciones separadas de (1) dodecibencenosulfona-
 10 to lineal, xilensulfonato y agua y (2) fosfato, xilensulfo-
 nato y agua.

Se lleva a cabo una prueba para la suavidad de
 las telas lavando toallas en 64,43 litros de agua del grifo
 de New Brunswick a 48,8°C, empleando 140 gramos de las com-
 15 posiciones de detergente en líquido. En la escala de suavi-
 dad descrita arriba, la composición de hidroxí-éter-sulfo-
 nato con la sal de fosfato mejoradora de detergencia propor-
 ciona una calificación de suavidad de 9, mientras que el
 sistema comparable que contiene un detergente convencional
 20 de dedecibencenosulfonato lineal califica 1.

Esta prueba, por lo tanto, indica la capacidad
 excepcional para suavizar las telas del hidroxí-éter-sulfo-
 nato empleado en las composiciones detergentes reforzadas
 de la presente invención.

25

EJEMPLO XV

Las siguientes son composiciones detergentes tí-
 picas de acuerdo con la presente invención:

SOLIDA

	<u>Componente</u>	<u>Porcentaje</u>
30	6-hidroxi-4-oxaeicosil-sulfonato sódico	9
	tripolifosfato sódico	48

11.9.70

373687



	<u>Componente</u>	<u>Porcentaje</u>
	sulfato sódico	32,8
	tinte flubrescente	0,18
	perfume	0,02
5	agua	10

SOLIDA

	<u>Componente</u>	<u>Porcentaje</u>
	6-hidroxi-4-oxadocosil sulfonato sódico	17
	tripolifosfato sódico	30
10	sulfato sódico	38,8
	silicato sódico ($\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2 = 1:2,35$)	4
	abrillantador	0,4
	perfume	0,16
	agua	10

15

SOLIDA

	<u>Componente</u>	<u>Porcentaje</u>
	6-hidroxi-4-oxahexadecil sulfonato potásico	30
	pirofosfato tetrasódico	15
	silicato sódico ($\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2 = 1:2,35$)	15
20	carboximetilcelulosa sódica	1,0
	carbonato sódico	30
	agua	3,5
	coadyuvantes miscelaneos	el resto

SOLIDA

	<u>Componente</u>	<u>Porcentaje</u>
25	6-hidroxi-4-oxaocetadecil sulfonato de litio	13,2
	sulfato sódico	20,8
	pirofosfato tetrasódico	50
	toluensulfonato sódico	2,8
30	tinte fluorescente	0,6



agua 12
coadyuvantes miscelaneos el resto

LIQUIDA

	<u>Componente</u>	<u>Porcentaje</u>
5	6-hidroxi-4-oxanonadecilsulfonato potásico	15
	etilendiamintetraacetato sódico	13,6
	fitato de potasio	3,8
	silicato sódico ($\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2 = 1:1,6$)	2,4
	carboximetilcelulosa sódica	0,5
10	agua	balance

LIQUIDA

	<u>Componente</u>	<u>Porcentaje</u>
	sulfonato de 6-hidroxi-4-oxaeicosil-sulfonato de amonio	22
	nitrilotriacetato sódico	17
15	silicato sódico ($\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2 = 1:1,6$)	4,2
	sulfato sódico	6,7
	agua	50
	coadyuvantes miscelaneos	el resto

20 SOLIDO

	<u>Componente</u>	<u>Porcentaje</u>
	6-hidroxi-4-oxahexadecil-sulfonato sódico	6,4
	etilendiamintetraacetato potásico	16,2
	silicato sódico ($\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2 = 1:2,35$)	10,0
25	carboximetilcelulosa	0,5
	tinte fluorescente	0,8
	poli(alcohol vinílico)	0,5
	perfume	0,6
	sulfato sódico	53,4
30	agua	el resto

11.9.70

- 51 -

373687



En cada caso la composición detergente, ya sea sólida o líquida, se encontró que tenía una capacidad excepcional para suavizar las telas y características excepcionales de detergencia.

5

EJEMPLO XVI

Se formulan nuevas composiciones detergentes de la presente invención como en el Ejemplo XV empleando en calidad de hidroxí-éter sulfonato

6-hidroxi-4-tiahexadecil-sulfonato sódico

10

6-hidroxi-oxaeicosil-sulfonato sódico

6-hidroxi-7,7-dimetil-4-oxahexadecil-sulfonato potásico

6-hidroxi-4-oxaheptadecil sulfonato amónico

7-hidroxi-9,9-dimetil-5-oxahexadecil-sulfonato potásico

8-hidroxi-6-oxanonadecil-sulfonato potásico

15

sal de trietanolamina de ácido 8-hidroxi-9,9-dimetil-6-oxa hexadecilsulfónico

10-hidroxi-8-oxahexadecil-sulfonato de litio

12-hidroxi-10-oxahexadecil-sulfonato amónico

En cada caso la composición detergente, ya sea sólida o líquida, se encontró que tiene capacidad para suavizar las telas y características detergentes excepcionales.

20

EJEMPLO XVII

Se formulan composiciones detergentes novedosas de la presente invención como en el Ejemplo XV empleando en calidad de hidroxí-éter-sulfonato:

25

15-hidroxi-13-oxahexadecil-sulfonato sódico

5-hidroximetil-8-metil-12-etil-4-oxapentadecil-sulfonato amónico

6-hidroximetil-5-oxahexadecil-sulfonato de litio

5-hidroximetil-7-oxahexadecil-sulfonato sódico

30

5-metil-5-hidroximetil-5-oxadocosil-sulfonato potásico



10-terc-butil-10-(hidroximetil)-9-oxahexadecilo sulfonato
sódico

6-gamma-hidroxipropil-5-oxahexadecil-sulfonato sódico

7-(delta-hidroxibutil)-6-oxahexadecil-sulfonato sódico

6-isopropil-5-hidroxiisopropilideno

5

En cada caso la composición detergente, ya sea sólida o líquida, se encontró que tiene capacidad para suavizar las telas y características detergentes excepcionales.

EJEMPLO XVIII

10

Se formulan nuevas composiciones detergentes de la presente invención como en el Ejemplo XV empleando en calidad de hidroxietil-sulfonato:

8-hidroxi-6-tianonadecil-sulfonato potásico

15-hidroxi-8-metil-12-etil-13-tiapentadecil-sulfonato amónico

15

7-hidroximetil-6-tiahexadecil-sulfonato amónico

8-isopropil-8-hidroximetil-7-tiahexadecil-sulfonato de litio

5-hidroxiisopropilideno-4-tiahexadecil-sulfonato sódico

5-metilo-5-(beta-hidroxietilo)-4-tiaeicosil-sulfonato sódico

20

10-hidroxi-9-butil-8-tiaoctadecil-sulfonato potásico

En cada caso la composición detergente, ya sea sólida o líquida, se encontró que tenía capacidad para suavizar las telas y características detergentes excepcionales.

EJEMPLO XIX

25

Se repite el Ejemplo I usando los siguientes tioalcoholes (en cantidades equivalentes) en lugar del alcohol alílico.

A. alil-mercaptano

B. 1-buten-3-tiol

30

C. 3,5-dimetil-hexeno-3-tiol

373687

11.9.70



D. 9-deceno-1-tiol

Los productos finales tienen las fórmulas:

- 5 A. $C_{14}H_{29}\underset{\text{OH}}{\text{CH}} - \text{CH}_2 - \text{S} - \text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_3\text{Na}$
- B. $C_{14}H_{29}\underset{\text{OH}}{\text{CH}} - \text{CH}_2 - \text{S} - (\text{CH}_2)_4 \text{SO}_3\text{Na}$
- 10 C. $C_{14}H_{29}\underset{\text{OH}}{\text{CH}} - \text{CH}_2 - \text{S} - \underset{\text{C}_2\text{H}_5}{\overset{\text{CH}_3}{\text{C}}} - \underset{\text{CH}_3}{\text{CH}_2\text{CH}} - \text{SO}_3\text{Na}$
- D. $C_{14}H_{29}\underset{\text{OH}}{\text{CH}} - \text{CH}_2 - \text{S} - (\text{CH}_2)_9 \text{SO}_3\text{Na}$

EJEMPLO XX

15 Se repite el Ejemplo I excepto que en la sulfonación es usado bisulfito de amonio en lugar de la sal sódica. Es producido el correspondiente compuesto de amonio.

EJEMPLO XXI

20 Se repite el Ejemplo I excepto que el producto final es acidulado en agua, la solución acuosa es extraída con alcohol y la forma ácido neutralizada con trietanolamina. El aislamiento se hace similarmente al Ejemplo I por medio de precipitación con acetona.

25 A pesar de que se han descrito varias realizaciones de la presente invención, con referencia a los ejemplos dados anteriormente, se deberá entenderse que la presente invención no está en forma alguna limitada a los mismos sino que está construida tan ampliamente como pueda haber equivalentes de los mismos.

30 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 29 de Noviembre de 1968, bajo los números 780.172 y 780.276, se acoge a



en donde (a) R_1 es un grupo alcohol de cadena recta o
ramificada de C_6 a C_{30} , (b) R_3 a R_7 son seleccionados in-
dependientemente del grupo que consiste en hidrógeno, al-
cohol de C_1 a C_{10} , (c) z es oxígeno o azufre; (d) v , w ,
5 x , e Y tienen los valores 0 ó 1 y $x + y = 1$ y $v + w = 1$;
(e) R_2 es alcohol de C_3 a C_{12} cuando v es 1 y w es 0, y
(f) R_2 es alcoholideno de C_2 a C_{11} cuando v es 0 y w es 1,
que comprende hacer reaccionar un 1,2 epoxialcano de C_3 a
 C_{32} con un alcohol de C_1 a C_{10} olefinicamente no saturado
10 o tiol.

2.- Un procedimiento como se define en la
reivindicación 1, en el cual la reacción es llevada a ca-
bo en presencia de una cantidad catalítica de sodio.

3.- Un procedimiento como se define en la
15 reivindicación 2, en el cual la cantidad de material de
trifluoruro de boro es de alrededor de 0,001% a 10% por
peso basado en el peso total del compuesto de epoxi y al-
cohol hecho reaccionar con el mismo.

4.- Un procedimiento como se define en la
20 reivindicación 1, en el cual el compuesto epoxídico es un
1,2-hexadecano-epóxido y el alcohol es alcohol alcoholi-
co.

5.- Un procedimiento como se define en la
reivindicación 4, en el cual el catalizador empleado es
sodio en cantidades desde el 0,001% al 10% en peso basado
25



en el peso total del compuesto epoxídico y alcohol hecho reaccionar con el mismo.

5 6.- Un procedimiento como se define en la reivindicación 1, en el cual w en la fórmula es cero, el cual comprende hacer reaccionar un 1,2-epoxi-alcano de C_8 a C_{32} con un alcohol de C_1 a C_{10} olefinicamente no saturado o tiol y después sulfonar el producto resultante con un bisulfito en presencia de un iniciador de peróxido.

10 7.- Un procedimiento como se define en la reivindicación 6, en el cual desde el 0,001% hasta alrededor del 10% de un catalizador es empleado en el paso de reacción de compuesto epoxídico y alcohol.

15 8.- Un procedimiento como se define en la reivindicación 7, en el cual dicho catalizador es sodio.

9.- Un procedimiento como se define en la reivindicación 1, en el cual el valor de v en la fórmula general es 1.

20 10.- Un procedimiento como se define en la reivindicación 9, en el que se añade además una sal mejoradora de detergencia.

25 11.- Un procedimiento como se define en la reivindicación 10, en el cual la sal mejoradora de detergencia es un polifosfato.

12.- Un procedimiento como se define en la

373687



reivindicación 10, en el cual la sal mejoradora de deter-
gencia es un compuesto orgánico de nitrógeno.

13.- Un procedimiento como se define en las
reivindicaciones 9 a 12, en el que se añade además agua.

5 14.- Un procedimiento como se define en la
reivindicación 13, en el que se añade además un hidrotro-
po.

15.- Un procedimiento para producir nuevos
compuestos detergentes.

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

Esta Memoria consta de cincuenta y ocho ho-
jas escritas a máquina por una sola cara.

15

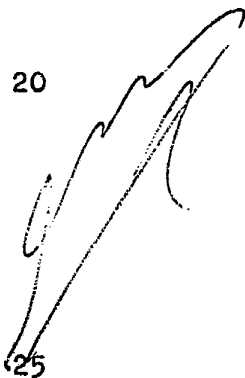
- 8 MAR 1972

Madrid,

P.A.


Alberto de la Torre
Perito

20


25

373687