

384207



REGION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>C07</u> <u>C11</u>
SUBCLASE <u>C</u> <u>D</u>

2

PATENTE DE INVENCION

Case H-181

384207

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ALQUILBENCIL-DIALQUIL(INFERIOR)AMONIO-ALCANO-1-SULFONATOS.

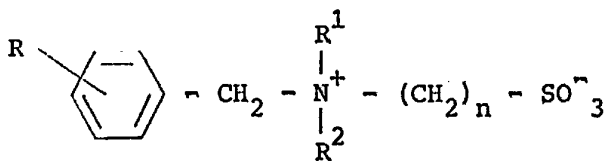
=====

Solicitante: THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, entidad norteamericana, residente en 301 East Sixth Street, Cincinnati, Ohio 45202, EE.UU. de A,

=====

Este invención se relaciona con un procedimiento para preparar alquilbencil-dialquil(inferior) amonio-alceno-1-sulfonatos que tienen la fórmula general.

384207



5. en donde R es un grupo alquilo de cadena recta o ramificada que tiene desde 8 hasta 24, preferiblemente desde 10 hasta 18 átomos de carbono, R¹ es un grupo alquilo que tiene desde 1 hasta 6 átomos de carbono, R² es un grupo alquilo que tiene desde 1 hasta 6 átomos de carbono, y n es un número entero desde 1 hasta 4, preferiblemente 2 o 3. Estos compuestos tienen propiedades excelentes para dispersar nata y son efectivos en composiciones de jabón sólidas, granulares, en barra o líquidas para reducir la formación de nata de jabón insoluble.
10. Se describen también en la presente composiciones comprendiendo jabones de ácidos grasos superiores y los alquilbencil dialquilamonio alcano-1-sulfonatos. Los resultados deseables son obtenidos cuando la relación de jabón a compuesto dispersante, en peso, es desde 3:1 hasta 100:1.
15. Las composiciones detergentes basadas en jabones hidrosolubles convencionales tienen muchas propiedades deseables, que las hacen por lo menos altamente competitivas con las composiciones detergentes basadas en otros detergentes orgánicos. Sin embargo aquellas tienen el inconveniente bien conocido de formar jabones insolubles en aguas duras, y estos tienden a producir floculación, especial-

25.

384207



mente bajo las condiciones del enjuage, para formar lo que se conoce a menudo como "nata de cal". Esta tiende a depositarse sobre los tejidos que han sido lavados, en donde, en efecto, dicha nata constituye "suciedad", o sobre las vasijas en las cuales se lleva a cabo el lavado y el enjuage, por ejemplo como depósitos en las máquinas de lavar, o como "anillo de bañera". En el desarrollo de los productos de lavar, este inconveniente ha sido generalmente contrarrestado bien mediante composiciones basadas en detergentes sintéticos sin contener jabón alguno o únicamente cantidades menores de jabón o añadiendo a las composiciones de jabón agentes, conocidos a menudo como "dispersantes de jabón insoluble". Estos agentes evitan la formación de jabones de cal insolubles, o evitan que tales jabones produzcan floculación, de manera que los mismos sean arrastrados con el líquido de lavado o de enjuage y no se adhieran a los tejidos o a las superficies de las vasijas utilizadas para el lavado.

Se ha encontrado ahora que ciertos compuestos zwitteriónicos/novedosos, derivados de los alquilbencenos tales como los llamados alquilatos de detergente, tienen excelentes propiedades dispersantes de nata cuando se combinan, aún en pequeñas proporciones con el jabón. Dichos compuestos también mejoran la espuma de los productos de jabón, bajando la concentración justamente requerida para formar espuma en el agua dura, tal concentración

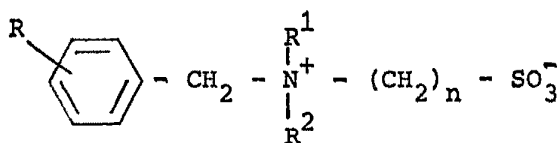
384207



siendo la concentración en la cual el jabón por primera vez resulta útil para limpiar los artículos.

Los nuevos compuestos son alquilbenzil dialquilamonio alcano-1-sulfonatos y tienen la fórmula siguiente:

5.



10. en donde R es un grupo alquilo de cadena recta o ramificada teniendo 8 a 24, preferiblemente 10 a 18 átomos de carbono, R¹ es un grupo alquilo teniendo 1 a 6 átomos de carbono, R² es un grupo alquilo teniendo 1 a 6 átomos de carbono, y n es un entero desde 1 a 4, preferiblemente 2 o 3.

15. La invención también abarca composiciones detergentes comprendiendo jabón hidrosoluble y un compuesto tal como se define arriba.

20. Preferiblemente, los compuestos zwitteriónicos son aquellos en donde R¹ y R² son cada uno radicales metilo o etilo. Se prefiere usar aquellos compuestos en donde R es de cadena recta. Los compuestos zwitteriónicos pueden estar basados en mezclas de alquilbenzeno, tales como la mayor parte de los alquilatos de detergente comerciales, los cuales contienen una mezcla de alquilbencenos de longitud de cadena media dentro de las escalas mencionadas anteriormente en la presente.

25. Los compuestos zwitteriónicos de la invención pueden hacerse convenientemente. Un método es formando el cloruro de alquilbenzilo, es decir, por

30.

384207

2



reacción en ácido acético de un alquilbenceno con aldehído fórmico y ácido clorhídrico en la presencia de cloruro de zinc, y tratar este compuesto con la dialquilamina apropiada para formar la dialquilamina de alquilbencilo.

5. La amina terciaria resultante puede hacerse reaccionar por ejemplo, con sulfonato de alcano halogenado, típicamente $\text{Cl}(\text{CH}_2)_n\text{SO}_3\text{Na}$ en donde n tiene el significado definido anteriormente en la presente, o, con los compuestos en donde n es 3 o 4, con propano- o butano-sulfona. Otras vías de preparación se les ocurrirán a los expertos en el arte y pueden ser seleccionadas sobre las bases de conveniencia o de ventajas económicas.

10. Por ejemplo, puede preferirse fijar el grupo sulfonato de alcano al nitrógeno amino y a continuación fijar el radical alquilbencilo.

15. Los jabones hidrosolubles que pueden ser usados en las composiciones detergentes de la invención son los jabones de los ácidos grasos superiores usados normalmente para el lavado, por ejemplo, las sales de metal alcalino, especialmente las de sodio y potasio de los ácidos grasos teniendo desde 8 a 24, especialmente 10 a 18 átomos de carbono.

20. Los jabones pueden ser hechos por saponificación directa de los aceites y grasas naturales, tales como sebo, aceite de palma, manteca, grasas, aceites de coco y de semilla de palma y muchos otros, o los mismos pueden ser hechos por neutralización de ácidos grasos derivados de tales aceites y grasas o de

25.

30.

384207 2 OCT 1971



aquellos hechos sintéticamente o derivados del petróleo y fuentes similares.

Los jabones de aceites y grasas naturales, o de los ácidos grasos derivados de aquellos, serán predominantemente de cadena recta, los ácidos grasos sintéticos o aquellos derivados de fuentes de petróleo pueden ser de cadena recta o ramificada. Los jabones preferidos son aquellos hechos de mezclas de sebo, grasa o aceites de palma para proveer radicales de ácido graso de cadena más larga, es decir, C_{16-18} , y de aceite de coco o de semilla de palma para proveer radicales de ácido graso de cadena más corta, es decir C_{10-14} .

Los compuestos zwitteriónicos de la invención pueden estar presentes en cualquier proporción relativa al jabón efectivo para proveer propiedades dispersantes de jabón insoluble. Pero están normalmente presentes en proporciones relativamente pequeñas. Los resultados deseables se obtienen cuando la relación de jabón a zwitteriónico, en peso, es desde 3:1 a 100:1, especialmente desde 10:1 a 20:1.

Las propiedades dispersantes de jabón insoluble de los compuestos zwitteriónicos de la invención pueden emplearse con ventaja añadiendo los compuestos al líquido del lavado, antes o cuando el jabón es añadido o antes que el proceso del lavado haya comenzado. Ordinariamente, los compuestos zwitteriónicos son incorporados a una composición de jabón, la cual puede ser en forma

384207-2



sólida, granular, en barras o líquida.

- Mezclas de los compuestos zwitteriónicos de la invención pueden ser empleadas satisfactoriamente. Una sal coadyuvante alcalina puede ser incluida. Los nuevos compuestos son particularmente valiosos como un componente de los productos de jabón granulares, especialmente polvos de jabón reforzados destinados primariamente al lavado de ropa. Tales productos pueden contener, en adición al jabón y al compuesto zwitteriónico, sales coadyuvantes alcalinas hidrosolubles. Las sales coadyuvantes adecuadas incluyen los silicatos, carbonatos, fosfatos y polifosfatos de metal alcalino, borax, agentes sequestrantes orgánicos, tales como el nitrilotriacetato sódico, etan-1-hidroxi-1,1-difosfonatos, y similares. Agentes blanqueadores tales como perborato o percarbonato de sodio pueden estar presentes. Componentes menores tales como colorantes, perfumes, agentes de suspensión de suciedad tales como carboximetil celulosa, enzimas, inhibidores de deslustre, agentes eliminadores de polvo, estabilizadores para los agentes blanqueadores y/o las enzimas y similares pueden también ser empleados.
25. La invención se ilustra mediante los ejemplos siguientes:

EJEMPLO I

Preparación de 3-(dodecibencil dimetil amonio) propano-1-sulfonato.

30. 111 gramos de p-clorometil dodecibenceno

F 2 OCT 1971



384207

(C₁₂H₂₅C₆H₄CH₂Cl) y 170 gramos de dimetilamina fueron cargados en un autoclave provisto con medios de agitación y calentamiento. La mezcla fué calentada

- 5. en el autoclave cerrado, con agitación de manera que la temperatura subió hasta 155°C durante un período de dos horas. Después de enfriarse la mezcla de reacción, se separó en dos capas. La capa superior fué separada, lavada con agua y secada, y rindió 69 gramos de dodecibencildimetilamina de 98% de pureza aproximadamente.

- 10. 30.3 gramos de esta amina terciaria, 12.2 gramos de propano sultona y 168 gramos de acetona fueron calentados, con agitación, bajo reflujo durante 3-1/2 horas. El sólido que se separó fué filtrado y lavado con acetona y secado a 60°C. El filtrado fué tratado con 1.2 gramos adicionales de propano sultona y el sólido que se formó fué filtrado y tratado como se describe arriba. Esto fué repetido. El rendimiento total fué 35.7 gramos del compuesto deseado, 3-(dodecibencil dimetilamonio) propano-1-sulfonato.

EJEMPLO II

Efecto Dispersante de Nata

- 25. Se preparó una solución de jabón al 1-1/2% en agua blanda, y se proveyeron dispositivos para que pudiera hacerse burbujear aire a través de la solución para formar espuma, la cual fué arrastrada por la corriente de aire hacia un recipiente conteniendo agua dura (515 partes por millón como CaCO₃), en la cual la espuma fué extinguida. Me-



384207

5. diante este tratamiento, se formó jabón de cal en forma floculada en el agua dura. El agua fué vertida a través de un tamiz Británico Normal (BSS) de 100 mallas y el jabón de cal floculado recogido fué secado y pesado. La adición de dispersantes de nata a la solución de jabón redujo el peso de jabón de cal floculado formado.

10. En la prueba, el jabón solo dió 0.27 gramos de jabón de cal floculado. El jabón con 10% en peso del jabón de 3-(dodecibencil dimetilamonio) propano-1-sulfonato, preparado de acuerdo con el Ejemplo I, dió 0.01 gramos de jabón de cal floculado indicando la dispersión casi completa de la nata.

15. EJEMPLO III

20. Se prepararon soluciones al 1.9% de jabón en agua de-ionizada, conteniendo en adición cantidades de 3-(dodecibencil dimetilamonio) propano-1-sulfonato (C_{12} sultafina) y de 3-(nonilbencil dimetilamonio) propano-1-sulfonato (C_9 sultafina). Cada solución fué colocada en un baño de agua para mantener su temperatura a 55°C y se hizo burbujear nitrógeno a través de ellas a una velocidad fija. La espuma formada fué arrastrada durante un tiempo pre-determinado hacia una vasija conteniendo agua dura (515 partes por millón como $CaCO_3$), en la cual la espuma fué extinguida. El agua fué vertida a través de un tamiz Británico Normal (BSS) de 200 mallas tarado y los jabones de cal floculados retenidos fueron determinados, después de secar, vol-

25.

30.

384207



viendo a pesar el tamiz. Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

Peso del jabón de cal flocculado retenido

Relación en Peso

	Jabón: Sultaína	<u>C₁₂ Sultaína</u>	<u>C₉ Sultaína</u>
5.	50 : 1	0.0037 g.	0.0054 g.
	20 : 1	0.0019	0.0054
	10 : 1	0.0005	0.0027
	6 : 1	0.0007	0.0016
10.	3 : 1	0.0018	0.0012
	Sin Sultaína	0.024	0.025

EJEMPLO IV

Se preparó una composición de jabón doméstico para trabajo pesado A consistente de:

15.	Jabón Real	50% (90% sebo; 10% aceite de coco)
	Silicato de sodio	9
	Tripolifosfato de sodio	10
	Acil monoetanolamida grasa	4
	Carboximetilcelulosa	0.3
20.	Perborato de sodio	16.5
	Miscelánea	1.2
	Humedad	<u>9.0</u>
	TOTAL....	100.0

Una composición B consistió de 95.2 partes de la Composición A y 4.8 partes de 3-(dodecibencil dimetilamonio) propano-1-sulfonato, derivado de dodecibenceno lineal comercial. Soluciones de estas composiciones de concentración 0.25% en peso, fueron hechas en agua dura (256 partes por millón como CaCO₃) en una máquina lavadora Hoover Mark III

384207



- y agitadas durante 30 segundos a 54°C. El agitador fué parado y después de 30 segundos una placa perspex negra fué introducida en la solución durante 5 segundos y retirada a través de cualquier nata presente sobre la superficie del líquido. La placa fué examinada visualmente para ver cualquier nata adherida. Las soluciones de la composición A dejaron nata visible sobre las placas negras, mientras que aquellas de la composición B no dejaron nata alguna.
- 5.
10. Resultados similares son obtenidos cuando el tripolifosfato de la composición B es reemplazado en todo o en parte por carbonato de sodio, borax, nitrilotriacetato trisódico o etan-1-hidroxi-1,1-difosfonato sódico en cuanto a que la formación de nata es reducida al mínimo.
- 15.

EJEMPLO V

- Cuando incrementos de las composiciones del Ejemplo IV fueron añadidos a 39 litros de agua en la misma máquina lavadora se encontró que 105 gramos de la composición A fueron requeridos justamente para formar espuma estable, comparados con 42 gramos de la Composición B.
- 20.

- La descripción precedente de la presente invención ha sido presentada describiendo ciertas modalidades operables y preferidas. No se pretende que la invención sea limitada por esto, ya que variaciones y modificaciones de la misma serán evidentes para aquellos expertos en el arte, todas las cuales caen dentro del espíritu y alcance de las reivindicaciones anexas.
- 25.
- 30.



NOTA

Describe suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones o detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Inglaterra con el nº 48278/69 de 1 de octubre de 1969, accogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicite una Patente de Invención por 20 años, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ALQUILBENCILDIALQUIL(INFERIOR)AMONIO-ALCANO-1-SULFONATOS; caracterizándose por lo siguiente:

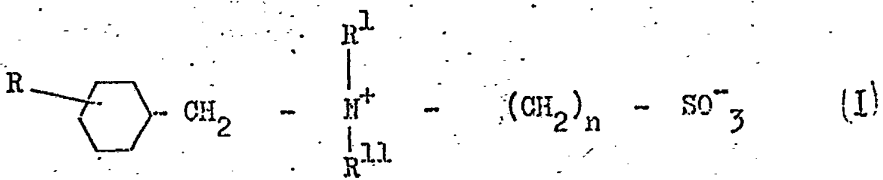
5.

10.

15.

20.

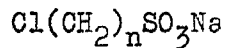
1.- Procedimiento para la obtención de alquilbencil-dialquil(inferior)amonio-alceno-1-sulfonatos, útiles como agentes de superficie activa zwitterionicos, de fórmula general:





5. en la que R es un grupo alquilo de cadena recta o ramificada con 8 a 24 átomos de carbono; R¹ y R¹¹ son cada uno un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono y n es 1-4, caracterizado porque se hace reaccionar un alquilbenceno con formaldehído y cloruro de hidrógeno, en ácido acético, y en presencia de cloruro de zinc, y el producto resultante se trata con una dialquilamina para formar una alquilbencil-dialquilamina la cual se hace reaccionar ulteriormente con un haloalcano-sulfonato.
- 10.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se hace reaccionar un haloalcano-sulfonato que tiene la fórmula general:



en la que n se define como anteriormente.

15. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se hace reaccionar la alquilbencil-dialquilamina con propeno- ó butano-sulfona, en lugar del haloalcano sulfonato, para producir los compuestos de fórmula (I) en los que n es 3 ó 4 respectivamente.
- 20.

3.-Procedimiento para la obtención de alquilbencil-dialquil(inferior)amnio-alcano-1-sulfonatos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

384207



Este Memoria consta de 14 hojas escritas a
máquina por una sola cara.

2 OCT. 1970

Madrid,

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY.

J. GOMEZ ACEBO Y MODEI
P. F. Bravo de A. GARCIA BRAVO

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over the typed name "J. GOMEZ ACEBO Y MODEI". The signature is highly cursive and loops around the text.

A large, stylized handwritten signature or scribble in black ink, located in the bottom left corner of the page. It consists of several overlapping, sweeping lines.