

408761

150



P - 52.583

Case 1226

408761

MEMORIA: DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA por 20 años

a nombre de MO OCH DOMSJÖ AKTIEBOLAG

F-G-25-8-75

entidad sueca

Int. Cl.: D06M

con domicilio en Fack, 891 01 Örnsköldsvik 1, Suecia

por: "UN METODO PARA REDUCIR LA CAPACIDAD DE CARGA ELECTROSTATICA DE UN MATERIAL Y/O MEJORAR SU SUAVIDAD"

(Clase Internacional D06m)

9.12.72

- 1 -

408761



La presente invención se refiere a un compuesto tensioactivo catiónico, que da a los materiales tratados con él menos tendencia a la carga electrostática y/o una mayor suavidad.

5 Se han hecho intentos para impartir a los materiales textiles mayor suavidad y para reducir su carga electrostática tratándolos con compuestos cuaternarios del tipo $(R'')_2(R')_2N^+Cl^-$, donde R' es un grupo metilo o etilo y R'' es un grupo cetilo o un grupo estearilo. Hay considerables desventajas con este tipo de compuestos, concretamente porque, a causa de su naturaleza hidrófoba, disminuyen severamente la absorptividad de agua del material textil. Los compuestos en cuestión son fabricados por cuaternización de, por ejemplo, diestearilamina con cloruro de metilo o sulfato de dimetilo. La diestearilamina se obtiene calentando el correspondiente ácido graso en presencia de amoníaco, con posterior hidrogenación del estearonitrilo formado pasando por la sal de amonio y el derivado de amida. Este método de fabricación se ha mostrado tanto dificultoso como caro, y da rendimientos relativamente malos.

10

15

20

Se ha encontrado ahora, sorprendentemente, que un nuevo grupo de compuestos cuaternarios activos catiónicos dan un efecto antiestático y suavizador muy bueno, con una fabricación sencilla y a bajo coste. Además, los materiales textiles tratados con estos compuestos muestran

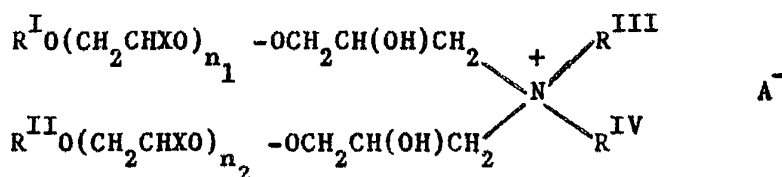
25

9.12.72

408761



propiedades de absorción de agua considerablemente mejores que los tratados con los compuestos cuaternarios de alcohol antes mencionados. El grupo de compuestos comprendido por la invención puede resumirse en la fórmula general siguiente



10 donde R^I y R^{II} son, independientemente uno de otro, grupos alifáticos con 8 a 22 átomos de carbono, X es un hidrógeno o un grupo metilo, R^{III} y R^{IV} son grupos metilo o etilo, y n_1 y n_2 son, independientemente uno de otro, números enteros de 0 a 5. Unas amplias investigaciones del efecto de estos compuestos sobre diferentes materiales textiles han mostrado que los compuestos según la invención tienen, sin excepción, superiores propiedades antiestáticas que las de los compuestos cuaternarios anteriormente usados. Es particularmente notable el hecho de que los grupos glicerilo y pequeñas cantidades de unidades de alcoholenglicol en los compuesto, particularmente unidades de etilenglicol, mejoran las propiedades antiestáticas. Las propiedades suavizantes de los compuestos están también influenciadas por el número de unidades de alcoholenglicol, y se ha encontrado que los

9.12.72

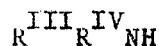
408761



compuestos con valores de n_1 y n_2 de 0 a 2 tienen claramente las mejores propiedades. Por estos hechos se prefieren los compuestos de la fórmula anterior en los que X es hidrógeno y n_1 y n_2 tienen un valor promedio de 0 a 2.

5 Entre los compuestos particularmente preferidos según la invención se encuentran aquellos en que R^I y R^{II} son, independientemente uno de otro, cadenas de hidrocarburos con 8 a 14 átomos de carbono, ya que son estables frente a la congelación y descongelación en disoluciones en agua de 5 a 10 por ciento, es decir no tienen tendencia, o sólo muy ligera, a la gelificación y separación por congelación y descongelación repetida. En forma concentrada son líquidos, y ésto facilita la formación de productos para el consumidor.

15 Una ventaja considerable de los nuevos compuestos catiónicos activos es que son fáciles de producir a escala industrial. Así, pueden ser obtenidos de manera conocida añadiendo 0-5 moles de óxido de etileno, propileno o butileno a un alcohol de 8-22 átomos de carbono, que se hace reaccionar con epiclorhidrina para formar el correspondiente éter de clorglicerilo, que se hace reaccionar con una amina secundaria de la fórmula general



25

9.12.72

408761

15



óxido de alcoholeno del mismo, y la epiclorhidrina, se efectua a una temperatura de aproximadamente 100-150°C, en presencia de un catalizador. Entre los catalizadores, se han mostrado como particularmente buenos SnCl_4 , BF_3 y HClO_4 , dando una reacción rápida y fácilmente controlable, pero también son útiles otros catalizadores ácidos, tales como ácido toluensulfónico y ácido sulfúrico. Para conseguir una reacción completa de los compuestos de alcohol, generalmente se añade un exceso de epiclorhidrina. La cuaternización de la amina secundaria con éter de cloroglicerilo se efectua en presencia de un disolvente orgánico con un punto de ebullición de al menos 60°C, siendo el disolvente por ejemplo metanol, etanol y éter monoetilico de dietilenglicol.

Los compuestos según la invención pueden ser fabricados también variando el método anteriormente descrito. Así, el éter de cloroglicerilo puede hacerse reaccionar con anoniaco o una amina primaria con un sustituyente de metilo o etilo, y la cuaternización puede efectuarse entonces, por ejemplo, con cloruro de metilo o etilo o sulfato de dimetilo o sulfato de dietilo. Sin embargo, este método es más complicado que el descrito anteriormente, e implica más etapas de reacción y da un mayor número de subproductos y menores rendimientos totales.

9.12.72

408761



Los alcoholes con 8-22 átomos de carbono que se usan en la fabricación de los compuestos según la invención, pueden ser tanto sintéticos como naturales. Los naturales, los llamados alcoholes grasos, se fabrican generalmente por reducción de ácidos grasos o ésteres de ácidos grasos obtenidos a partir de aceites vegetales, tales como aceite de coco, aceite de palma, aceite de soja, aceite de linaza, aceite de maíz o aceite de ricino, o bien aceites o grasas animales, tales como aceite de pescado, aceite de cachalote, sebo o manteca. Entre los alcoholes adecuados pueden citarse los siguientes: alcohol octílico, alcohol decílico, alcohol dodecílico, alcohol tetradecílico, alcohol cetílico, alcohol estearílico, alcohol eicosílico, alcohol oleílico y alcohol eicosenílico. Los alcoholes sintéticos se fabrican preferiblemente según el procedimiento Ziegler o el procedimiento Oxo. La mayoría de los alcoholes fabricados según el procedimiento Oxo tienen una cadena más o menos ramificada, lo que hace posible un gran número de isómeros. Las propiedades físicas y químicas de estos alcoholes son muy similares a las de los alcoholes primarios de cadena recta.

Las aminas secundarias adecuadas para el método según la invención son la dietilamina y la dimetilamina, que están disponibles en el comercio. Las aminas primarias que pueden usarse son la metilamina y la etilamina.

408761

15 01



Los compuestos según la invención se han mos-
trado particularmente adecuados para proporcionar a los
materiales textiles suavidad y para reducir la tendencia a
la carga electrostática de ciertos materiales. Así, los
5 compuestos pueden añadirse en el enjuagado de materiales
textiles. Por su buena afinidad para las fibras textiles,
el aditivo puede introducirse en cualquier agua de enjua-
gado o aclarado, aunque el mejor efecto se obtiene si el
aditivo se añade a la última agua de enjuagado. La canti-
10 dad de compuesto cuaternario que ha de añadirse en el en-
juagado de materiales textiles, varía con el material tex-
til, las condiciones de lavado y el efecto deseado, pero
como norma el aditivo ha de añadirse a 0,01-0,50 gramos,
preferiblemente 0,05-0,15 gramos por litro de agua de
15 enjuagado, ó 0,1-5,0 gramos, preferiblemente 0,5-1,5 gra-
mos/kilogramo de material textil. Los compuestos pueden
añadirse también en el prelavado o en el lavado principal,
pero en estos casos se reduce algo el efecto obtenido. El
material textil puede ser no tejido y constar de fibras
20 sintéticas o naturales, tales como algodón, lino, lana,
rayón, fibras de poli(cloruro de vinilo), fibras de poli-
propileno, fibras de poliamina, fibras de poliéster y
fibras de poliamida. En la fabricación de productos a ba-
se de papel, tales como hojas, telas, compresas higiénicas,
25 pañales adsorbentes y tampones adsorbentes, los compuestos

9.12.72

- 8 -

408761

15



según la invención pueden ser añadidos a la suspensión acuosa de pasta en una proporción de 0,02-2% en peso, con respecto a la celulosa seca, para dar al producto acabado buena suavidad y absorción de agua. Además, se ha encontrado
5 que es adecuado aplicar disoluciones de los compuestos de la presente invención a materiales con tendencia a la indeseable carga electrostática, por pulverización o recubrimiento. Esta técnica es particularmente útil sobre materiales u objetos que normalmente se lavan muy raramente o no
10 son lavados nunca. Son productos de esta clase, por ejemplo, las moquetas y las tapicerías; las pieles de poliacrilonitrilo o lana de rayón; pieles y cuero; papel y productos de papel; lana de vidrio y otras lanas minerales; discos; cintas grabadoras para sonidos o imágenes; superficies de
15 barnices y pinturas; hojas metálicas; chasis de dispositivos eléctricos y electrónicos, etc. Los compuestos tienen también un acusado efecto suavizante sobre objetos fibrosos o textiles, tales como alfombras, productos a base de fibras celulósicas, pieles y lana mineral.

20 Los compuestos según la invención se usan generalmente en forma de una disolución en agua al 5-10 por ciento, que además de la sustancia activa contiene, por ejemplo, aditivos solubilizantes tales como etildiglicol, para disminuir la viscosidad de la disolución. Es posible
25 incorporar también, de modo conocido, tensioactivos no

408761



iónicos, tales como aductos de óxido de etileno u óxido de propileno y alcoholés alifáticos o alcohol-fenoles, aumentando así la capacidad de rehumectación de los materiales textiles tratados.

5 Para fines especiales puede ser deseable disolver el compuesto según la invención en un disolvente volátil, de modo que el disolvente pueda evaporarse rápidamente. En estos casos pueden usarse como disolventes acetona, metanol, etanol, isopropanol, o mezclas de los mismos.

10 Los ejemplos siguientes ilustrarán más la invención.

EJEMPLO 1

15 En un recipiente provisto de dispositivos para calentamiento y agitación y un refrigerante de reflujo, se introdujeron 300 g (1 mol) de una masa fundida de alcohol graso de sebo (mezcla de alcoholes cetílico, estearílico y eicosílico) se hicieron reaccionar con 0,5 moles de óxido de etileno por mol de alcohol, y con hidróxido de sodio usado como catalizador. La masa fundida fue mantenida
20 a 75°C mientras era agitada, y después se introdujeron 3 g. de SnCl₄ y se añadieron 101 g. (1,1 moles) de epíclorhidrina durante 1 hora. La temperatura fue elevada después a 125°C y fue mantenida durante otras 2 horas. La epíclorhidrina
25 restante fue separada por tratamiento bajo vacío, y el

9.12.72

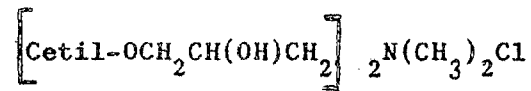
408761



compuestos, que se denominarán B-G, eran:

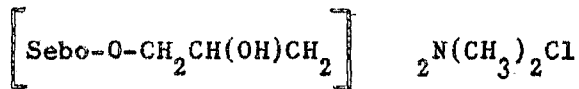
B. Producto de reacción de 2 moles de alcohol cetílico, 2 moles de epiclorhidrina y 1 mol de dimetilamina. La fórmula estructural es

5



C. Producto de reacción de 2 moles de alcohol graso de sebo, 2 moles de epiclorhidrina y 1 mol de dimetilamina. La fórmula estructural es

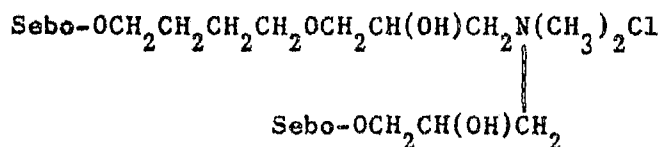
10



D. Producto de reacción de 2 moles de alcohol graso de sebo, 1 mol de óxido de butileno, 2 moles de epiclorhidrina y 1 mol de dimetilamina. La fórmula estructural media es:

15

20



E. Producto de reacción de 2 moles de alcohol graso de sebo, 4 moles de óxido de etileno, 2 moles de epiclorhidrina y 1 mol de dimetilamina. La fórmula

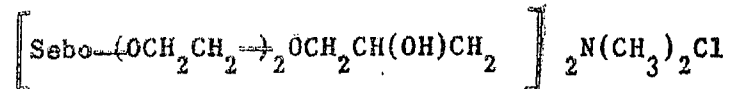
25

408761

15



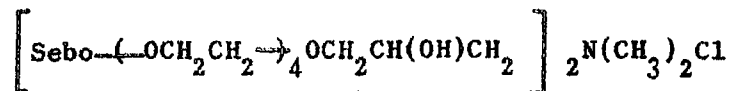
estructural media es



5

F. Producto de reacción de 2 moles de alcohol graso de sebo, 8 moles de óxido de etileno, 2 moles de epiclorhidrina y 1 mol de dimetilamina. La fórmula estructural media es

10



G. Producto de reacción de 2 moles de una mezcla de alcoholes grasos de alcoholes de C_{20} y C_{22} , 8 moles de óxido de etileno, 2 moles de epiclorhidrina y 1 mol de dimetilamina. La fórmula estructural media es

20

EJEMPLO 8

En este Ejemplo se hizo una comparación con un producto comercial, constituido por 75% de cloruro de diestearil-dimetil-amonio, en una serie de ensayos de lavado. Se usó una máquina lavadora de tambor, y se lavaron piezas de ensayo de tela de rizo de algodón con

25

408761



un detergente comercial a 90°C. En el agua de enjuagado final se introdujo uno de los compuestos A-E en una cantidad correspondiente a 0,5 g/kg. de colada. El lavado y el tratamiento posterior se repitieron cinco veces. Después de cada lavado, la suavidad de la tela de rizo fue juzgada subjetivamente por seis personas. Se obtuvieron los resultados siguientes:

10.12.72

408761

15



Compuesto	Nº. del lavado	Núm. de personas que consideran	Mejor el compuesto comercial	Compuestos equivalentes	Mejores los compuestos según la invención
A	1	0	1	5	
	2	0	1	5	
	3	1	0	5	
	4	0	0	6	
	5	0	0	6	
B	1	2	2	2	
	2	1	3	2	
	3	2	1	3	
	4	1	2	3	
	5	0	3	3	
C	1	1	1	4	
	2	1	1	4	
	3	0	2	4	
	4	0	1	5	
	5	0	1	5	
D	1	0	0	6	
	2	0	0	6	
	3	0	0	6	
	4	0	0	6	
	5	0	0	6	
E	1	2	3	1	
	2	2	3	1	
	3	2	2	2	
	4	2	2	2	
	5	1	3	2	

408761

15



De los resultados se deduce que los productos A y D tenían las mejores propiedades de suavizado de materiales textiles y eran superiores al ensayo de comparación, y que los productos B y C, sin unidades de etilenglicol, mostraban buenas propiedades de suavizamiento y también eran superiores al ensayo de comparación. Si el número de unidades de alcohilenglicol se aumenta en aproximadamente 1 unidad por cadena de alcohol, el efecto suavizante disminuye de nuevo, y a 2 unidades por cadena de alcohol se obtiene un efecto suavizante comparable al del ensayo de comparación.

EJEMPLO 9

En este Ejemplo se compararon las propiedades antiestáticas de los compuestos A-E y del producto comercial como comparación, que se describe en el Ejemplo 8, efectuándose una serie de ensayos de lavado en una máquina lavadora de tambor, en la que se lavaron muestras de ensayo de tela de nylon con un detergente comercial no jabonoso a 22°C. En el agua de enjuagado final se usó una disolución de un producto según la invención, y se añadió a los paños una cantidad correspondiente a 0,5 g. por kg. de nylon. Después del tratamiento se determinó el tiempo requerido para la descarga de la mitad de la carga eléctrica aplicada al nylon en un Voltímetro Estático Rotschild R 1020. Se obtu-

10.12.72

408761

15



vieron los resultados siguientes:

	<u>Producto</u>	<u>Vida media, seg.</u>
	Producto comercial	12
5	A	6
	B	10
	C	10
	D	6
	E	5
10	F	6
	G	6

De los resultados se deduce que los compuestos B y C según la invención, que no contienen unidades de alcoholenglicol, tienen mejores propiedades antiestáticas que el producto comercial. La presencia de unidades de alcoholenglicol mejora el efecto antiestático aún más, de modo que la vida media para el nylon tratado con los compuesto A, D, E, F y G es la mitad o menos que la del producto comercial.

De los ejemplos de comparación 8 y 9 se deduce evidentemente que los compuestos según la invención tienen mejor efecto antiestático y/o mejor efecto suavizador que los compuestos estrechamente relacionados con ellos usados anteriormente. Es evidente también que

10.12.72

408761

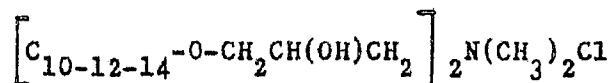


los compuestos en los que n_1 y n_2 , en la fórmula estructural antes mencionada, son desde 0 a 2, tienen mejores propiedades en ambos aspectos.

5 EJEMPLO 10

Del mismo modo que en Ejemplo 1, una mezcla de alcoholes grasos (1 mol) se hizo reaccionar con epiclorhidrina (1,1 moles) y dimetilamina (0,5 moles), usando al mismo tiempo éter monoetilico de dietilenglicol como disolvente. La mezcla de alcoholes grasos tenía 15% de alcohol decilico, 47% de alcohol dodecilico y 38% de alcohol tetradecilico. La mezcla de producto resultante tenía 57% de compuesto de amonio cuaternario de la fórmula estructural.

15



2,8% de una amina terciaria que contenía un grupo de éter alcohilico y dos grupos metilo, y 25% de éter etilico de dietilenglicol. El resto era agua, cloruro de sodio y productos de partida que no habían reaccionado. La mezcla de producto tenía un punto de reblandecimiento de 12°C y se hacía transparente a 33°C y por encima, y un punto de endurecimiento de 10°C.

12 partes en peso de esta mezcla de producto fueron disueltos en 88 partes en peso de agua. La diso-

408761



lución obtenida era líquida a temperatura ambiente y se hacia sólida a 0°C. Cuando se enfriaba más aún, de modo que la disolución en agua se congelara, y después se descongelaba, no se observó tendencia alguna a la gelificación.

5 Unas muestras de tela de rizo de algodón fueron lavadas con un detergente comercial no jabonoso a 90°C en una máquina lavadora de tambor. El agua del último enjuagado era una disolución de la mezcla de producto de la invención, o cloruro de diestearil-dimetil-amonio, 10 Arquad 2HT 75, como agente suavizador, del que se aplicó una cantidad de 1,2 g. de sustancia seca por kg. de materiales textiles. Este ciclo de lavado fue repetido 5 veces. Después de cada ciclo de lavado, la suavidad de las piezas de tela de rizo fue juzgada subjetivamente por seis perso- 15 nas. Tres de ellas encontraron que las más suaves eran las piezas de tela de rizo que habían sido post-tratadas con el producto según la invención, y las otras tres no encontraron ninguna diferencia.

La capacidad de absorción de agua de la tela 20 de rizo fue determinada comprimiendo una pieza de ensayo circular contra la superficie superior de una placa de fibra de vidrio, mientras la totalidad de la superficie inferior estaba en contacto con agua. Midiendo el descenso de la cantidad de agua en función del tiempo se determinó la 25 absorción de agua. Se obtuvieron los resultados siguientes:

10.12.72

408761

Absorción de aguaml. de agua/g. de tela
absorbidos después de50 seg.

5	Tela de rizo no tratada	3,1
	Tela de rizo tratada con 1,2 g/kg. de cloruro de diestearil-dimetil-amonio	1,1
	Tela de rizo tratada con 1,2 g/kg. del tensioactivo catiónico según la invención	2,3
10	Una tela de nylon que había sido lavada a 22°C fue sometida al mismo procedimiento de lavado que la tela de rizo. Después de acondicionarla durante 24 horas a una humedad relativa de 65% y a 20°C, se determinó el tiem- po requerido para la descarga de la mitad de la carga eléc- trica aplicada al nylon, en un Voltímetro Estático Rotschild R 1020. Una tira de la tela fue sujeta tensa entre dos pinzas metálicas a las que se aplicó un potencial de 100 vol- tios. Se obtuvieron los resultados siguientes:	
		<u>Vida media, seg.*</u>
20	Tela de nylon no tratada	74
	Tela de nylon tratada con 1,2 g/kg. de cloruro de diestearil-dimetil-amonio	34
25	Tela de nylon tratada con 1,2 g/kg. del tensioactivo catiónico según la invención	10

10.12.72

- 20 -

408761

15



*Debido a las diferentes condiciones de ensayo, no puede hacerse ninguna comparación directa con los resultados del Ejemplo 9.

5 De los resultados anteriores se deduce evidentemente que los compuestos según la invención son líquidos a temperatura ambiente, y que son estables frente a la congelación y descongelación en disoluciones en agua. En comparación con el cloruro de diestearil-dimetil-amonio, que es el agente suavizante usado generalmente, los com-
10 puestos según la invención imparten mejores efectos suavizantes, antiestáticos y de absorción a los productos textiles.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Suecia el 19 de Noviembre de 1971 bajo el
15 N^o. 14793/71 y el 11 de Octubre de 1972 bajo el N^o. 13 069/72, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20

REIVINDICACIONES

25 Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Pa-

10.12.72

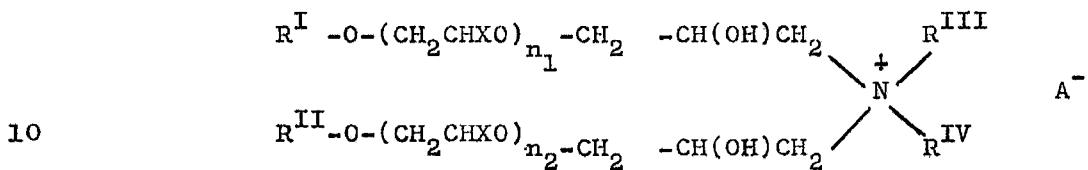
408761

23 ABR 1975



tente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un método para reducir la capacidad de carga electrostática de un material y/o mejorar su suavidad, caracterizado por añadir al material un compuesto tensioactivo catiónico de la fórmula general



15

en donde R^I y R^{II} independientemente uno de otro son grupos alifáticos con 8 a 22 átomos de carbono, R^{III} y R^{IV} independientemente uno de otro son grupos metilo o grupos etilo, X es hidrógeno de un grupo metilo o etilo, n_1 y n_2 tienen un valor medio de 0 a 5 y A es un anión.

2.- Un método según la reivindicación 1, en donde n_1 y n_2 tienen un valor medio de 0 a 2.

20

3.- Un método según las reivindicaciones 1 ó 2, en donde cada uno de R^I y R^{II} , que pueden ser iguales o diferentes, representa un grupo alifático con 8-14 átomos de carbono, y n_1 y n_2 son ambos 0.

25

4.- Un método según las reivindicaciones 1a o 2a, en donde cada uno de R^I y R^{II} , que pueden ser iguales o diferentes, representa un grupo alifático con

mG

408761



23 ABR. 1975

16-22 átomos de carbono, y cada uno de n_1 y n_2 , que pueden ser iguales o diferentes, representa 0, 1 ó 2, pero a condición de que no más de uno de n_1 y n_2 sea 0.

5 5.- Un método según las reivindicaciones 1-4, en donde R^{III} y R^{IV} son grupos metilo y A es un anión de un ácido monovalente

6.- Un método según las reivindicaciones 1 a 5, en donde R^I y R^{II} proceden de un alcohol graso.

10 7.- Un método según las reivindicaciones 1-5, en donde R^I y R^{II} proceden de un alcohol sintético.

8.- Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por la adición de los compuestos tensioactivos catiónicos al agua de enjuague en el lavado de materiales textiles.

15 9.- Un método según la reivindicación 8, en donde la adición se efectúa en una cantidad de 0,01-0,5 preferiblemente 0,05-0,15 gramos por litro del agua de enjuague.

20 10.- Un método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el compuesto tensioactivo catiónico se pulveriza o se aplica con cepillo sobre el material tratado.

25 11.- Un método para reducir la capacidad de carga electrostática de un material y/o mejorar su suavidad.

19.4.75

- 23 -

ME

408761

23



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

Esta Memoria consta de veinticuatro hojas escritas por una sola cara.

5

Madrid, 23 ABR. 1975
P.A.

10

Alberio de Eizaguru
Por Poder

15

20

25

19.4.75

JMM/.

- 24 -