

409051

P.- 52.593

U.S. Applns.
205290; 205.395;
205396 & 205.408

Int. Cl.²: C 07 C 1 / C 11 D

30 ABR 1975



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.
10022, Estados Unidos de América.

por: "UN METODO PARA PREPARAR ESTERES DE ACIDOS DICAR-
BOXILICOS Y POLI(HIDROXIAMINAS TERCIARIAS)"

(Clase Internacional C11d)



Esta composición se refiere a nuevos ésteres y ésteres sulfonados de ácidos dicarboxílicos y 2-hidroxiálcohol-alcohol-aminas terciarias y sales de los mismos, y a composiciones que contienen dichos ésteres como el ingrediente esencial. Se ha descubierto que estos compuestos son agentes tensoactivos útiles y son sustantivos para una diversidad de materiales fibrosos. Así, se pueden utilizar como emulsificadores, agentes solubilizantes para materiales lipófilos, agentes humectantes, detergentes y suavizadores para artículos textiles y pelo.

Desde la introducción de los detergentes y emulsificadores orgánicos sintéticos comerciales para reemplazar los jabones de ácidos grasos superiores solubles en agua convencionales, se ha llevado a cabo una gran cantidad de trabajos de investigación en un esfuerzo para mejorar tales compuestos y composiciones que los incluyen, con el objeto de obtener un mejor y más cómodo lavado de los artículos textiles. Como resultado de ello, se ha producido una gran diversidad de tipos de agentes tensoactivos y detergentes, y muchas de tales composiciones se han fabricado comercialmente y han sido introducidas en el mercado. A medida que se obtuvieron mejores productos, las metas buscadas por los investigadores en detergencia fueron avanzando y las



propiedades de los productos deseados fueron tales que se habrían juzgado imposibles de conseguir sólo unos pocos años atrás. Aunque la función limpiadora de los materiales tensoactivos es todavía muy importante, y hay siempre demanda de productos que limpien mejor que los compuestos de la competencia, se hicieron deseables atributos adicionales de los compuestos limpiadores. For ejemplo, con la importancia creciente del lavado con agua fría, se hicieron deseables composiciones de detergentes que fuesen capaces de limpiar y blanquear artículos textiles y ropa para lavar en agua fría, así como en agua caliente. Tal capacidad de lavado es de importancia en la fabricación de un producto aceptable para el lavado de lana y otros materiales sensibles al encogido. Además de ello, se ha encontrado que los agentes suavizadores son un ingrediente deseable y, en algunos casos, necesario en el lavado de artículos textiles. Sin embargo, debido a la incompatibilidad de los suavizadores y los detergentes, ha sido necesario utilizar el suavizador para artículos textiles en el enjuagado final como una etapa independiente en un ciclo de lavado. Las objeciones a este procedimiento son evidentes; es preciso estar presente durante el ciclo de lavado, y son pocas las máquinas de lavado que incluyen dispositivos para la adición de suavizadores en el enjuagado fi-



nal.

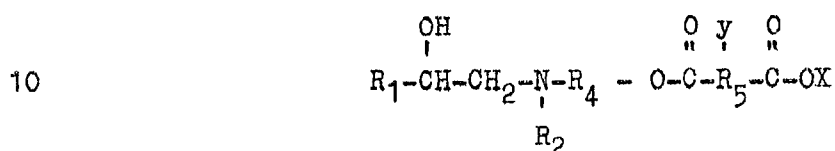
Por consiguiente, desde hace largo tiempo ha sido el deseo de la industria de los detergentes proporcionar un compuesto sencillo que posea las características de formación de espuma y detergencia de los detergentes convencionales, y que sin embargo posea una aptitud excepcional para el suavizado de tejidos. Un tal compuesto sencillo que posea excepcionales detergencia y aptitud para suavizado de tejidos eliminaría, por supuesto, las desventajas del empleo de dos materiales separados y, además de ello, eliminaría totalmente las desventajas asociadas con la incompatibilidad de los detergentes aniónicos y los suavizadores de tejidos catiónicos convencionales.

Los compuestos de la presente invención poseen las propiedades combinadas de detergencia y suavizado de artículos textiles. Poseen actividad detergente tanto en aguas duras como en aguas blandas, y lo mismo a temperaturas elevadas que a temperaturas inferiores. Además, dichos compuestos son excelentes en actividad suavizadora de artículos textiles. Una tal actividad evidencia un alto grado de sustentividad, lo que es inesperado en un material tensoactivo que actúa él mismo para dejar en libertad las sustancias adsorbidas y absorbidas contenidas en los materiales a la-



var.

De acuerdo con la presente invención, se proporcionan nuevos ésteres de ácidos dicarboxílicos o ácidos dicarboxílicos sulfonados y 2-hidroxialcohol-aminas terciarias y sales de los mismos constituidas predominantemente por el monoéster que tiene la fórmula:



los cuales son detergentes efectivos y tienen también utilidad para el suavizado de materiales fibrosos cuando se aplican a los mismos, como por ejemplo en solución acuosa. En la fórmula, R₁ es un radical hidrocarbonado monovalente de 8 a 24 y preferiblemente de 10 a 20 átomos de carbono; R₂ es un radical alcohol o alcoholol de 1 a 6 átomos de carbono; R₄ es un radical hidrocarbonado divalente de 1 a 6 átomos de carbono (R₃=R₄-OH); R₅ es un radical hidrocarbonado divalente saturado, insaturado, alifático o aromático (resto del ácido dicarboxílico); y es SO₃ u oxígeno; X es hidrógeno o un elemento o radical formador de sal. Si X es un elemento, se prefiere que sea un metal alcalino tal como



mo potasio, sodio y litio u otro metal adecuado forma-
 dor de sal, capaz de hacer los compuestos solubles en
 agua. Si X es un radical, se prefiere que dicho radical
 sea amonio, alcoholamina o alcanolamina, bien sea mono-,
 5 di-, ó tri-alcoholamina o mono-, di- ó tri-alcanolamina,
 en las cuales los grupos alcohol y alcohol de las ami-
 nas formadoras de sal tienen de 1 a 4 átomos, preferi-
 blemente de 2 a 3 átomos de carbono.

Los nuevos ésteres de la presente inven-
 10 ción se preparan haciendo reaccionar el ácido dicarboxí-
 lico o preferiblemente el anhídrido del mismo con una
 poli(hidroxiamina terciaria) que tenga la estructura:

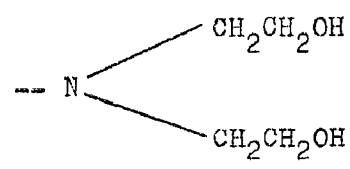


en la que R₁ es un radical hidrocarbonado monovalente
 de 8 a 24 y preferiblemente de 10 a 20 átomos de carbo-
 no, R₂ es un radical alcohol o hidroxialcohol que con-
 20 tiene de 1 a 6 átomos de carbono, y R₃ es un radical
 hidroxialcohol que contiene de 1 a 6 átomos de carbo-
 no. Ejemplos de radicales N $\begin{array}{l} \text{R}_2 \\ \text{R}_3 \end{array}$ de esta clase son:

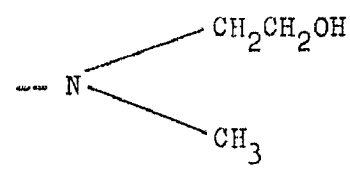
25



5



10



15

y compuestos afines, en los cuales los radicales contienen más átomos de carbono que en la fórmula arriba indicada, p.ej., radicales de di(isopropanol)amina, N-metil-N-isopropanolamina, N-etil-N-etanolamina, N-etil-N-isopropanolamina, N-propil-N-etanolamina, N-propil-N-isopropanolamina, N-metil-N-hidroxi-etoxietilamina, N-butyl-N-hidroxi-etoxietilamina, N-ciclohexil-N-hidroxi-etoxietilamina, N-butyl-N-etanolamina, di(hidroxi-etoxietil)amina, mono(hidroxi-etoxietil)amina, N-hidroxi-etoxietoxietil-N-metilamina, N-hidroxi-etil-N-hidroxi-isopropilamina,

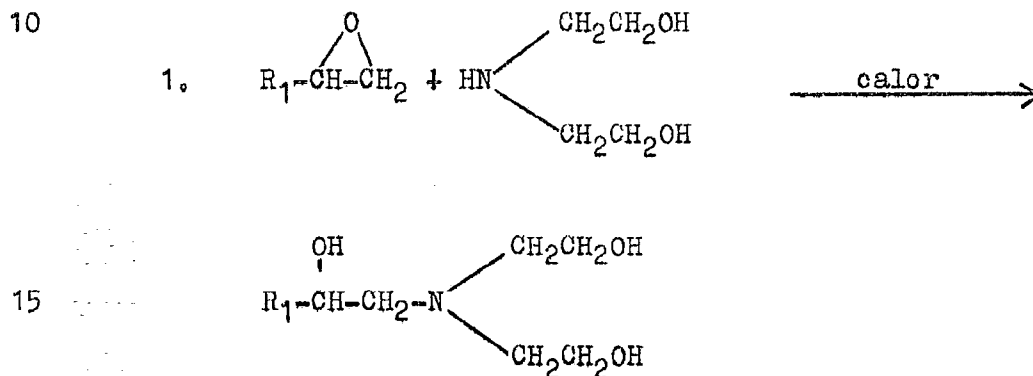
20

25



N-bencil-N-hidroxiethylamina, ó N-ciclo-hexil-N-2-hidroxi-2-fenilettilamina.

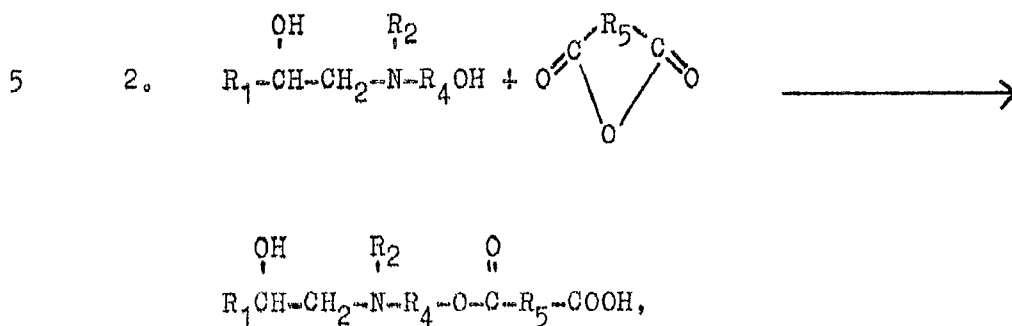
Las poli(hidroxiaminas terciarias) son compuestos conocidos que se pueden preparar por condensación de alcoholaminas secundarias con epóxidos de cadena larga. Un ejemplo típico de una reacción amina/epóxido es la preparación de 2-hidroxi-1-*di*etanolamina:



El anhídrido del ácido dicarboxílico puede ser saturado, insaturado, alifático o aromático sustituido o insustituido, e incluye los anhídridos ftálico, succínico, maleico, glutárico, tartárico, málico, adípico, difénico, naftálico, etc. En la preparación de los ésteres sulfonados, es necesario utilizar un ácido o anhídrido dicarboxílico insaturado para hacer posible la sulfonación en el punto de insaturación.



La reacción transcurre predominantemente de acuerdo con la ecuación siguiente:

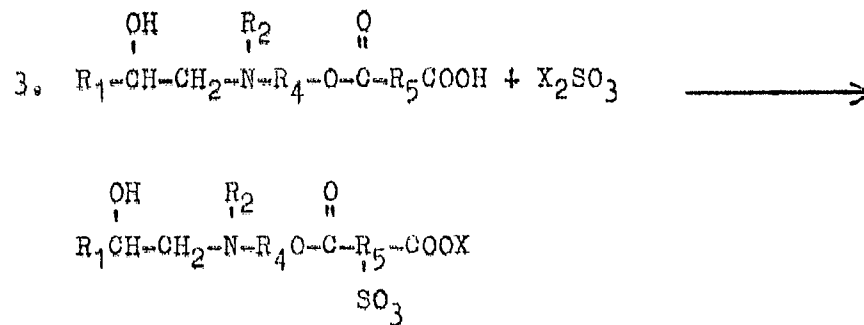


10

en la que los radicales R son como se ha definido anteriormente, y se utilizan cantidades equimolares de sustancias reaccionantes. El éster se puede sulfonar subsiguientemente por cualquier medio adecuado tal como un sulfito de metal alcalino de acuerdo con la ecuación siguiente.

15

20



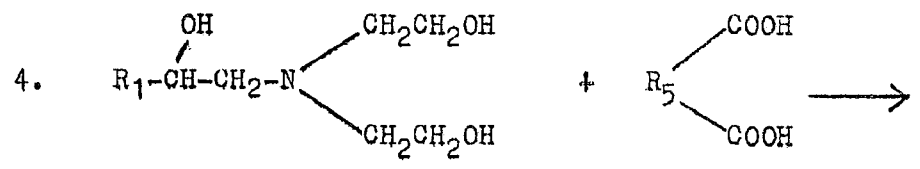
25

La alcoholamina tiene al menos dos grupos



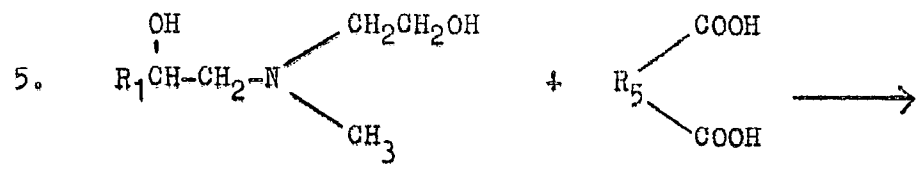
hidroxilo, uno de ellos en la cadena larga resultante de la apertura del anillo epoxídico, y uno o más procedentes de la alcoholamina original. Cuando se utilizan cantidades equimolares de las sustancias reaccionantes, el hidroxilo primario se esterifica preferentemente para dar el monoéster, ya que éste es el grupo menos impedido estéricamente y por lo tanto el más reactivo. En cambio, cuando se utiliza más de 1 mol del anhídrido de ácido, los otros radicales hidroxilo reaccionan para formar el diéster, triéster, etc., y mezclas de los mismos. Análogamente, el número de grupos hidroxilo existentes en la alcoholamina es un factor determinante de la formación de mono-, di-, o tri-ésteres.

15



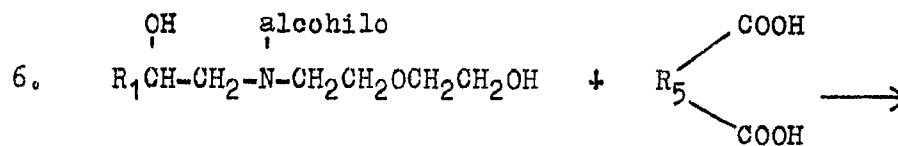
20

mono-, di-, y tri-ésteres



25

mono-, di-ésteres



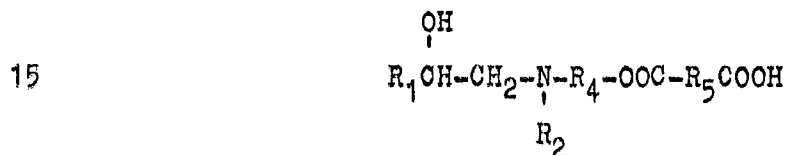
5

mono- y di-ésteres

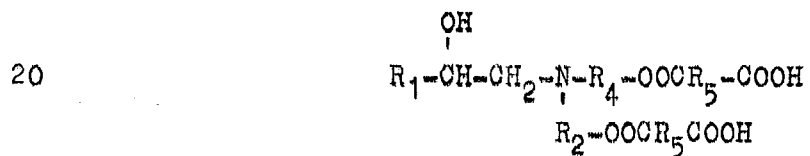
Los ésteres formados de acuerdo con la presente invención tienen un grupo carboxilo libre por cada radical carboxilo esterificado, como se muestra por las fórmulas estructurales siguientes:

10

mono-éster:

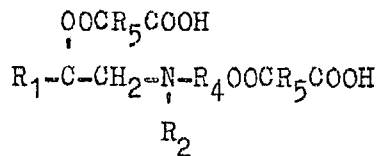


di-éster:



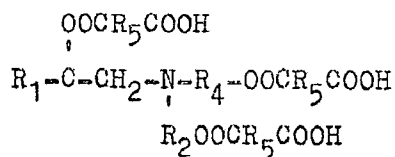
6:

25



5

tri-éster:



10

Los ésteres sulfonados tienen un grupo carboxílico libre y un grupo sulfonato por cada radical carboxilo esterificado.

La esterificación de las 2-hidroxi-
 15 alcohólicas con el anhídrido del ácido dicarboxílico es una reacción exotérmica que se puede llevar a cabo en un disolvente aprótico, éter, cloroformo o acetona, pero puede realizarse también en estado neto. El último método es preferible como procedimiento industrial, ya que no está implicado disolvente alguno. El anhídrido de ácido en polvo (p.ej., anhídrido malei-
 20 co) se añade gradualmente a la alcoholamina líquida que se mantiene a una temperatura de aproximadamente 100°C. El producto se obtiene en forma de una masa
 25 fundida de alta viscosidad, que se solidifica rápida-



mente por enfriamiento. El éster (p.ej., maleato) se puede convertir en la sal de metal alcalino (p.ej., de sodio) por neutralización con una solución acuosa diluida de hidróxido de metal alcalino tal como NaOH al
5 10%. Cuando se utiliza un disolvente durante la esterificación, las sustancias reaccionantes se disuelven primeramente en aquél y la solución se calienta a reflujo hasta que ha tenido lugar la esterificación. La evaporación del disolvente da un producto céreo, semejante a
10 una resina, insoluble en agua, pero que se disuelve con facilidad en una solución acuosa diluida de hidróxido de sodio.

Los ésteres de aminas terciarias de ácidos dicarboxílicos insaturados se pueden sulfonar subsiguientemente por la adición del éster enfriado a una
15 solución acuosa de una sal de sulfito. La mezcla se calienta a aproximadamente 50 a 90°C con agitación, durante un período de tiempo comprendido entre aproximadamente 30 y 60 minutos. Se obtiene una solución viscosa
20 y transparente. El producto final se puede liofilizar y se obtiene en forma de un sólido que es insoluble en acetona, éter, etc., pero muy soluble en agua.

Quando se utiliza el ácido dicarboxílico en lugar del anhídrido, la reacción se controla de tal
25 modo que sólo se separe un mol de agua por cada mol de



-9D

alcohol. La terminación de la reacción en este punto asegura la formación de los ésteres de la presente invención y evita la producción de un éster lineal polímero. La reacción se puede controlar por métodos convencionales de enfriamiento o por otros medios adecuados.

Los productos sulfonados obtenidos son usualmente mono-, di-, tri-ésteres y mezclas de los mismos, viscosos y de color amarillo o amarillo claro, semejantes a resinas en su aspecto, insolubles en agua, pero fácilmente solubles en alcohol, acetona, cloroformo y en hidróxido sódico acuoso diluido, en cuyo caso se forma la sal de sodio del éster. Los ésteres sulfonados son usualmente soluciones viscosas transparentes, fácilmente solubles en agua. Tanto los mono-, di-, y tri-ésteres sulfonados como los no sulfonados se pueden separar y purificar fácilmente por técnicas cromatográficas de la manera usual. No obstante, la separación no es necesaria, ya que la mezcla de mono-, di- y tri-ésteres se puede utilizar como el detergente-suavizador efectivo. Las sales de sodio de los nuevos ésteres de la presente invención son homogéneas y muy solubles en agua, mientras que las sales de sodio de los ésteres de aminas secundarias y ácidos dicarboxílicos son menos homogéneas y menos solubles en agua. Consiguientemente,



se ha encontrado que los presentes ésteres y las sales de los mismos son particularmente útiles como detergentes-suavizadores, debido a sus propiedades combinadas de detergencia y acondicionamiento de tejidos (suavizado, neutralización de las cargas electrostáticas, etc.).

Ejemplos de ésteres y ésteres sulfonados de acuerdo con la presente invención incluyen:

maleato de N-(2-hidroxicododecil)-metiletanolamina,

10 maleato de N-(2-hidroxiocododecil)-metiletanolamina,

maleato de N-(2-hidroxicododecil)-diisopropanolamina,

15 maleato de N-(2-hidroxiocododecil)-diisopropanolamina,

maleato de N-(2-hidroxicododecil)-dietanolamina,

20 maleato de N-(2-hidroxiocododecil)-dietanolamina,

maleato de N-(2-hidroxicododecil)-diglicolamina,

maleato de N-(2-hidroxiocododecil)-diglicolamina,

25 ftalato de N-(2-hidroxiocododecil)-dietanolamina,



ftalato de N-(2-hidroxiocetadecil)-dieta-
nolamina,

sulfosuccinato de N-(2-hidroxihexadecil)-
-dietanolamina,

5 sulfosuccinato de N-(2-hidroxiocetadecil)-
-dietanolamina,

sulfosuccinato de N-(2-hidroxiocetadecil)-
-diisopropanolamina,

10 sulfosuccinato de N-(2-hidroxiocetadecil)-
-diglicolamina,

sulfosuccinato de N-(2-hidroxiocetadecil)-
-metiletanolamina,

sulfosuccinato de N-(2-hidroxiodecil)-
-dietanolamina,

15 sulfosuccinato de N-(2-hidroxiodecil)-
-diisopropanolamina,

sulfosuccinato de N-(2-hidroxiodecil)-
-diglicolamina,

20 sulfosuccinato de N-(2-hidroxiodecil)-
-metiletanolamina,

sulfosuccinato de N-(2-hidroxitetradecil)-
-dietanolamina.

Los nuevos ésteres y ésteres sulfonados
de la presente invención, además de poseer propiedades
25 excelentes de detergencia y ablandamiento de aguas, se



7-9

ha encontrado que son compatibles con los diversos mejoradores de detergentes y otros aditivos empleados convencionalmente en las composiciones detergentes. De acuerdo con ello, es posible formular una composición
5 detergente basada en los ésteres antes citados como único detergente y suavizador de tejidos. Debido a la excepcional compatibilidad de los ésteres de la presente invención con los diversos mejoradores de detergentes, es posible preparar tanto composiciones detergentes en fase sólida en forma de barras, escamas, gránulos o tabletas, como igualmente composiciones detergentes líquidas en una sola fase.

Además de los ésteres o ésteres sulfonados antes definidos, las nuevas composiciones detergentes de la presente invención pueden contener una o más sales mejoradoras de la detergencia solubles en agua, bien sea del tipo orgánico o bien del tipo inorgánico.

Ejemplos de sales inorgánicas mejoradoras de la detergencia y solubles en agua son los carbonatos, bicarbonatos, fosfatos, polifosfatos, sulfatos, boratos, y silicatos de metal alcalino, etc. Ejemplos específicos de tales sales son los tripolifosfatos, carbonatos, pirofosfatos, ortofosfatos y hexametafosfatos de sodio, potasio y litio; los sulfatos de sodio, potasio y litio; los silicatos de sodio, pota-



sio y litio; el carbonato, el bicarbonato y el sesqui-
carbonato de sodio; el tetraborato de sodio y mezclas
de los mismos. Ejemplos de sales orgánicas alcalinas
mejoradoras de la detergencia son (1) amino-policarbo-
5 xilatos de metal alcalino (p.ej., etilendiamintetraa-
cetatos, N-(2-hidroxietyl)-etilendiamintriacetatos, ni-
trilo-triacetatos, y N-(2-hidroxietyl)-nitrilo-diaceta-
tos de sodio y de potasio); (2) sales de metal alcalino
de ácido fítico (p. ej., fitatos de sodio y de potasio
10 -véase la Patente de los EE.UU. Núm. 2.739.942); (3)
sales solubles en agua de etano-1-hidroxi-1,1-difosfo-
nato (p.ej., las sales trisódicas y tripotásicas -véa-
se la Patente de los EE.UU. Núm. 3.159.581); (4) sales
solubles en agua del ácido metilen-difosfónico (p.ej.,
15 metilen-difosfonato trisódico y tripotásico y las otras
sales descritas en la Patente de los EE.UU. 3.213.030;
(5) sales solubles en agua de ácidos metilen-difosfóni-
cos sustituidos (p.ej., etiliden-, isopropiliden-, ben-
cilmetiliden-, y halometiliden-difosfonatos trisódicos
20 y tripotásicos; (6) sales solubles en agua de polímeros
y copolímeros de tipo policarboxilato (p.ej., polímeros
de ácido itacónico y ácido aconítico; ácido maleico;
ácido mesacónico; ácido fumárico; ácido metilen-malóni-
co; y ácido citrónico y copolímeros consigo mismos y
25 con otros monómeros compatibles tales como el etileno);



y mezclas de los mismos. Análogamente, se consideran también por la presente invención las mezclas de sales mejoradoras orgánicas e inorgánicas.

5 En la composición detergente de la presente invención, el detergente-suavizador activo se emplea generalmente en una cantidad comprendida entre aproximadamente 5 y 30% en peso de la composición total, mientras que las sales mejoradoras de la detergencia solubles en agua comprenden desde aproximadamente 70
10 hasta aproximadamente 95% en peso de la composición total. Preferiblemente, el éster de ácido dicarboxílico-poli(hidroxiamina terciaria) sulfonado y no sulfonado comprende aproximadamente de 10 a 25% en peso, mientras que los mejoradores del detergente comprenden desde
15 aproximadamente 75 a 90% de la composición total.

Las composiciones detergentes de esta invención pueden contener cualquiera de los coadyuvantes, diluyentes y aditivos usuales, por ejemplo, detergentes aniónicos, no iónicos, anfóteros, catiónicos o de ion
20 dipolar, perfumes, agentes anti-ensuciamiento, agentes anti-redeposición, agentes bacteriostáticos, tintes, agentes que confieren fluorescencia, mejoradores de las jabonaduras, depresores de las jabonaduras, enzimas y análogos, sin detrimento de las propiedades ventajosas
25 de la composición. Ejemplos de detergentes aniónicos



-9

son xilensulfonato sódico, toluensulfonato sódico, jabón de coco sódico, dodecibencenosulfonato sódico y alcohol-sulfato de sebo potásico. Ejemplos de detergentes no iónicos son óxido de dodecildimetilamina y el producto de condensación de alcohol graso de coco con 5,5 moles de óxido de etileno. Un ejemplo de un detergente de ion dipolar es 3-(N-N-dimetil-N-hexadecilamonio)-2-hidroxiopropanol-1-sulfonato. Un ejemplo de un detergente anfótero es el 3-dodecilamino-propionato sódico. Un ejemplo de un detergente catiónico es el bromuro de cetiltrimetilamonio.

Si bien las composiciones detergentes de la presente invención son composiciones excelentes para todos los tipos de operaciones de limpieza, las composiciones de la presente invención son extremadamente efectivas para la limpieza de artículos textiles como en una lavandería o máquina de lavado de ropas convencional. Así, las composiciones detergentes de la presente invención se pueden utilizar eficazmente para el lavado de tejidos en agua que tenga una temperatura comprendida entre aproximadamente 16°C y aproximadamente 100°C, exhibiendo la composición detergente de la presente invención características excepcionalmente efectivas de detergencia y suavizado de tejidos tanto en agua fría como en agua caliente. Preferiblemente, la etapa de la-



gar tantas veces como se desee. Después del enjuagado de los tejidos, se secan éstos primeramente por centrifugación y luego por contacto con el aire como en el colgado convencional de los tejidos en un tendedero o en un sistema de tipo de secador automático.

En la preparación de las nuevas composiciones detergentes de la presente invención, generalmente el componente de detergente orgánico y ablandador del agua así como los mejoradores de detergencia y cualesquiera ingredientes menos importantes se incorporan a la composición antes de su conversión en la forma del producto final, p.ej., gránulos de detergente, escomas, barra, etc. En cambio, los componentes individuales de la nueva composición detergente de la presente invención se pueden añadir en forma de partículas o directamente como un líquido para producir una composición detergente líquida.

Diversas realizaciones de la presente invención se ilustrarán a continuación con referencia a los ejemplos específicos que siguen. Debe entenderse, sin embargo, que tales ejemplos se presentan únicamente a fines de ilustración, y no debe considerarse en absoluto que la presente invención esté limitada por dichos ejemplos.

25

1-12-72



vado de los tejidos con la composición detergente de la presente invención va seguida por aclarado y secado del tejido. La concentración de la composición detergente en la solución de lavado debería estar comprendida entre aproximadamente 0,05% y aproximadamente 0,5% del peso total. La composición detergente debe añadirse de tal manera que proporcione una cantidad efectiva de detergente y ablandador de agua del componente éster o éster sulfonado de 2-hidroxiálcohilálcoholamina-ácido dicarboxílico de al menos 0,005%.

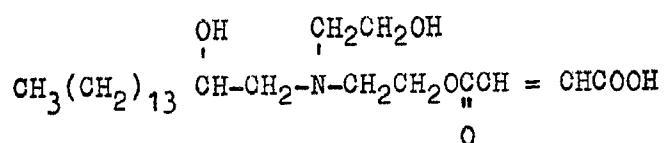
En el lavado de tejidos, la adición de los tejidos y la composición detergente se puede llevar a cabo de cualquier manera convencional adecuada. Así, por ejemplo, los tejidos se pueden añadir al recipiente o lavador antes o después de la adición de la solución de lavado. Los tejidos se agitan después en la solución detergente durante períodos de tiempo diversos, utilizándose generalmente un ciclo de lavado comprendido entre 8 y 15 minutos en el ciclo de lavado de una máquina lavadora del tipo de agitador automático. Como se ha indicado arriba, a continuación del lavado de los tejidos la composición detergente se separa de los tejidos por escurrido y los tejidos se aclaran en agua esencialmente pura. También en este caso, como materia de elección, los tejidos se pueden enjuar-



EJEMPLO 1

Preparación de maleato de N-(2-hidroxihexadecil)-dietanolamina:

5



10

Se fundieron 35 gramos (0,1 mol) de N-(2-hidroxihexadecil)-dietanolamina y se calentaron a 100°C. Se añadieron gradualmente 11 gramos (0,11 moles) de anhídrido maleico en polvo a la masa fundida caliente, con agitación enérgica. La mezcla de reacción se volvió en seguida muy viscosa, con un color amarillo transparente. Se calentó la mezcla a la temperatura del punto de fusión, y se enfrió después. El producto solidificó en un material amarillo semisólido con un olor agradable, fácilmente soluble en alcohol, acetona y cloroformo.

15

20

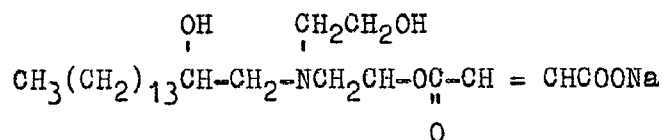
EJEMPLO 2

Preparación de maleato sódico de N-(2-hidroxihexadecil)-dietanolamina:

25



-9 DIC. 1972



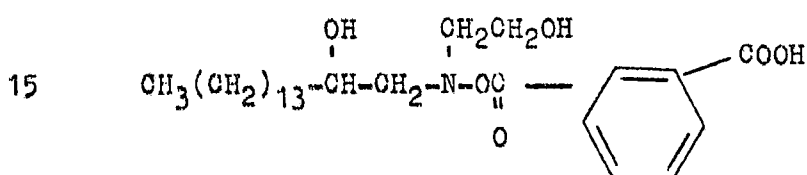
5

El maleato preparado de acuerdo con el Ejemplo 1 se enfría a aproximadamente 80°C y se neutraliza luego con hidróxido sódico al 10%.

10

EJEMPLO 3

Preparación del ftalato de N-(2-hidroxi-hexadecil)-dietanolamina:



15

Se disolvieron 30 gramos de N-(2-hidroxi-hexadecil)-dietanolamina y 12,9 gramos de anhídrido ftálico (0,087 moles de cada uno de ellos) en 100 ml de acetona, y se calentó a reflujo la solución durante dos horas. Se separó la acetona por evaporación, dejando un material ceroso de color amarillo claro semejante a una resina, insoluble en agua.

25

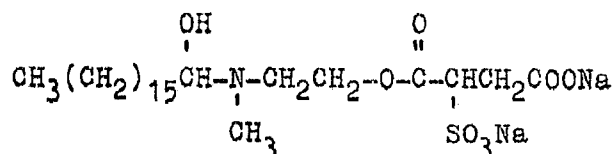
1-12-72



100 ml de agua. Se calentó la mezcla a 90°C con agitación. Después de 1 hora, se obtuvo una solución viscosa transparente. Se liofilizó el producto, obteniéndose un sólido que es insoluble en acetona, éter, etc., pero muy soluble en agua. Este sulfosuccinato produce una espuma muy densa en solución acuosa.

EJEMPLO 6

Preparación del sulfosuccinato disódico de la N-(2-hidroxiocetadecil)-metiletanolamina:

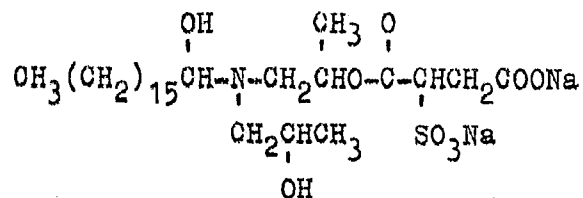


15

Este producto se prepara como en el Ejemplo 5.

EJEMPLO 7

Preparación del sulfosuccinato disódico de la N-(2-hidroxiocetadecil)-diisopropanolamina:



25



Este producto se prepara como en el Ejemplo 5.

EJEMPLO 8

5 Se ensayaron los presentes nuevos ésteres
y sales de los mismos en lo referente a sus propiedades
de detergencia así como a su efectividad como suavizado-
res de tejidos. Los ensayos de detergencia frente a la
suciedad, de Spangle, se llevaron a cabo utilizando una
solución acuosa que contenía 1,5 g de detergente por li-
10 tro de agua (concentración de producto, 0,15%), compren-
diendo dicho detergente 15% del compuesto a ensayar, 35%
de tripolifosfato de sodio y 50% de sulfato de sodio (ba-
ñado en ingredientes secos), en agua blanda y en agua
dura, tanto a 21,1°C como a 48,9°C. Se lavaron tres
15 muestras de tela sucia de Spangler durante 10 minutos
en Terg-O-Tometer con el rotor a 100 r.p.m., seguido por
un aclarado de 5 minutos, y se secaron. Los ingredien-
tes se mezclaron en seco por métodos convencionales y
se añadieron al sistema acuoso en el Terg-O-Tometer.

20 Análogamente, el ensayo para efecto suavi-
zador sobre materiales de algodón se efectúa utilizando
una toalla de género de algodón en 11,4 litros de agua
con 100 partes por millón de dureza. Después del lavado
en una máquina lavadora en miniatura, se enjuaga la toa-
25 lla de la manera normal, y se seca. Se evalúa la suavi-



dad con arreglo a una escala de 1 a 10, indicando 1 suavidad nula y representando 10 el máximo de suavidad.

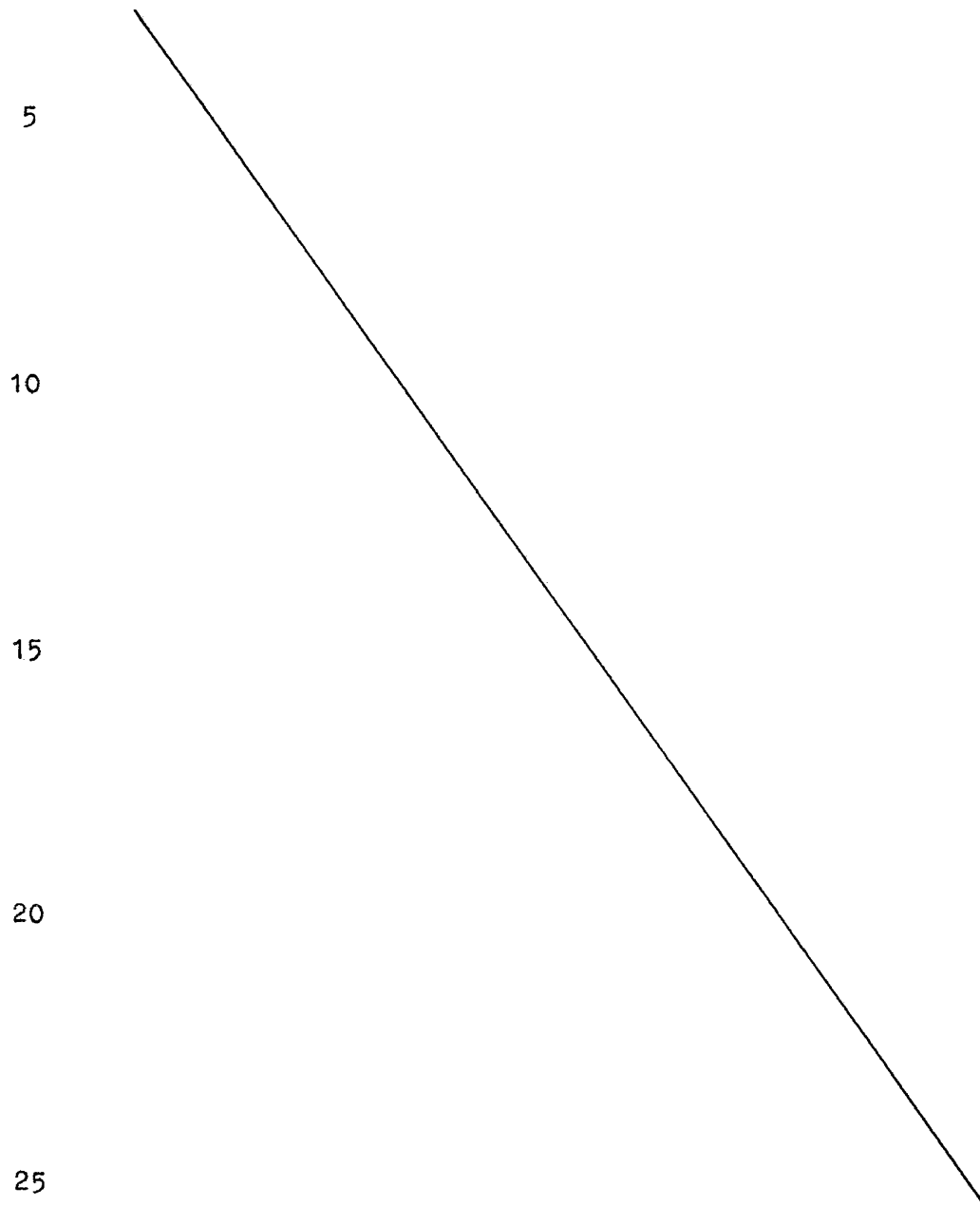


TABLA 1

5	Compuesto	ΔR_d (Eliminación de la Suciedad)					
		21,1°C		48,9°C		Suavidad	
		NB-TAP	300 PPM	NB-TAP	300 PPM		
1.	Ester de N-(2-hidroxi)alcohol C ₁₅₋₁₈ -dietanolamina y anhídrido maleico, sal de sodio	14,2	12,0	15,6	9,8	10	
2.	Ester de N-(2-hidroxi)alcohol C ₁₅₋₁₈ -dietanolamina y anhídrido ftálico, sal de sodio	17,6	11,5	16,8	12,5	9	
3.	Testigo - Tridecilsulfonato lineal (LTBS) ..	17,0	11,0	19,2	13,1	1	
4.	Producto del Ejemplo 3	18,0	11,7	20,4	12,8		
5.	Testigo - LTBS	16,2	9,9	21,0	12,2		
6.	Sulfosuccinato disódico de N-(2-hidroxihexadecil)-dietanolamina	12,3	11,2	17,6	12,5		
7.	Sulfosuccinato disódico de N-(2-OHC ₁₈)-dietanolamina	12,8	10,2	17,1	13,5		
8.	Sulfosuccinato disódico de N-(2-OHC ₁₈)-metiletanolamina	14,3	10,9	13,6	13,0		
9.	Sulfosuccinato disódico de N-(2-OHC ₁₈)-diisopropilnolemina	14,4	11,2	13,9	16,3		

20



EJEMPLO 9

Se efectuaron ensayos de suavizado sobre composiciones que contenían los ésteres sulfonados análogamente al procedimiento del Ejemplo 8.

5

TABLA II

		Indices de <u>Suavizado</u>
10	1. 10 g de AI sulfosuccinato de N-(2-hidroxihexadecil)-dietanolamina, 40 g de Tripolifosfato pentasódico (NaTPP)	7
15	2. 10% de sulfosuccinato de N-(2-hidroxi-octadecil)-metiletanolamina - 40% de NaTPP	10
	3. 10% de sulfosuccinato de N-(2-hidroxi-octadecil)-diisopropanolamina - 40% de NaTPP	10
20	4. 5 g de AI sulfosuccinato de sodio en (1), 10 g de AI dodecíl-benceno-sulfonato lineal, 40 g de NaTPP	5
	5. 30 g de sulfosuccinato de N-(2-hidroxi-octadecil)-dietanolamina	10
	6. Tridecíl-bencenosulfonato lineal	1

25

1-12-72



Los resultados arriba expuestos indican una detergencia inesperadamente excelente en aguas duras y blandas, tanto en frío como en caliente, en comparación con el detergente comercial de tridecibencenosulfonato lineal. Además de poseer propiedades deter-
sivas excelentes, los presentes ésteres y ésteres sulfonados exhiben características excelentes de suavizado de tejidos, no exhibidas por el producto utilizado como testigo. Se obtienen resultados análogos con otros ésteres y ésteres sulfonados de 2-hidroxiálcohol-aminas terciarias y sales de los mismos.

EJEMPLO 10

Otras composiciones típicas detergentes-suavizadoras incluyen:

80% de tripolifosfato sódico, y

20% de (a) maleato de N-(2-OH) dodecil)-metiletanolamina,

(b) maleato de N-(2-OH) octadecil)-metiletanolamina,

(c) maleato de N-(2-OH) dodecil)-diisopropanolamina,

(d) maleato de N-(2-OH) octadecil)-diisopropanolamina,



- (e) maleato de N-(2-OH) dodecil)-
-dietanolamina,
- (f) maleato de N-(2-OH) octadecil)-
-dietanolamina,
- 5 (g) maleato de N-(2-OH) dodecil)-
-diglicolamina,
- (h) maleato de N-(2-OH) octadecil)-
-diglicolamina.

10

EJEMPLO 11

<u>%</u>	<u>Ingredientes</u>
80	Tripolifosfato sódico
20	Sal sódica del éster de 2-hidroxihexadecil-dietanolamina y anhídrido maleico.

15

Esta composición, ensayada de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 8, dió un valor de suavidad de 8. Cuando el contenido de éster se aumenta a 23%, el índice de suavidad asciende a 10.

20

EJEMPLO 12

La composición siguiente, ensayada de acuerdo con el método del Ejemplo 8, dió un índice de suavidad de 10.

25



-9

	<u>Peso en gramos</u>	<u>Ingrediente</u>
	40 g	Tripolifosfato sódico
	5 g	Sal sódica del maleato de 2-hidroxi-hexadecil-dietanolamina
5	10 g	Tridecilbencenosulfonato lineal

EJEMPLO 13

	<u>Peso en gramos</u>	<u>Ingrediente</u>
	40 g	Tripolifosfato sódico
10	5 g	Ftalato sódico de 2-hidroxihexadecil-dietanolamina
	10 g	Tridecilbencenosulfonato lineal.

EJEMPLO 14

	<u>%</u>	<u>Ingredientes</u>
15	23	Ftalato sódico de 2-hidroxihexadecil-dietanolamina
	77	Tripolifosfato sódico

Los tejidos lavados con esta composición de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 8, exhibieron un índice de suavidad de 10.

EJEMPLO 15

	<u>%</u>	<u>Ingredientes</u>
25	13,2	Ester de 2-hidroxihexadecil-dietanola-



86,8 mina y anhídrido maleico
 Agua

5 A la temperatura ambiente, esta composición es un líquido transparente, moderadamente viscoso y que se halla en una sola fase, que se puede utilizar en el ciclo de lavado con detergentes comerciales conocidos para lavado de ropas, como suavizador y como reforzador de la detergencia. El índice de suavidad es 10.

10

EJEMPLO 16

Otras composiciones típicas detergente-suavizador incluyen:

- 15 80% de tripolifosfato sódico, y
 10% de (a) sulfosuccinato de N-(2-OH dodecil)-metiletanolamina,
 (b) sulfosuccinato de N-(2-OH octadecil)-metiletanolamina,
20 (c) sulfosuccinato de N-(2-OH dodecil)-diisopropanolamina,
 (d) sulfosuccinato de N-(2-OH octadecil)-diisopropanolamina,
 (e) sulfosuccinato de N-(2-OH dodecil)-dietanolamina,

25

1-12-72



- (f) sulfosuccinato de N-(2-OH octadecil)-dietanolamina,
- (g) sulfosuccinato de N-(2-OH dodecil)-diglicolamina,
- (h) sulfosuccinato de N-(2-OH octadecil)-diglicolamina.

EJEMPLO 17

40 g de tripolifosfato sódico,
5 g de sulfosuccinato disódico de 2-hidroxihexadecil-dietanolamina,
10 g de tridecibencenosulfonato lineal.
Los tejidos tratados con una solución acuosa de los ingredientes arriba indicados de acuerdo con el método del Ejemplo 8, dieron un índice de suavidad de 5.

EJEMPLO 18

Se repitió el Ejemplo 17, pero se omitió el tridecibencenosulfonato lineal y se aumentó el contenido de sulfosuccinato a 10 g.
La eliminación del sulfonato y el aumento en el contenido de sulfosuccinato permitió obtener un mejor índice de suavidad, a saber, 7.



EJEMPLO 19

5 El sulfosuccinato del Ejemplo 18 se acidificó con ácido láctico. Se lavó el tejido con una solución acuosa del mismo, se enjuagó y se secó, de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 8, obteniéndose como resultado un índice de suavidad de 10.

EJEMPLO 20

10 20 g de una solución al 8% de sulfosuccinato disódico de N-(2-hidroxiocetadecil)-dietanolamina;

10 g de una solución al 8% de metil-sulfato de 2-heptadecil-1-metil-1-(2-estearoilamido) etil-imidazolinio.

15 Los dos ingredientes se mezclaron y se añadió isopropanol para formar una solución transparente. El tejido tratado con esta solución exhibió un índice de suavidad de 10.

EJEMPLO 21

20 La composición del Ejemplo 20 se acidificó con ácido láctico, formándose así un líquido viscoso y transparente. El tejido tratado con él exhibió una suavidad excelente.

25



EJEMPLO 22

15 g de una solución al 8% de sulfosuccinato disódico de N-(2-hidroxiocetadecil)-dietanolamina,

5 15 g de una solución al 8% de N-(2-hidroxioctadecil)-sarcosina.

Los dos ingredientes se acidificaron con ácido láctico, formando un líquido translúcido y viscoso. El tejido tratado con él exhibió suavidad y blancura excelentes.

10

EJEMPLO 23

Otras composiciones típicas de detergente-suavizador incluyen:

15 40% de tripolifosfato sódico,
45% de sulfato sódico,
15% de sulfosuccinato disódico de N-(2-hidroxiocetadecil)-diisopropanolamina.

20

EJEMPLO 24

40% de tripolifosfato sódico,
45% de sulfato sódico,
15% de sulfosuccinato disódico de N-(2-hidroxiocetadecil) metil-etanolamina.

25



EJEMPLO 25

30 g de una solución acuosa al 8% de sulfosuccinato disódico de N-(2-hidroxi-octadecil)-dietanolamina, ensayados de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 8, dieron un índice de suavidad de 10.

5

A la temperatura ambiente, esta composición era un líquido moderadamente viscoso, transparente y que formaba una sola fase, el cual se puede emplear en el ciclo de lavado con detergentes comerciales conocidos para lavado de ropas no sólo como suavizador sino también como reforzador de la detergencia.

10

La presente invención se ha descrito en conjunción con diversas ilustraciones y realizaciones de aquélla expuestas en la memoria descriptiva. No obstante es evidente que se pueden emplear sustancias equivalentes en sustitución de los presentes compuestos y de las presentes etapas de procedimiento, sin desviarse de los principios de esta invención o del espíritu de la misma. Las personas expertas en la técnica reconocerán que dichas sustancias equivalentes y dichos sustitutos están también comprendidos dentro del alcance de la presente descripción.

15

20

La presente solicitud, que corresponde a las presentadas en los Estados Unidos de América, el 6 de Diciembre de 1.971, bajo los Nos. 205.290, 205.395,

25



205.396 y 205.408, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- REIVINDICACIONES -

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15

1ª.- Un método para preparar ésteres de ácidos dicarboxílicos y poli(hidroxiaminas terciarias), teniendo estas últimas la fórmula:

20

$$R_1-\overset{\underset{|}{OH}}{CH}-\overset{\underset{|}{R_2}}{CH_2}-N-R_3$$
, en la que R_1 es un radical hidrocarbonado monovalente de 8 a 24 átomos de carbono, R_2 es un radical alcohol o alcoholol que contiene de 1 a 6 átomos de carbono, y R_3 es un radical alcoholol que contiene de 1 a 6 átomos de carbono, que comprende hacer reaccionar dicha amina con un ácido dicarboxílico y ais-

25

mlc

30 ABR 1975

lar a continuación el éster deseado resultante.

2ª.- Un método de acuerdo con la reivin-
dicación 1ª, en el que se producen mono-, di- y tri-
-ésteres y/o mezclas de los mismos.

5 3ª.- Un método de acuerdo con la reivin-
dicación 1ª, en el que se producen mono-, di- y tri-
-ésteres sulfonados y/o mezclas de los mismos.

4ª.- Un método de acuerdo con la reivin-
dicación 1ª, en el que el éster tiene la fórmula:

10
$$\begin{array}{ccccccc} \text{OH} & & \text{R}_2 & & \text{O} & \text{y} & \text{O} \\ | & & | & & || & & | \\ \text{R}_1-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{N}-\text{R}_4-\text{O}-\text{C}-\text{R}_5-\text{C}-\text{OX} \end{array}$$

y R₂ son como se ha definido arriba, R₄ es un radical
hidrocarbonado divalente de 1 a 6 átomos de carbono,
R₅ es un radical hidrocarbonado divalente saturado, in-
15 saturado, alifático o aromático, Y es SO₃ o hidrógeno,
y X es hidrógeno o un elemento o radical formador de
sal.

20 5ª.- Un método de acuerdo con la reivin-
dicación 1ª, en el que el ácido dicarboxílico es áci-
do maleico.

6ª.- Un método de acuerdo con la reivin-
dicación 1ª, en el que el ácido dicarboxílico es áci-
do ftálico.

25 7ª.- Un método de acuerdo con la reivin-
dicación 3ª, en el que X es sodio.

25
MCE
29-4-75



8ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª, en el que el ácido dicarboxílico es ácido sulfosuccínico.

5 9ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que se produce sulfosuccinato disódico de N-(2-hidroxihexadecil)-dietanolamina.

10ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que se produce sulfosuccinato disódico de N-(2-hidroxiocadecil)-metiletanolamina.

10 11ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que se produce maleato de N-(2-hidroxihexadecil)-dietanolamina.

15 12ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que se produce ftalato sódico de N-(2-hidroxihexadecil)-dietanolamina.

13ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que se produce ftalato de N-(2-hidroxihexadecil)-dietanolamina.

20 14ª.- Un método para preparar ésteres de ácidos dicarboxílicos y poli(hidroxiaminas terciarias).

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

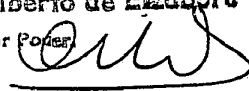
mE

30 ABR. 1975

Esta Memoria consta de cuarenta y dos hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 30 ABR. 1975
P.A.

Alberto de Ezaguirre
For Power



29-4-75
VGD.