

MEMÓRIA DESCRITIVA

DA

PATENTE DE INVENÇÃO

Nº 94.099 X

NOME: THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, norte-americana, industrial, com sede em One Procter & Gamble Plaza, Cincinnati, Ohio 45202, Estados Unidos da América.

EPIGRAFE: "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE AGENTES TENSIO-ACTIVOS ALQUILETOXICARBOXILATOS"

INVENTORES: Thomas Anthony Cripe

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4º da Convenção da União de Paris de 20 de Março de 1883.

1989/05/22; US; Nº 354,968

21. MAI. 1999
[Handwritten signature]

1

5

10

15

20

25

30

35

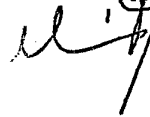
- R E S U M O -

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE AGENTES TENSIO-ACTIVOS ALQUIL-
ETOXICARBOXILATOS"

Descreve-se um processo aperfeiçoado para a preparação de agentes tensio-activos alquiletoxicarboxilatos caracterizado por se fazer reagir álcoois gordos etoxilados com uma base retardada selectiva e ácido cloroacético anidro ou um seu sal. Os reagentes podem ser feitos reagir simultâneamente ou, inicialmente, a base retardada pode ser feita reagir com o álcool gordo etoxilado e, subsequentemente, o produto resultante reagirá com ácido cloroacético anidro ou um sal do mesmo.

Mod. 71-10000 ex. - 89/07

21. MAI. 1957



1

5

10

15

Esta invenção diz respeito a um processo para a preparação de agentes tensio-activos alquiletoxicarboxilatos do tipo divulgado na Patente Americana N^{os}. 2.183.853; 2.653.972; 3.003.954; 3.038.862; 3.741.911; e 3.941.710; Patente Britânica N^{os}. 456.917 e 1.169.496; Patente Canadina N^{os}. 912.395; Patente Francesa n^{os}. 2.014.084 e 2.042.793; e Pedido de Patente Holandesa n^{os}. 7.201.735-Q e 7.406.336; e Pedido da Patente Japonesa N^{os}. 96.579/71 e 99.331/71. A invenção diz também respeito a composições de lavagem, tais como champôs, detergentes para lavar a roupa, e, de preferência, composições de detergente líquido para lavar a loiça, contendo tais agentes tensio-activos alquiletoxi carboxilatos.

20

25

30

35

Os agentes tensio-activos alquiletoxicarboxilatos são normalmente preparados a partir de agentes tensio-activos de alquil poliéter não iónicos. Especificamente, os agentes tensio-activos alquiletoxicarboxilatos são formados inicialmente fazendo reagir álcool gordo etoxilado com uma base hidróxido para desprotonizar o álcool e criar a correspondente base alcóxido. O alcóxido reage seguidamente com um sal de ácido cloroacético para produzir o alquiletoxicarboxilato. Contudo, o sal de ácido cloroacético tem também tendência para reagir com a base hidróxido numa reacção paralela indesejável para formar um sal glicolato. De modo a obter uma elevada conversão do álcool etoxilado em alquiletoxicarboxilato, a reacção tem que decorrer a elevada temperatura e sob baixa pressão para levar o equilíbrio da reacção de desprotonização até à base alcóxido e evitar a reacção paralela indesejável. Em alternativa, a reacção pode decorrer usando-se um excesso de base hidróxido e um excesso de ácido cloroacético e subsequentemente removendo o contaminador que

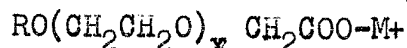
21 MAR 1998

1 formou pelo hidróxido e pelo sal de ácido cloroacético.

É um objecto desta invenção providenciar um processo para a preparação de agentes tensio-activos alquiletoxicarboxilatos usando uma base retardada selectiva em lugar de uma base hidróxido de modo a evitar reacções paralelas indesejáveis e eliminar a necessidade de remoção de contaminadores indesejáveis.

10 É ainda objecto desta invenção providenciar um processo para a preparação de agentes tensio-activos alquiletoxicarbo para que uma quantidade mínima de ácido cloroacético anidro, ou um sal do mesmo, seja utilizado na conversão do álcool etoxilado em produto alquiletoxicarboxilato.

15 A presente invenção encerra processos para a preparação de agentes tensio-activos alquiletoxicarboxilatos da fórmula



20 em que R é um grupo alquílico C_8 a C_{18} , x é um número médio de cerca de 1 a 15, e M é um metal alcalino ou um catião de metal alcalino terroso; processo caracterizado por se fazer reagir:

- 25 (a) um álcool gordo etoxilado da fórmula $\text{RO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_x \text{H}$, em que R é um grupo alquílico C_8 a C_{18} e x é um número médio de cerca de 1 a 15;
- 30 (b) uma base retardada da fórmula RO-M^+ , em que RO é um alcoxido secundário ou terciário, R é um grupo alquílico não linear C_4 a C_{12} com pelo menos um local de ramificação em 3 átomos de carbono do átomo de oxigénio, e M é um metal alcalino ou catião de metal alcalino-terroso; e
- 35

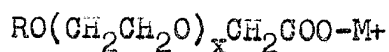
21 MAI 1990
[Handwritten signature]

1
5
10
15
20
25
30
35

(c) ácido cloroacético anidro, a uma razão molar da base retardada para o ácido cloroacético anidro de 2:1, ou um sal de metal alcalino ou sal de metal alcalino terroso de ácido cloroacético anidro, a uma razão molar da base retardada de sal de metal alcalino ou sal de metal alcalino-terroso de ácido cloroacético de 1:1;

em que a razão molar do álcool gordo etoxilado para o ácido cloroacético anidro ou para o sal de metal alcalino ou sal de metal alcalino-terroso do mesmo, é de cerca de 1:0,7 a cerca de 1:1,25 a temperatura é de cerca de 20 a 140°C, e a pressão é de cerca de 1 a 760 mm Hg.

Os agentes tensio-activos alquiletoxicarboxilatos desta invenção são da fórmula



em que R é um grupo alquílico C₈ a C₁₈, x é um número médio de cerca de 1 a 15 e M é um metal alcalino ou um catião de metal alcalino-terroso. A cadeia alquílica tendo cerca de 8 a cerca de 18 átomos de carbono pode ser obtida de álcoois gordos, olefinas, etc. Normalmente e preferencialmente a cadeia alquílica será uma mistura de cadeias alquílicas. Contudo, podem ser utilizadas cadeias alquílicas puras. A cadeia alquílica é, de um modo desejável, uma cadeia alquílica saturada em mistura, mas pode ser também uma cadeia alquílica derivada e/ou insaturada.

Percurssores apropriados do álcool dos agentes tensio-activos alquiletoxicarboxilatos desta invenção são os álcoois alifáticos primários que contêm cerca de 8 a cerca de 18 átomos de carbono. Outros álcoois alifáticos primários adequados são os álcoois primários lineares obtidos da hidrogenação de ácidos gordos vegetais ou animais, tais

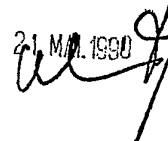
Mod. 71 - 10000 ex. - 89/07

21. MAI. 1990
al

1 como côco, semente de palma, e ácidos gordos de sebo ou reac-
ções formadas por etileno e subsequente hidrólise como nos
processos do tipo Ziegler. Os álcoois preferidos são: n-octí-
lico, n-nonílico, n-decílico, u-não decílico, n-dodecílico,
5 n-tridecílico, n-tetradecílico, n-pentadecílico, n-hexadecí-
lico, n-heptadecílico e n-octadecílico. Outros percorssores
de álcool adequados incluem álcoois primários tendo uma pro-
porção de derivação no beta ou 2 átomos de carbono em que a
derivação alquílica contém 1 a 4 átomos de carbono. Em tais
10 álcoois pelo menos 30% do álcool de cada comprimento da ca-
deia específica é, de um modo desejável, linear e a deriva-
ção compreende, de preferência, cerca de 50% de grupos metí-
licos com pequenas quantidades de grupos etílicos, propíli-
cos e butílicos. Estes álcoois são convenientemente produzi-
15 dos por reacção de olefinas lineares, tendo de cerca de 11 a
17 átomos de carbono com monóxido de carbono e hidrogénio.
Tanto a cadeia de álcool linear como a derivada são formadas
por estes processos e as misturas podem ser usadas como tal
ou podem ser separadas em componentes individuais e depois
20 novamente compostas para dar a combinação desejada.

Os processos usuais para produzir "Oxo" ha-
lenos que são depois utilizados para preparar álcoois são di-
vulgados na Patente Americana N^{os}. 2.564.456 e 2.587.858 e a
25 hidroformilação directa de olefinas para dar álcoois é divul-
gada nas Patentes Americanas N^{os}. 2.504.682 e 1.581.988. To-
das estas patentes são aqui incorporadas como referência.

Os álcoois secundários equivalentes podem
30 também ser utilizados. Tornar-se-à evidente que ao usar um
único comprimento de cadeia de olefina como material de iní-
cio, resultará uma extensão de cadeia única de álcool corres-
pondente, mas geralmente é mais económico utilizar misturas
de olefinas tendo uma extensão do comprimento de cadeia de
35 carbono em volta do meio desejado. Claro que isto providen-

21 MAR 1990


1 ciará uma mistura de álcoois tendo a mesma distribuição de
comprimentos de cadeia em volta do meio.

5 Álcoois alifáticos primários, obtidos de
óleos e gorduras vegetais e de outros produtos fornecedores
de petróleo, tendo grupos alquílicos ou alquilenos como par-
te da sua estrutura, irão conter também uma série de exten-
sões de cadeia. Como a área de extensões de cadeia é C_8-C_{20}
e superior, é prática usual separar o produto de tais produ-
10 tos fornecedores em diferentes séries de extensões de cadeia
que são escolhidas com base nos fins da sua utilização.

A parte etoxi da força actuante que corres-
ponde à parte etoxi do álcool etoxilado reagente contendo,
15 de um modo desejável, um comprimento de cadeia em média de 1
a 15. Mais preferencialmente, a média de comprimento da ca-
deia etoxi é de cerca de 2 a 6.

Mod. 71-10000 ex. - 88/07

20 A média desejável de comprimento da cadeia
etoxi no álcool gordo etoxilado pode ser obtida usando-se um
processo de etoxilação catalizada, em que da quantidade mo-
lecular de óxido etileno que reagiu com cada equivalente de
álcool gordo corresponderá ao número médio de grupos etoxi
no álcool etoxilado. Sabe-se que a adição de óxido etileno a
25 alcanóis é promovida por um catalisador, mais convencional-
mente, um catalisador fortemente ácido ou fortemente básico.
Catalisadores básicos adequados são os sais básicos dos me-
tais alcalinos do Grupo I da Tabela Periódica, tais como o
sódio, o potássio, o rubídio e o cézio; e os sais básicos de
30 certos metais térreos alcalinos do Grupo II da Tabela Periódica,
tais como o cálcio, o estrôncio, o bário e em alguns
casos o magnésio. Catalisadores ácidos adequados incluem,
largamente, o ácido Lewis dos catalisadores Friedel-Craft.
Exemplos específicos destes catalisadores são os fluoretos,
35 cloretos e brometos de boro, antimónio, tungsténio, ferro,

21. MAI. 1990
al

1 níquel, zinco, estanho, alumínio, titânio, e molibdeno. A u-
tilização de compostos de tais halogenetos com, por exemplo,
álcoois, éteres, ácidos carboxílicos, e aminas, foi igualmen-
te relatada. Ainda outros exemplos de conhecidos catalisado-
5 res ácidos e de alcoilação são os ácidos sulfúrico e fosfó-
rico; ácido perclórico ou os perloratos de magnésio, cálcio,
manganês, níquel e zinco; metais oxalatos, sulfatos, fosfa-
tos, carboxilatos e acetatos; fluoroboratos de metal alcali-
no; titanato de zinco; e sais de metal de ácido sulfônico de
10 benzeno. O tipo de catalisador utilizado determinará a dis-
tribuição da disposição dos grupos etoxi. Catalisadores mais
fortes resultarão numa distribuição mais ampla.

15 Os métodos convencionais para a preparação
de agentes tensio-activos alquiletoxicarboxilatos usam hi-
dróxidos para reagir com os álcoois gordos etoxilados. O hi-
dróxido desprotoniza o álcool, transformando-o no alcóxido
correspondente. Um sal de ácido cloroacético é adicionado à
mistura reagente e reage com o alcóxido para formar o alqui-
20 letoxicarboxilato. Um grava problema com este método é que o
hidróxido, além de desprotonizar o álcool, também reage com
o sal de ácido cloroacético para formar um sal glicolato, um
subproduto muito indesejável.

25 Por isso é necessário que esta reacção de-
corra a elevadas temperaturas e baixas pressões para levar a
reacção desprotonizadora em direcção ao alcóxido, de modo a
deixar uma quantidade mínima de hidróxido na mistura reagen-
te para reagir com o sal de ácido cloroacético. Um método al-
30 ternativo ou complementar envolve o uso de excesso de hidró-
xido e excesso de sal de ácido cloroacético, removendo de-
pois o contaminador, sal glicolato, após a conclusão da reac-
ção.

35 Consequentemente foi investigada e aqui

21 MAI 1990

1 proposta uma alternativa ao uso do hidróxido para desprotonizar o álcool gordo. Verificou-se que a base de pKa (medida da capacidade de reacção de uma molécula) tem que ser suficientemente grande para lhe permitir desprotonizar o álcool
5 gordo, deixando-o numa forma para reagir com o cloroacetato. De igual modo, a base tem que ter complementos suficientes ligados ao átomo de oxigénio reagente para impedir qualquer reacção com o ião de cloroacetato.

10 A base retardada desta invenção é representada pela fórmula RO-M+, constituindo na generalidade um grupo alquílico, um centro de oxigénio reagente, e um catião. A estrutura desta base retardada é secundária ou terciária. A base contém um grupo alquílico não linear com pelo menos um
15 local de ramificação em 3 átomos de carbono do centro reactor, o átomo de oxigénio, e um metal alcalino ou metal alcalino terroso complementar. A base retardada preferida é um material terciário contendo menos que 6 átomos de carbono. Mais preferido é o terci-butóxido, que é suficientemente reagente para retirar um átomo de hidrogénio do álcool gordo,
20 mas contém um alquílico terciário ligado ao átomo de oxigénio reagente que o impede de reagir com o ião de cloroacetato. Em vez disso, o t-butóxido combina com o hidrogénio do álcool para formar t-butanol, que é facilmente removido da
25 mistura resultante.

O ácido cloroacético anidro pode ser usado para combinar com o alcóxido para formar o alquiletoxicarboxilato, mas o ácido cloroacético aquoso não pode ser utilizado. A razão para isto é que o ácido cloroacético aquoso contém água que, sob as condições de reacção, gera iões de hidrato. Isto necessariamente restabelece as complicações associadas com o método acima descrito, isto é, a formação de produto paralelo indesejável, sal glicolado, da reacção de
30 hidróxido com cloroacetato. Assim, o ácido cloroacético tem
35

21. MAI. 1990



1 que ser utilizado no estado anídrico, mas isto requer o uso
de 2 equivalentes da base retardada para cada equivalente de
ácido cloroacético anídrico. Esta razão de 2 para 1 é neces-
sária porque, para além de desprotonizar o álcool gordo, a
5 base tem igualmente que desprotonizar o ácido cloroacéti-
co para formar o anião de cloroacetato que é necessário para
reagir com o alcóxido e formar o alquiletoxicarboxilato.

10 A forma preferida de ácido cloroacético é
o seu sal de metal alcalino ou sal de metal alcalino terro-
so. Os mais preferidos entre estes são o cloroacetato de só-
dio, o cloroacetato de potássio, ou uma combinação dos mes-
mos. Estes acetatos requerem apenas um equivalente da base
retardada para cada equivalente do cloroacetato.

15 O álcool gordo etoxilado tem que ser posto
na mistura reagente a uma razão molar do álcool para o ácido
cloroacético anídrico ou sal de metal alcalino ou sal de metal
alcalino terroso feito do mesmo de aproximadamente 1:0,7 pa-
20 ra 1:1,25, de preferência, de cerca de 1:1 para cerca de 1;
1,15.

25 O controle da temperatura e da pressão no
processo desta invenção aumenta o grau de reacção. Por exem-
plo, a reacção da presente invenção pode decorrer entre 20 e
140°C e sob uma pressão de 1 a 760 mm Hg, de preferência, de
60 a 120°C e sob uma pressão de 15 a 350 mm Hg, se se deseja
um aumento do grau de reacção. Em comparação métodos conven-
30 cionais para fazer agentes tensio-activos alquiletoxicarboxi-
latos têm que ser realizados a elevadas temperaturas e bai-
xas pressões, de modo a evitar a reacção paralela de glicola-
to indesejável.

35 Para além disso, o processo desta invenção
pode alcançar níveis de conversão muito específicos do álcool

21. MAI 1990
al

1 gordo etoxilado em alquiletoxicarboxilato de cerca de 70% a
1000% sem controle rigoroso da temperatura e/ou pressão da
reacção e sem grandes excessos dos reagentes. Os métodos con-
vencionais para fazer agentes tensio-activo alquiletoxicar-
5 boxilatos requerem geralmente excessos de hidróxido e ácido
cloroacético para além do requisito anteriormente referido
de temperaturas elevadas e baixas pressões.

10 Esta vantagem sobre os métodos convencio-
nais para fazer agentes tensio-activos alquiletoxicarboxila-
tos torna-se muito proeminentemente quando a conversão desejada
do álcool em alquiletoxicarboxilato é acima de 90%. Sob esse
parâmetro, os métodos convencionais requerem excessos do hi-
dróxido e ácido cloroacético (por vezes acima de 100 %) e/ou
15 temperatura rigorosa e controle de pressão. Usando o terci-
-butóxido, o processo desta invenção requer apenas um contro-
le mínimo de temperatura e de pressão (apenas com o propósi-
to de acelerar o grau de reacção) e, no máximo, excessos de
terci-butóxido e cloroacetato de cerca de 10% a 25%.

20 O produto resultante pode ser submetido a
um processo de aperfeiçoamento dependendo do fim a que se des-
tina a sua utilização. Para certas utilizações, como por e-
xemplo o fluxo de tensão, é possível utilizar directamente o
25 produto bruto resultante. Nesse caso é desnecessário separar
o cloreto de sódio ou de potássio formado como subproduto.
Contudo, se se desejar tal separação, é possível fazê-lo adi-
cionando a mistura reagente a uma solução aquosa suficiente-
mente forte de ácido sulfúrico ou clorídrico, de modo a que
30 o pH final seja entre 2 e 4. A mistura separar-se-á por fa-
ses, à temperatura ambiente, até uma fase orgânica superior
contendo o ácido livre que pode ser facilmente separado da
fase aquosa inferior contendo qualquer cloroacetato que não
tenha reagido e sais inorgânicos em forma dissolvida (Patente
35 Americana 3.992.443, coluna 4, linhas 6-11). Um maior

21 MAR 1990


1 grau de separação, num período de tempo marcadamente menor,
ocorrerá se a mistura fôr aquecida. Depois o ácido alquileto-
xicarboxilato pode ser neutralizado adicionando-se a mistura
da fase superior a uma solução aquosa suficientemente forte
5 de hidróxido de sódio, hidróxido de potássio ou hidróxido de
amônio, de modo a que o pH final seja de cerca de 7 a 10.

Os agentes tensio-activos alquiletoxicarbo-
xilatos produzidos pela presente invenção podem ser utiliza-
10 dos em quaisquer composições conhecidas no ramo por conterem
tais agentes tensio-activos. São, de preferência, utilizadas
em composições para lavagem, tais como champôs, detergentes
para lavar a roupa e composições líquidas de detergente para
lavar a loiça. Tais composições são divulgadas, por exemplo,
15 na Patente Americana 4.486.338 e (Ootani et al) e 3.941.710
(Gilbert et al); e requerimentos de Patente Japonesa 48-6070
6 e 48-64102 (ambas patentes Kao), todos aqui incorporados
por referência.

20 As composições aqui preferidas de detergen-
te líquido para lavar a loiça do serviço doméstico compreen-
dem de cerca de 5% a 50% de uma mistura de agente tensio-acti-
vo compreendendo:

25 (a) de cerca de 80% a 100% de alquiletoxi-
carboxilatos da fórmula
$$RO(CH_2CH_2)_xCH_2COO-M+$$

em que R é um grupo alquílico C_{12} a C_{16} , x
varia de 0 a cerca de 10 e a distribuição
30 etoxilada é tal que, com base no peso, a
quantidade de material em que x é 0 é menor
que cerca de 20% e a quantidade de material
em que x é maior que 7 é menor que cerca
de 25%, a média x é de cerca de 2 a 4 quan-
do a média de R é C_{13} ou menos, e a média
35

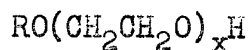
21 MAR 1990

1

x é de cerca de 3 a 6 quando a média de R é maior que C₁₃, e M é um catião;

5

(b) de 0% a cerca de 10% de etoxilados de álcool da fórmula:



em que R é um grupo alquílico C₁₂ a C₁₆ e x varia de 0 a cerca de 10 e a média x é menor que cerca de 6; e

10

(c) de 0% a cerca de 10% de sabões da fórmula:



em que R é um grupo alquílico C₁₁ a C₁₅ e M é um catião;

15

tendo a dita composição um pH de cerca de 7 a 11.

20

As composições de detergente líquido para lavar a loiça, anteriormente referidas, contêm uma mistura de agente tensio-activo compreendendo uma maior quantidade de agente tensio-activo alquiletoxicarboxilato e pouco ou nenhum álcool etoxilato e subprodutos de sabão contaminadores. Estes e outros ingredientes complementares e opcionais normalmente encontrados em composições líquidas para lavar a loiça são seguidamente apresentadas.

25

30

A composição anteriormente referida contém de cerca de 5% a 50%, em peso, de preferência, de cerca de 10% a 40%, preferencialmente de cerca de 12% a 30%, de uma mistura de agente tensio-activo restricta nos níveis de contaminadores.

35

A mistura de agente tensio-activo contém de cerca de 80% a 100%, de preferência de cerca de 85% a 95%, ainda mais preferencialmente de cerca de 90% a 95%, de alqui-

Mod. 71 - 10000 ex. - 89/07

21 MAR 1990

1 letoxicarboxilatos da fórmula genérica $RO(CH_2CH_2O)_xCH_2COO-M+$
em que R é um grupo alquílico C_{12} a C_{16} , x varia de 0 a cer-
ca de 10, e a distribuição etoxilada é tal que, com base no
5 ca de 20%, de preferência menor que cerca de 15%, mais prefe-
rencialmente menos que cerca de 10%, e a quantidade de mate-
rial em que x é maior que 7, é menor que cerca de 25%, de
preferência menos que cerca de 15%, ainda mais preferencial-
10 mente menos que cerca de 10%, a média x é de cerca de 2 a 4
quando a média de R é C_{13} ou menos, e a média x é de cerca
de 3 a 6 quando a média R é maior que C_{13} , e M é um catião,
de preferência escolhido de metal alcalino, metal térreo al-
calino, amônio, mono-, di-, e tri-etanol-amônio, ainda mais
preferencialmente de sódio, potássio, amônio, e misturas dos
15 mesmos iões de magnésio. Os alquiletoxicarboxilatos preferi-
dos são aqueles em que R é um grupo alquílico C_{12} a C_{14} .

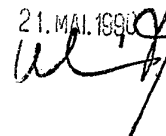
Mod. 71-10000 ex. - 89/07

A mistura de agente tensio-activo contém
também de 0% a cerca de 10%, de preferência menos que cerca
20 de 8%, ainda mais preferencialmente menos que cerca de 5%,
de etoxilatos de álcool da fórmula $RO(CH_2CH_2O)_xH$ em que R é
um grupo alquílico C_{12} a C_{16} e x varia de 0 a cerca de 10 e
a média x é menor que 6. A mistura de agente tensio-activo
contém também 0% a cerca de 10%, de preferência menos que
25 cerca de 8%, ainda mais preferencialmente menos que cerca de
5% de sabões da fórmula $RCOO-M+$, em que R é um grupo alquíli-
co C_{11} a C_{15} e M é um catião como anteriormente descrito.

Os etoxilados do álcool não carboxilado a-
30 pontados anteriormente, são prejudiciais para a mistura de
agentes tensio-activos alquiletoxicarboxilatos. Por isso, é
decisivo que a mistura de agente tensio-activo alquiletoxi-
carboxilato utilizado nesta invenção contenha menos que 10%,
em peso, dos etoxilatos do álcool de onde é derivada.

35

21. MAI. 1990



1 As composições anteriormente referidas têm
um pH de cerca de 7 a 11, determinado como o pH da composi-
ção não diluída com um medidor de pH. A composição de deter-
gente preferida tem um pH de cerca de 8 a 10,5 e ainda mais
5 preferencialmente de cerca de 8,5 a 10. Tradicionalmente, com-
posições líquidas para lavar a loiça têm um pH de cerca de
7. Considerou-se para composições de detergente como estas
que um pH mais alcalino de cerca de 9 melhora consideravel-
mente a limpeza da gordura se comparado com um produto com
10 um pH de 7. Este benefício de limpeza parece ser único em
composições contendo os presentes alquiletoxicarboxilatos.
Surpreendentemente, estas composições são apesar disso muito
suaves para as mãos num pH alcalino.

15 Se uma composição com um pH maior que 7 é
mais efectiva em melhorar a actuação deveria conter um agen-
te amortecedor capaz de manter o pH alcalino na composição
em soluções diluídas da composição. Este agente amortecedor
pode ser um detergente activo no seu próprio sentido, ou po-
20 de ser um baixo peso molecular, material orgânico ou inorgâ-
nico que é utilizado nesta composição sómente para manter um
pH alcalino. Os agentes amortecedores preferidos para compo-
sições desta invenção são materiais contendo nitrogénio. Al-
guns exemplos são glicina ou outros aminoácidos ou aminas
25 mais baixas do álcool como mono-, di-, e tri-etanolamina. Es-
tes agentes amortecedores estão normalmente presentes a um
nível de cerca de 0,1% a 10%, em peso, de preferência de cer-
ca de 1% a 7%, ainda mais preferencialmente de cerca de 1,5%
a 5%.

30 Os catiões para os alquiletoxicarboxilatos
podem ser metais alcalinos, metais alcalino terrosos, amónio,
e iões de álcool e amónio mais baixos. Considerou-se que pa-
ra os presentes alquiletoxicarboxilatos a presença de catiões
35 bivalentes melhora grandemente a limpeza de superfícies gor-

EMAL 1980

1 durosas. Isto é especialmente verdade quando as composições
são utilizadas em água depurada que contém poucos iões biva-
lentes. Composições líquidas para lavar a loiça que contém
alquiletoxicarboxilatos que não são conforme com a estreita
5 definição acima referida serão menos beneficiados pela adi-
ção de iões bivalentes e, em muitos casos, vão realmente e-
xibir uma reduzida acção de limpeza sobre a adição de cati-
ões bivalentes. Crê-se que os iões bivalentes aumentam o vo-
lume dos presentes alquiletoxicarboxilatos no interior do ó-
10 leo/água, reduzindo assim a tensão interior e melhorando a
limpeza da gordura.

De preferência, os iões bivalentes são adi-
cionados com um cloreto ou sulfato de sal a composições con-
15 tendo um metal alcalino ou sal de amónio do alquiletoxicar-
boxilato, ainda mais preferencialmente o sal de sódio, depois
da composição ter sido neutralizada com uma base forte. O ní-
vel de ião bivalente na composição é de 0% a cerca de 1,5%,
de preferência de cerca de 0,2% a 1% ainda mais preferencial-
20 mente de cerca de 0,3% a 0,8%, em peso. Os iões bivalentes
particularmente preferidos são os iões de magnésio.

Quando tanto os iões bivalentes como o pH
alcalino são combinados com a mistura do agente tensio-acti-
25 vo, é obtida uma limpeza de gordura que é superior à que se
obtem quer pelo pH alcalino quer pelos iões bivalentes em se-
parado. De preferência o ião bivalente é magnésio, presente
na composição a um nível de cerca de 0,1% a 1%, ainda mais
preferencialmente de cerca de 0,3% a 0,8%, em peso, enquanto
30 que o pH é de preferência de cerca de 8 a 9,5 e ainda mais
preferencialmente de cerca de 8,5 a 9,5. As composições que
contêm elevados níveis de magnésio e têm um pH muito acima
de cerca de 9,5 não são preferidas devido a uma tendência pa-
ra formar precipitados.

35

21 MAY 1990
[Handwritten signature]

1 Agentes Co-Tensio-Activos

As composições aqui apresentadas contêm, de preferência, certos agentes co-tensio-activos para ajudar na formação de espuma, acção dissolvente e/ou suavidade.

5

Incluídos nesta categoria estão vários agentes tensio-activos aniônicos utilizados normalmente em detergentes líquidos para lavar a loiça. Os catiões associados com estes agentes tensio-activos aniônicos podem ser os mesmos que os catiões previamente descritos para os alquiletoxicarboxilatos. Exemplos de agentes co-tensio-activos aniônicos aqui utilizáveis são as seguintes classes:

10

(1) Sulfonatos de alquil benzeno nos quais o grupo alquílico contém de 9 a 15 átomos de carbono, de preferência 11 a 14 átomos de carbono, numa configuração de cadeia linear ou ramificada. Um sulfonato de alquil benzeno linear particularmente preferido contém cerca de 12 átomos de carbono. A Patente Americana 2.220.099 e 2.477.383 descreve estes agentes tensio-activos detalhadamente.

15

20

(2) Sulfatos alquílicos obtidos por sulfatação de um álcool tendo 8 a 22 átomos de carbono, de preferência de 12 a 16 átomos de carbono. Os sulfatos alquílicos têm a fórmula $ROSO_3^-M^+$, em que R é o grupo alquílico C_{8-22} e M é um catião mono- e/ou bivalente.

25

(3) Sulfonatos de parafina tendo 8 a 22 átomos de carbono, de preferência de 12 a 16 átomos de carbono, na metade alquílica. Estes agentes tensio-activos estão comercialmente disponíveis como Hostapur SAS da Hoechst Celanese.

30

(4) Sulfonatos de olefina tendo 8 a 22 átomos de carbono, de preferência 12 a 16 átomos de carbono.

35

Mod. 71-10000 ex. - 89/07

21. MAI. 1990

1 A Patente Americana 3.332.880 contém uma descrição de sulfo-
natos de olefina utilizáveis.

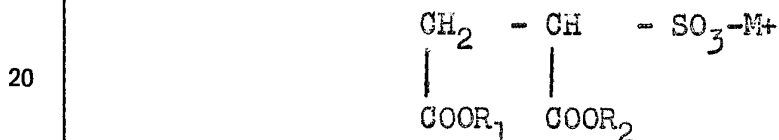
5 (5) Sulfatos de alquil éter obtidos da e-
toxilação de um álcool tendo 8 a 22 átomos de carbono, de
preferência 12 a 16 átomos de carbono, menos que 30, de pre-
ferência menos que 12, moléculas de óxido etileno. Os sulfa-
tos de alquil éter têm a fórmula:

10
$$RO(C_2H_4O)_xSO_3^-M^+$$

em que R é o grupo alquílico C_{8-22} , x é 1-30, e M é um ca-
tião mono ou bivalente.

15 (6) Sulfonatos de alquil glicéridil éter ten-
do 8 a 22 átomos de carbono, de preferência 12 a 16 átomos
de carbono na metade alquílica.

(7) Sulfosuccinatos bialquílicos da fórmu-
la:



25 em que cada de R_1 e R_2 , que podem ser os mesmos ou diferen-
tes, representa um grupo alquílico de cadeia linear ou de
cadeia ramificada tendo de cerca de 4 a 10 átomos de carbono
e mais preferencialmente de cerca de 6 a 8 átomos de carbono,
e M^+ representa um catião mono ou bivalente. Uma descrição
mais completa de sulfossuccinatos bialquílicos utilizáveis
pode ser encontrada em GB 2.105.325 e GB 2.104.913.

30 (8) Sulfonatos de éster de ácido gordo da
fórmula:

35
$$R_1 - CH(SO_3^-M^+)CO_2R_2$$

em que R_1 é um alquílico linear ou ramificado de cerca de C_8
a C_{18} , de preferência C_{12} a C_{16} , e R_2 é um alquílico linear
ou ramificado de cerca de C_1 a C_6 , de preferência primeira-

21. MAI 1990

1 mente C_1 , e $M+$ representa um catião mono ou bivalente.

(9) Misturas dos mesmos.

5 Os agentes tensio-activos aniônicos acima descritos estão todos disponíveis no mercado. De notar que apesar de tanto os sulfosuccinatos bialquílicos como os sulfonatos de éster de ácido gordo funcionarem bem com um pH neutral ou levemente alcalino, não são quimicamente estáveis numa composição com pH muito maior que cerca de 8,5.

10

Outros agentes co-tensio-activos adequados para utilizar nas composições são os alquilepoliglicósidos gordos não iônicos. Estes agentes tensio-activos contêm grupos alquílicos de cadeia linear ou cadeia ramificada C_8 a C_{15} , de preferência de cerca de C_{12} a C_{14} , e têm uma média de cerca de 1 a 5 unidades de glicose, com uma média de 1 a 2 unidades de glicose de maior preferência. A Patente Americana 4.393.203 e 4.732.704 incorporada por referência, descreve estes agentes tensio-activos.

15

20

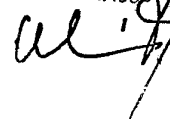
Os agentes ~~co-tensio~~activos para as composições aqui descritas podem igualmente conter misturas de agentes tensio-activos aniônicos com poliglicósidos alquílicos. As forças co-actuanes estão presentes na composição a um nível de 0% a cerca de 35%, em peso, de preferência, de cerca de 5% a 25%, e ainda mais preferencialmente de cerca de 7% a 20%.

25

Outro componente que pode ser incluído nas composições é um agente tensio-activo estabilizador de espuma (intensificador de espuma) a um nível de menos que cerca de 15%, de preferência de cerca de 0,5% a 12%, preferencialmente de cerca de 1% a 10%. Agentes tensio-activos opcionais estabilizadores de espuma operáveis na composição instantânea são de cinco tipos básicos-- betaínas, condensados de ó-

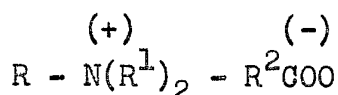
35

21. MAI. 1990



1 xido etileno, amidas de ácido gordo, não iônicos semipolares
de óxido de amina e agentes tensio-ativos catiónicos.

5 As composições podem conter agentes tensio-
-ativos de detergente de betanol tendo a fórmula geral:



em que R é um grupo hidrofóbico seleccionado do grupo que
consiste em grupos alquílicos contendo de cerca de 10 a cer-
ca de 22 átomos de carbono, de preferência de cerca de 12 a
10 cerca de 18 átomos de carbono, grupos alquil aril e aril al-
quil contendo um número semelhante de átomos com um anel de
benzeno tratado como equivalente a cerca de 2 átomos de car-
bono, e estruturas semelhantes interrompidas por amido ou ca-
15 deias de éter; cada R¹ é um grupo alquílico contendo de 1 a
cerca de 3 átomos de carbono; e R² é um grupo alquilenos con-
tendo de 1 a cerca de 6 átomos de carbono.

20 Exemplos de betainas preferidas são: dode-
cil dimetilo, betaína, cetil dimetil betaína, dodecil amido-
propildimetil betaína, tetradecildimetil betaína, tetradecil-
amidopropildimetil betaína e hexanoato dodecildimetiloamónio.

25 Outros amidoalquilbetaínas utilizáveis são
divulgadas na Patente Americana 3.950.417; 4.137.191; e
4.375.421; e Patente Britânica 2.103.236, sendo todos aqui
incorporados por referência.

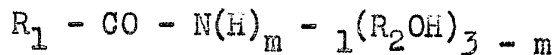
30 Será reconhecido que os grupos alquílicos
(e acílicos) para os agentes tensio-ativos de betaína acima
referidas podem ser obtidos tanto de fontes naturais como
sintéticas, por exemplo podem ser obtidos de ácidos gordos
que ocorrem naturalmente; olefinas tais como as preparadas
por Ziegler ou por processos Oxo; ou de olefinas separadas
35 de petróleo com ou sem "estalar".

21. MAI 1990

1 Os condensados de óxido etileno são larga-
mente definidos como compostos produzidos pela condensação de
grupos de óxido etileno (hidrofílicos por natureza) com um
composto hidrofóbico orgânico, que pode ser alifático ou al-
5 quílico aromático por natureza. A extensão do radical hidro-
fílico ou polioxialquileno que é condensado com qualquer gru-
po hidrofóbico próprio, pode ser facilmente ajustada para dar
lugar a um composto solúvel em água tendo o equilíbrio dese-
jado entre elementos hidrofílicos e hidrofóbicos.

10 Exemplos desses condensados de óxido eti-
leno utilizáveis como estabilizadores de espuma são os produ-
tos de condensação de álcoois alifáticos com óxido etileno.
A cadeia alquílica do álcool alifático tanto pode ser linear
15 como ramificada e geralmente contém de cerca de 8 a cerca de
18, de preferência de cerca de 8 a cerca de 14 átomos de car-
bono para a melhor realização como estabilizadores de espuma,
estando o óxido etileno presente em quantidades de cerca de 8
moléculas a cerca de 30, de preferência, de cerca de 8 a cer-
20 ca de 14 moléculas de óxido etileno por molécula de álcool.

Exemplos dos agentes tensio-activos de ami-
do aqui utilizáveis incluem amoníaco, monoetanol, e dietanol
amidas de ácidos gordos tendo uma metade acídica contendo de
25 cerca de 8 a cerca de 18 átomos de carbono e representados pe-
la fórmula geral:



em que R é um radical de hidrocarbono alifático saturado ou
insaturado, tendo de cerca de 7 a 21, de preferência de cerca
30 de 11 a 17 átomos de carbono; R₂ representa um grupo metileno
ou etileno; e m é 1, 2 ou 3, de preferência 1. Exemplos espe-
cíficos das ditas amidas são: amina de monoetanol, amida de
ácido gordo de côco e amina dietanol amida de ácido gordo do-
decil. Estas metades acídicas podem ser obtidas de gliceridas
35 que ocorrem naturalmente, por exemplo: óleo de côco, óleo de

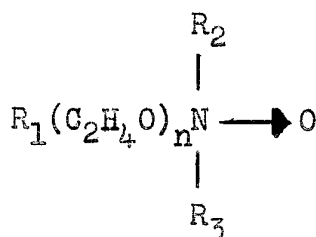
Mod. 71-10000 ex. 89/07

21. MAI. 1966

1 palma, óleo de soja e sebo, mas podem ser obtidas sintética-
mente, por exemplo, pela oxidação de petróleo ou por hidroge-
nação de monóxido de carbono pelo processo Fischer-Tropsch.
São preferíveis as amidas de monoetanol e dietanolamidas de
5 ácidos gordos C₁₂₋₁₄.

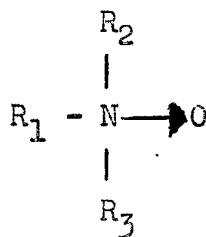
Agentes tensio-activos de óxido de amina semipolares e não iônicos compreendem compostos e misturas de compostos com uma fórmula:

10



15 em que R₁ é um radical alquílico, 2-hidroalquílico, 3-hidro-
xialquílico ou 3-alcoxi-2-hidroxipropil, no qual o alquílico
e o alcóxico, respectivamente, contêm de cerca de 8 a cerca
de 18 átomos de carbono, R₂ e R₃ são cada um metílico, etíli-
co, propílico, isopropílico, 2-hidroxietílico, 2-hidroxipropi-
20 lico, ou 3- hidroxipropílico, e n é de 0 a cerca de 10. Par-
ticularmente preferíveis são os óxidos de amina da fórmula:

25



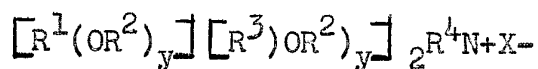
em que R₁ é um alquílico C₁₂₋₁₆ e R₂ e R₃ são metílico ou etí-
lico. Os condensados de óxido etileno acima referidos, amidas
e os óxidos de amina são mais detalhadamente descritos na Pa-
30 tente Americana 4.316.824 (Pancheri), aqui incorporada por re-
ferência.

As composições podem também conter certos
agentes tensio-activos de amônio quaternário catiónico da fór-
35 mula:

Mod. 71-10000 ex. 89/07

21. MAI. 1998
[Handwritten signature]

1



ou agentes tensio-activos de amina da fórmula:

5



em que R_1 é um grupo alquílico ou alquílico benzílico tendo de cerca de 6 a cerca de 16 átomos de carbono na cadeia alquílica; cada R_2 é seleccionado do grupo que consiste em $-CH_2CH_2-$, $-CH_2CH(CH_3)-$, $-CH_2CH(CH_2OH)-$, $-CH_2CH_2CH_2-$, e misturas dos mesmos; cada R_3 é seleccionado do grupo que consiste em alquílico C_1-C_4 , hidroxialquílico C_1-C_4 , benzílico e hidrogénio quando y não é 0; R^4 é o mesmo que R^3 ou é uma cadeia alquílica em que o número total de átomos de carbono de R^1 mais R^4 é de cerca de 8 a cerca de 16; cada y é de 0 a cerca de 10, e a soma dos valores y é de 0 a cerca de 15; e x é qualquer aniónico compatível.

Os agentes tensio-activos de amónio quaternários são os preferíveis dos anteriormente citados, especialmente a cadeia monolonga de agentes tensio-activos alquílicos descrita na fórmula anterior em que R^4 é seleccionado dos mesmos grupos que R^3 . Os agentes tensio-activos de amónio quaternário mais preferíveis são o cloreto, brometo, e sais metil sulfato de alquilo C_{8-16} trimetilamónio, sais de alquilo C_{8-16} di(hidroxietil)-metilamónio, sais de alquilo C_{8-16} de hidroxietildimetilamónio, sais alquilo propil trimetilamónio C_{8-16} e sais alquilo propil dihidroxietilmetilamónio C_{8-16} . Dos anteriormente referidos, os sais de alquilo C_{10-14} trimetilamónio são os preferíveis, por exemplo: decil trimetilamónio metilsulfato, cloreto de lauril trimetilamónio, brometo de miristilo trimetilamónio e cloreto de côco trimetilamónio, e metil sulfato.

35

Os intensificadores de espuma utilizados

Mod. 71 - 10000 ex. - 89/07

21. MAI. 1990
al

1 na composição podem conter qualquer um ou uma mistura dos intensificadores de espuma listados anteriormente.

Ingredientes adicionais facultativos

5 Para além dos ingredientes atrás descritos, as composições podem conter outros ingredientes convencionais apropriados para utilizar em composições líquidas para lavar a loiça.

10 Ingredientes opcionais incluem a drenagem que promove agentes tensio-activos etoxilados não iónicos do tipo divulgado na Patente Americana 4.316.824, Pancheri (23 de Fevereiro de 1982), aqui incorporada por referência.

15 Outros incluem edificadores de acções dissolventes, quer do tipo orgânico quer inorgânico. Exemplos de edificadores inorgânicos solúveis em água que podem ser utilizados, em separado ou numa mistura feita com eles mesmos
20 ou com sais edificadores orgânicos alcalinos isoladores, são os carbonatos de metal alcalino, fosfatos, polifosfatos e silicados. Exemplos específicos desses sais são o tripolifosfato de sódio, pirofosfato de potássio, tripolifosfato de potássio e hexametafosfato de sódio. Exemplos de sais edificadores orgânicos que podem ser utilizados em separado ou numa mistura
25 ra com cada um ou com os sais edificadores inorgânicos alcalinos antecedentes, são os policarboxilatos de metal alcalino, por exemplo: citratos hidrossolúveis tais como citrato de sódio e de potássio, tartrato de sódio e de potássio, etilenediaminatetraacetato de sódio e de potássio, triacetatos de
30 diamina N-(2-hidroxietil)-etileno de sódio e de potássio, triacetatos de nitrila de sódio e de potássio (NTA), biacetatos N-(2-hidroxietil)-nitrilo de sódio e potássio, oxidisuccinatos de sódio e de potássio, e mono e di-succinatos de tartrato de sódio e de potássio, tal como é descrito na Patente Americana 4.663.071 (Bush et al., registado a 5 de Maio de 1987),
35

21. MAI. 1990

1 aqui incorporada por referência. Outros edificadores de ação
dissolvente orgânica tais como fosfonatos hidrosolúveis podem
ser utilizados nas composições da invenção. Contudo, e em ge-
ral os edificadores de ação dissolvente têm limitado o valor
5 das composições de detergente para lavar a loiça e o uso a ní-
veis anteriormente referidos de cerca de 10% podem restringir
a elaboração de flexibilidade nas composições líquidas aqui
apresentadas devido a questões de solubilidade e estabilidade
de fase.

10

Os álcoois, tais como o álcool etílico e
glicol propileno, e hidrotropos, tais como sulfonato tolueno
de sódio e potássio, sulfonato xileno de sódio e potássio,
sulfosuccinato trisódio e compostos com eles relacionados
15 (como divulgado na Patente Americana 3.915.903, aqui incor-
porada por referência), e ureia, podem ser utilizados para se
alcançar uma desejada fase de estabilidade e viscosidade do
produto. Álcoois, tais como o álcool etílico e glicol propi-
leno, a um nível de 0% a cerca de 15%. tolueno de potássio ou
20 sódio, xileno, ou sulfonato cumeno, a um nível de 0% a cerca
de 10% e ureia a um nível de 0% a cerca de 10%, são particu-
larmente úteis nas composições.

Outros ingredientes desejáveis incluem di-
25 luentes e solventes. Os diluentes podem ser sais inorgânicos,
tais como o sulfato de sódio, cloreto de amônio, cloreto de
sódio, bicarbonato de sódio, etc., e os solventes incluem á-
gua, álcoois de baixo peso molecular, tais como o álcool etí-
lico, álcool isopropílico, etc. As composições vão normalmen-
30 te conter cerca de 80%, de preferência de cerca de 30% a cer-
ca de 70%, ainda mais preferencialmente de cerca de 40% a cer-
ca de 65%, de água.

Todas as percentagens, partes e razões a-
35 qui utilizadas são em termos de peso salvo indicação em con-

21 MAR 1990
[Handwritten signature]

1 trário.

Os exemplos seguintes ilustram os processos da invenção e facilitam a sua compreensão.

5

EXEMPLO I

Um agente tensio-activo alquiletoxicarboxilato da fórmula $RO(CH_2CH_2O)_xCH_2COO-M+$ em que R é um alquílico C_{12-13} , a média x é 3, e M é sódio, é sintetizado ao se realizar o seguinte procedimento. 1,1 moles de terci-butóxido de potássio reagem com uma molécula de etoxilado alquílico C_{12-13} , contendo em média três grupos etoxi (Neodol 23-3) a 45°C por hora, mexendo-se ao mesmo tempo, sob baixa pressão de cerca de 17 mm Hg. O butanol terciário que é retirado é recolhido num separador de gelo/acetona seco. Ao fim de uma hora, 1,1 moles de cloroacetato de sódio são adicionadas à mistura Neodol 23-3/potássio t-butóxido. A temperatura de reacção é aumentada para 90°C e a pressão reduzida novamente para cerca de 17 mm Hg. A mistura de reacção é agitada sob estas condições ao longo da noite. O alquiletoxicarboxilato é isolado quando se adicionar a mistura da reacção a uma solução aquosa de HCl, de modo a que o pH seja cerca de 3, aquecendo a mistura a 90°C e recolhendo estrato superior do sistema de duas fases. Com base na análise, a % de conversão de etoxilado alquílico para alquiletoxicarboxilato é maior que 90%. Esta mistura da fase da parte superior é adicionada a uma solução aquosa de hidróxido de sódio, de modo a que o pH seja cerca de 8.

Mod. 71-10000 ex. 89/07

30

EXEMPLO II

Um agente tensio-activo alquiletoxicarboxilato da fórmula $RO(CH_2CH_2O)_xCH_2COO-M+$ em que R é um alquílico C_{14-15} , a média x é de 5,4, e M é sódio, é realizada seguindo o processo do Exemplo I, mas substituindo o etoxilato alquílico C_{12-13} (Neodol 23-3) por um etoxilato alquílico

35

21. MAI. 1990
al

1 C₁₄₋₁₅ contendo uma média de 5,4 de grupos etoxi (Neodol 23-
-5,4). Com base na análise, a % de conversão de etoxilato em al
alquiletoxicarboxilato é maior que 90%.

5 EXEMPLO III

Um agente tensio-activo alquiletoxicarbo-
xilato semelhante à realizada no Exemplo I obtém-se quando o
processo do Exemplo I é repetido com o alquil etoxilato, ter-
ci-butóxido de potássio e cloroacetato de sódio adicionado si-
10 multâneamente no início da reacção. A temperatura de reacção
é aumentada lentamente até cerca de 90°C e a pressão de reac-
ção é reduzida gradualmente até cerca de 17 mm Hg. O restan-
te procedimento e os resultados são semelhantes aos dados no
Exemeplo I.

15 Outros processos da presente invenção são
obtidos quando o terci-butóxido de potássio nos exemplos an-
teriores é substituído por pentilo terciário ou hexil alcóxi-
do.

20 Outros processos da presente invenção são
obtidos quando o cloroacetato de sódio nos exemplos anterio-
res é substituído por ácido cloroacético anidro a uma razão
molar da base retardada para o ácido cloroacético de 2:1.

25 EXEMPLO IV

As três composições de detergente líquido
para lavar a loiça que se seguem contêm agnentes tensio-acti-
vos alquiletoxicarboxilatos produzidos por um processo desta
30 invenção.

A preparação A é produzida adicionando-se
etanol, cloreto de sódio e sulfonato xileno de sódio à mistu-
ra de agentes tensio-activos contendo alquiletoxicarboxilato.
35 Os agentes tensio-activos que permanecem são depois adiciona-

21 MAI 1990, 9
[Handwritten signature]

1 dos e misturados conjuntamente. É depois adicionada glicina
e o pH é ajustado para cerca de 10 com hidróxido de sódio.
Finalmente, o cloreto de magnésio é adicionado, o que reduz
o pH para cerca de 9,5. A viscosidade final e os ajustamentos
5 do pH podem ser produzidos nesta altura seguidos da adição de
perfume e cor. O agente de equilíbrio e a água.

A preparação B é produzida adicionando-se
etanol, cloreto de sódio e sulfonato de sódio xileno ao al-
10 quiletoxicarboxilato de sódio. Os restantes componentes da
fórmula são adicionados pela ordem dada no quadro.

A preparação C é produzida adicionando-se
etanol, cloreto de sódio e xileno de sulfonato de sódio ao
15 sal de sódio de alquiletoxicarboxilato. O alquil glucósido é
misturado conjuntamente e a temperatura da mistura é aumenta-
da para cerca de 40°C. A monoetanolamina de côco amida é a-
quecida a cerca de 65°C e misturada conjuntamente. Pequenos
ajustamentos de pH e viscosidade são feitos nesta altura, se-
20 guidos da adição da cor e do perfume e água para levar a pre-
paração a 100%.

25

30

35

62.238
Case: 3967

21. MAI. 1991
al

		% por peso		
		Preparação	Preparação	Preparação
<u>Componentes</u>		<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>
1	Alquiletoxicarboxilato	15	15	15
5	(2,8 média) de sódio C ₁₂₋₁₃ *			
	Alquiletoxicarboxilato	0,97	0,97	0,97
	(2,8 med.) C ₁₂₋₁₃ *			
10	Alquiletoxicarboxilato	15	-	-
	(0,8 med.) de sódio C ₁₂₋₁₃			
	Ácido gordo α metil éster sulfo-	-	15	-
	nato de sódio C ₁₂₋₁₄			
15	Poliglucósido (1,4 med.)	-	-	15
	de alquilo C ₁₂₋₁₃			
	Dimetil betaína de alquilo	4,0	-	-
	C ₁₂₋₁₄₋₁₆			
	Óxido de dimetil amina	-	4,0	-
	alquilo C ₁₂₋₁₄₋₁₆			
20	Ácido gordo de monoetanolamina	-	-	4,0
	amida C ₁₂₋₁₄			
	Ião de magnésio	0,76	0,76	-
	adicionado como MgCl ₂ .6H ₂ O)			
25	Glicina	4,0	-	-
	Xileno sulfonato de sódio	2,0	2,2	2,0
	Etanol	7,5	7,0	7,0
	Cloreto de sódio	1,5	<1	2,25
30	pH do produto	9,5	7,55	7,05
	Perfume e cor	0,15	0,15	0,15
	Água	Equilíbrio	Equilíbrio	Equilíbrio

Mod. 71-10000 ex. - 88/07

35

21. JUL 1967

1 * A mistura de agentes tensio-activos que contém alquiletoxi-
carboxilato de sódio e alquiletoxiálcool é preparada de acor-
do com o processo abaixo esboçado:

5 1. Um alquiletoxiálcool (3,0 med) C_{12-13} reage com t-butó-
xido de potássio e cloroacetato de sódio na razão de
1:1, 1:1, 1 ao se misturar primeiro o alquiletoxilato
10 com o t-butóxido de potássio a cerca de 60°C e cerca de
20 mm Hg de pressão por cerca de 1 hora. Depois o t-bu-
tanol é removido continuamente da mistura reagente por
destilação. Em seguida o vácuo quebra-se e é adicionado
cloroacetato de sódio mexendo conjuntamente. A pressão
é restabelecida a cerca de 18-20 mm Hg e a reacção po-
de continuar por cerca de 3 horas. Depois a pressão da
15 reacção é levada ao nível atmosférico com nitrogénio e
as bobinas de aquecimento a vapor são desligadas. A
reacção é deixada neste estado durante toda a noite. No
dia seguinte a temperatura da mistura reagente é aumen-
tada e a pressão reduzida para remover t-butanol do sis-
20 tema. A mistura reagente é depois adicionada a uma so-
lução aquosa de ácido clorídrico contendo 105% da quan-
tidade teórica necessária para neutralizar o t-butóxido
de potássio inicialmente adicionado. O produto reagen-
te de ácido aquoso é aquecido para forçar uma fase de
25 separação dos materiais orgânicos e aquosos. A fase or-
gânica é recolhida.

30 2. A fase 1 acima referida é repetida usando-se um alqui-
letoxiálcool (2,7 med.) C_{12-13} e uma razão deste etoxi-
álcool para t-butóxido de potássio e cloroacetato de
sódio de 1:1, 3:1, 3. O t-butóxido de potássio é adi-
cionado ao etoxilato de alquilo, que está a uma tempe-
ratura de cerca de 32,2°C e a mistura reagente é depois
35 aumentada para cerca de 104,4°C, e o t-butanol é reti-
rado e recolhido durante um período de cerca de 30 mi-

21 MAI 1950
[Handwritten signature]

1 nutos. O cloroacetato de sódio é depois adicionado à
mistura reagente que foi arrefecida levemente para cer-
ca de 66°C. A reacção é misturada por cerca de 1,5 ho-
ras, arrefecida e adicionada a uma solução aquosa de
5 suficiente ácido clorídrico para alcançar um pH de 3,4.
É adicionada água para aumentar o volume da mistura
reagente a cerca de 50% e a mistura é depois aquecida
a cerca de 49°C. A matéria orgânica que fica no cimo é
recolhida e o processo de lavagem é repetido.

10 3. As misturas de agentes tensio-activos produzidas nas
fases 1 e 2 acima enunciadas são misturadas a uma ra-
zão de 40,4 a 59,6. Uma parte desta larga mistura de
agentes tensio-activos compostas é neutralizada com 50
15 % de hidróxido de sódio a um pH de cerca de 8 e diluí-
da por cerca de 50% com uma mistura de água e etanol
por 25/75 de volume. A solução resultante é continua-
mente extraída a uma temperatura ambiente com hexanos
por cerca de quatro dias. A fase aquosa mais baixa é
20 recolhida e é removida algum etanol e água ao se aque-
cer para dar lugar a uma pasta contendo o alquiletoxi-
carboxilato que contém a mistura de agentes tensio-acti-
vos abaixo descrita.

25 No que foi referido anteriormente a parte
de agentes tensio-activos da mistura acima citada contém cer-
ca de 93,9% de alquiletoxicarboxilatos da fórmula
 $RO(CH_2CH_2O)_xCH_2COO-Na^+$ em que R é um alquilo C_{12-13} em média
de 12,5; x varia de 0 até cerca de 10 e a distribuição etoxi-
30 lata é tal que a quantidade de material em que x é 0 é cerca
de 2,8% e a quantidade de material em que x é maior que 7 é
menor que cerca de 2%, em peso, dos alquiletoxicarboxilatos.
A média x na distribuição é 2,8. A mistura de agentes tensio-
-activos também contém cerca de 6,1% de etoxilatos de álcool
35 da fórmula $RO(CH_2CH_2O)_xH$ com R sendo um alquilo C_{12-13} em mé-

Mod. 71-10000 ex. - 89/07

21 MAR 1961
[Handwritten signature]

1 dia de 12,5 e a média $x=2,8$. A mistura de agentes tensio-acti-
vos contém 0% de materiais de sabão.

5 As preparações anteriores providenciam
uma excelente combinação de limpeza de gordura e benefícios
de suavidade. Ao utilizar o alquiletoxicarboxilato contendo
a mistura de agentes tensio-activos como um bloco edificado,
é alcançado um grau de boa limpeza de gordura com a ordem de
gradação sendo Preparação C > Preparação B > Preparação A.

10

EXEMPLO V

A preparação seguinte, contendo a mistura
de agentes tensio-activos utilizada no Exemplo I, compreen-
dendo os mesmos alquiletoxicarboxilatos, providencia uma lim-
15 peza de gordura excepcional e suavidade para as mãos, com
uma formação de espuma algo menor que as Preparações A, B e
C.

Componentes

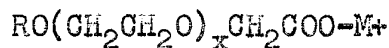
	Preparação D
	<u>Peso %</u>
20 Alquiletoxicarboxilato (2,8 med.) de sódio	
C ₁₂₋₁₃	28
Alquiletoxiálcool (2,8 med.) C ₁₂₋₁₃	1,8
Ião de magnésio (adicionado como MgCl ₂ .6H ₂ O	0,6
Glicina	4,0
25 Xileno sulfonato de sódio	2,0
Etanol	7,5
Cloreto de sódio	1,5
pH do produto	9,0
Perfume e cor	0,15
30 Água	Equilíbrio

35

21 MAR 1990
[Handwritten signature]

1 REIVINDICAÇÕES

12.- Processo para a preparação de um agente tensio-activo alquiletoxicarboxilato da fórmula



em que R é um grupo alquílico C₈ a C₁₈, x é um número médio de 1 a 15 e M é um metal alcalino ou um catião de metal alcalino, terroso, caracterizado pelo facto de se fazer reagir:

10 (a) um álcool gordo etoxilado da fórmula $RO(CH_2CH_2O)_xH$, em que R é um grupo alquílico C₈ a C₁₈ e x é um número médio de 1 a 15;

15 (b) uma base retardada da fórmula RO-M⁺, em que RO- é um alcoxido secundário ou terciário, R é um grupo alquílico C₄ a C₁₂ não linear com pelo menos um local de ramificação em 3 átomos de carbono do átomo de oxigénio, e M é um metal alcalino ou um catião de metal alcalino-terroso; e

20 (c) ácido cloroacético anidro a uma razão molar da base retardada para o ácido cloroacético anidro de 2:1, ou um sal de metal alcalino ou sal de metal alcalino-terroso de ácido cloroacético anidro, a uma razão molar da base retardada para o sal de metal alcalino ou sal de metal alcalino-terroso de ácido cloroacético de 1:1:

25 em que a razão molar do álcool gordo etoxilado para o ácido cloroacético anidro ou o sal de metal alcalino ou sal de metal alcalino-terroso do mesmo é de 1:0,7 para 1:1,25, a temperatura é de 20 a 140°C e a pressão é de 1 a 760 mm Hg.

35 22.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de o álcool gordo etoxilado R ser um grupo alquílico C₁₂ a C₁₆ e x ser calculado de 2 a 6.

Mod. 71 - 10000 ex. - 89/07

21. MAR 1994
ul

1

3ª.- Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo facto de a base retardada ser sal de butóxido terciário.

5

4ª.- Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo facto de na reacção (c) ser cloroacetato de potássio, cloroacetato de sódio, ou uma combinação dos mesmos.

10

5ª.- Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes caracterizado pelo facto de no álcool gordo etoxilado R ser um grupo alquílico C₁₂ a C₁₆ e x ser calculado de 2 a 6, e a base retardada ser um sal de butóxido terciário.

15

6ª.- Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes caracterizado pelo facto de no álcool gordo etoxilado R ser um grupo alquílico C₁₂ a C₁₅ e x ser calculado de 2 a 6, e na reacção (c) ser cloroacetato de potássio, cloroacetato de sódio, ou uma combinação dos mesmos.

20

25

7ª.- Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes caracterizado pelo facto da base retardada ser um sal de butóxido terciário e na reacção (c) ser cloroacetato de potássio, cloroacetato de sódio, ou uma combinação dos mesmos.

30

8ª.- Processo de acordo com qualquer das reivindicações precedentes caracterizado pelo facto de a temperatura de reacção ser de 60 a 120°C e a pressão de reacção ser de 15 a 350 mm de Hg.

35

9ª.- Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes caracterizado pelo facto de

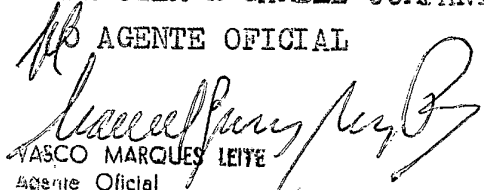
1 converter mais de 85% do álcool gordo etoxilado para o agente tensio-activo alquiletoxicarboxilato.

5 10ª.- Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes caracterizado pelo facto de inicialmente o álcool gordo etoxilado ser feito reagir com a base retardada e, subsequentemente, o produto resultante ser feito reagir com o ácido cloroacético anidro ou o sal de metal alcalino ou sal de metal alcalino-terroso do mesmo.

10 Lisboa, 21.MAI.1990

Por THE PROCTER & GAMBLE COMPANY

AGENTE OFICIAL

15 

VASCO MARQUES LEITE

Agente Oficial

da Propriedade Industrial

Sertório - Arco da Conceição, 3, 1.º-1100 LISBOA

20

25

30

35