

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **82107116.4**

51 Int. Cl.³: **C 07 C 143/74, C 11 D 1/62**

22 Anmeldetag: **06.08.82**

30 Priorität: **11.08.81 DE 3131683**

71 Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT,**
Postfach 80 03 20, D-6230 Frankfurt/Main 80 (DE)

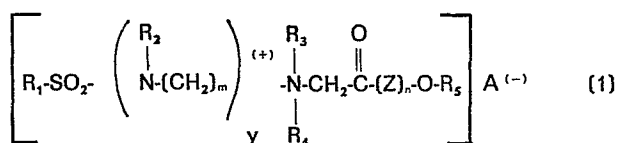
43 Veröffentlichungstag der Anmeldung: **16.02.83**
Patentblatt 83/7

72 Erfinder: **Ritschel, Werner, Dr., Gartenstrasse 17,**
D-6238 Hofheim am Taunus (DE)
Erfinder: **May, Adolf, Dr., Dahlienweg 5, D-6238 Hofheim**
am Taunus (DE)
Erfinder: **Bücking, Hans-Walter, Dr., In den**
Padenwiesen 30, D-6233 Kelkheim (Taunus) (DE)

84 Benannte Vertragsstaaten: **DE FR GB IT SE**

54 **Alkyl-Sulfonamido-alkylcarbonsäure-ester, Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung.**

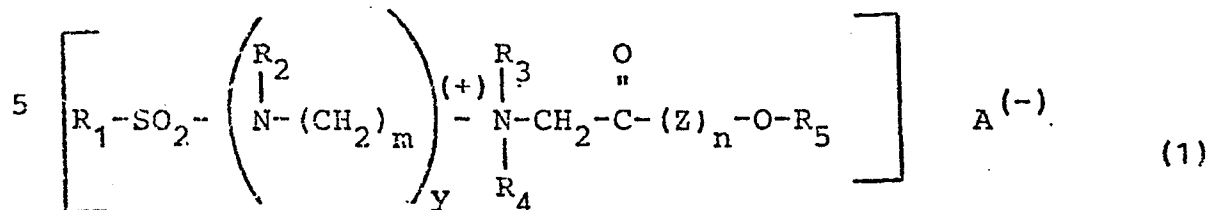
57 Verbindungen der allgemeinen Formel I



in der R₁ Alkyl mit 8 bis 22 C-Atomen, -(Z)_n einen Oxal-
kyl- oder Polyoxalkylrest mit n Oxethyl- und/oder Ox-
propyleinheiten, R₂, R₃ und R₄ Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen,
einen Rest -(Z)_n oder R₂ auch Wasserstoff, R₅ Alkyl oder
Alkenyl mit 8 bis 24 C-Atomen, m eine Zahl von 2 bis 6,
n 0 oder eine Zahl von 1 bis 10, y eine Zahl von 1 bis 4
und A Chlorid oder Bromid bedeuten. Diese Verbindun-
gen dienen als Wäscheweichspülmittel. Sie werden her-
gestellt, indem man zunächst ein Alkansulfonchlorid mit
einem Polyamin und anschliessend mit einem Halogen-
essigsäureester umsetzt.

Alkyl-Sulfonamido-alkylcarbonsäure-ester,
Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung

Gegenstand der Erfindung sind quaternäre Alkyl-sulfonamido-alkylcarbonsäure-ester der Formel 1



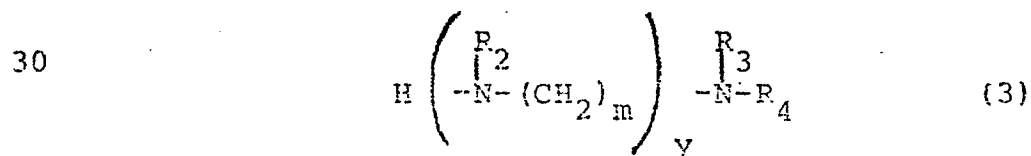
10 in der R_1 Alkyl mit 8 bis 22 C-Atomen, $-(Z)_n-$ einen Oxalkyl- oder Polyoxalkylrest mit n Oxethyl und/oder Oxypropyleinheiten, R_2 , R_3 und R_4 Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, einen Rest $-(Z)_n-$ oder R_2 auch Wasserstoff, R_5 Alkyl oder Alkenyl mit 8 bis 24 C-Atomen, m eine Zahl von 2 bis 6, n 0 oder eine Zahl von 1 bis 10, y eine Zahl von 1 bis 4 und A Chlorid oder Bromid bedeuten.

Bevorzugt sind solche Verbindungen der Formel 1, in der R_1 Alkyl mit 10 bis 18 C-Atomen, R_2 = Wasserstoff, R_3 und R_4 = Methyl, m = 3, n = 0, y = 1 und R_5 Alkyl oder Alkenyl mit 14 bis 22 C-Atomen und A Chlorid bedeuten.

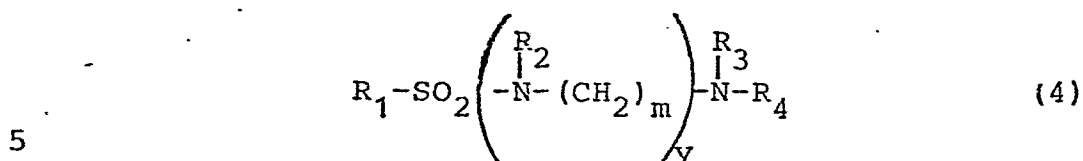
Die quaternären Verbindungen gemäß der Erfindung werden hergestellt, indem man zunächst ein Alkansulfochlorid der Formel 2



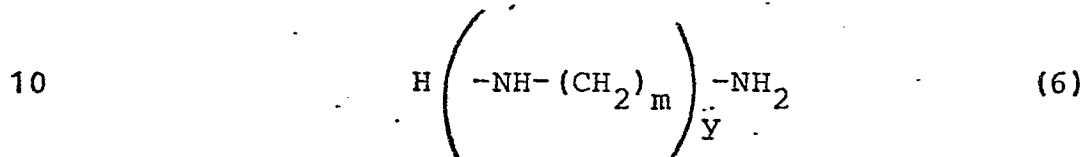
mit einem Amin der Formel 3



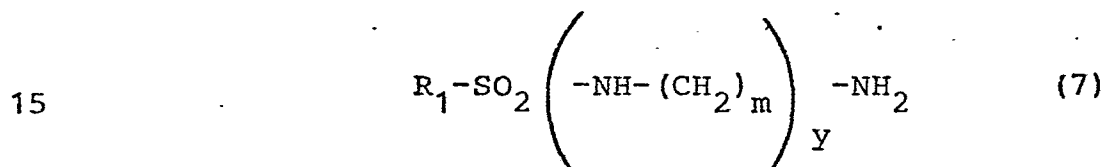
zu Alkansulfonamido-aminen der Formel 4 umgesetzt.



Die Alkansulfonamido-amine der Formel 4 können auch erhalten werden, indem ein Alkansulfochlorid der Formel 2 zunächst mit einem unsubstituierten Amin der Formel 6

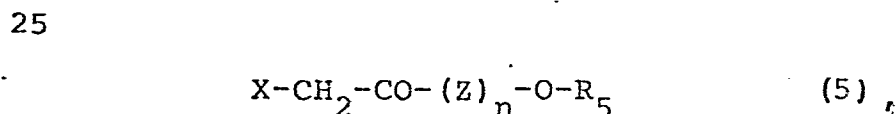


zu einer Verbindung der Formel 7

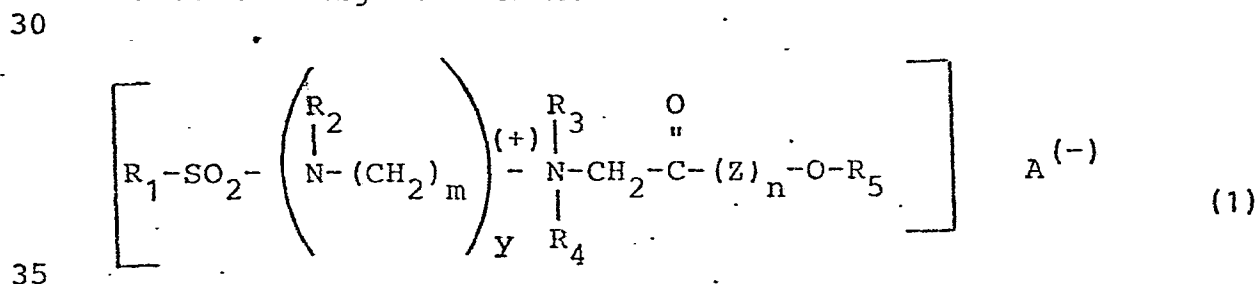


umsetzt und diese dann durch Reaktion mit Ethylenoxid und/oder Propylenoxid oder mit einem Alkylierungsmittel, wie z.B. Dimethylsulfat oder Methylchlorid in die Verbindung der Formel 4 überführt.

Die Alkansulfonamido-amine der Formel 4 werden bei erhöhter Temperatur mit einem Halogenessigsäureester der Formel 5



in der X Halogen bedeutet, weiter umgesetzt. Man erhält die Verbindung der Formel 1



Als Amine der Formel 3 kommen z.B. N.N-Dimethylethylen-
diamin, Trihydroxyethyl-ethylendiamin, N.N-Dihydroxy-
ethylendiamin, sowie die entsprechenden Propylendiamine,
Tetra- und Hexamethylendiamine in Betracht. Geeignet sind
5 auch alkylierte oder oxethylierte bzw. oxpropylierte Tri-
und Tetramine, wie Diethylentriamine oder Triethylentetra-
mine, die wenigstens noch ein Wasserstoff an einem
Stickstoffatom aufweisen.

- 10 Als Amine der Formel 6 kommen insbesondere Ethylen- oder
Propylendiamin, Tetramethylen- oder Hexamethylendiamin
sowie Diethylentriamin und Triethylentetramin in Betracht.

Allgemeine Vorschrift zur Herstellung von Sulfonamido-

15. aminen der Formel 4

Zur Lösung von 1 Mol Alkansulfochlorid in einem organischen
Lösungsmittel, wie z.B. Toluol oder Petrolether werden
langsam, z.B. innerhalb von 2 Stunden 2 Mol eines Diamins
20 der Formel 3 zugetropft. Man rührt zur Vervollständi-
gung der Reaktion kurze Zeit nach, filtriert vom Amin-
hydrochlorid ab, wäscht die Lösung mit Wasser und
destilliert das Lösungsmittel ab.

- 25 Das Verfahren kann wie folgt abgeändert werden:

- a) anstelle von 2 Mol Amin der Formel 3 kann 1 Mol dieses
Amins und 1 Mol NaOH oder KOH verwendet werden,
- 30 b) anstelle 2 Mol Amin der Formel 3 kann 1 Mol dieses
Amins eingesetzt werden, wenn gleichzeitig NH_3 durch
die Lösung geleitet wird,
- c) anstelle eines organischen Lösungsmittels kann Wasser
35 verwendet werden, wobei das entstehende Salz mit dem
Wasser abgeschieden wird.

Die Umsetzung des Alkansulfochlorids mit dem unsubstituierten Amin der Formel 6 erfolgt in gleicher Weise.

Die hierbei erhaltene Verbindung der Formel 7 wird in bekannter Weise durch Umsetzung mit Ethylenoxid

- 5 und/oder Propylenoxid oder durch Umsetzung mit einem Alkylierungsmittel in Gegenwart von NaOH oder KOH bei erhöhter Temperatur, z.B. bei etwa 50 bis 80°C, in die Verbindung der Formel 4 überführt.

10 Allgemeine Vorschrift zur Herstellung von Quats der Formel 1

- 1 Mol einer Verbindung der Formel 4 wird ohne Lösungsmittel mit 1 Mol eines Halogenessigsäureesters der
15 Formel 5 unter Rühren auf etwa 70 bis 140°C, vorzugsweise 90 bis 110°C, erhitzt, wobei die quaternäre Verbindung der Formel 1 entsteht.

- Das quaternäre Reaktionsprodukt kann sofort mit Wasser
20 auf die gewünschte Konzentration eingestellt werden.

- Die erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel 1 eignen sich als Wäscheweichspülmittel und werden in Form wäßriger Dispersionen mit einem Wirkstoffgehalt von
25 etwa 1 bis 15 Gew.-% meist 4 bis 10 Gew.-% der Verbindungen der Formel 1 im Anschluß an die Wäsche des Textilmaterials in das letzte Spülbad gegeben.

- Danach wird das Textilmaterial getrocknet. Diese Wäscheweichspülmittel-Dispersionen können außerdem noch weitere Substanzen und Hilfsmittel enthalten, wie sie üblicherweise in Wäscheweichspülmitteln mitverwendet werden. Hierzu gehören z.B. kationische oder nichtionische oberflächenaktive Substanzen, Elektrolyte, Absäuerungsmittel,
35 mittel, organische Komplexbildner, optische Aufhellungs-

mittel oder Lösungsvermittler sowie Farb- und Duftstoffe.
Die Produkte dienen zur zusätzlichen Beeinflussung des
Warengriiffs oder sonstiger Eigenschaften der zu behan-
delnden Textilien oder zur Viskositätseinstellung,
5 der pH-Regulierung oder zur Erhöhung der Kältestabilität
der Lösungen.

Die Verbindungen gemäß der Erfindung verleihen beliebigen
Textilmaterialien, besonders solchen aus natürlicher
10 oder regenerierter Cellulose, Wolle, Celluloseacetat,
Triacetat, Polyamid, Polyacrylnitril, Polyester, Poly-
propylen einen angenehm und weichen Griff. Besonders
vorteilhaft ist der Einsatz als Wäschenaachbehandlungs-
mittel für Frottee- und Leibwäsche.

15

Beispiel 1

Zur Lösung von 315 g (1 Mol) eines sek. Alkansulfochlorids
mit $R_1 = C_{13-18}$ in 300 ml Toluol werden innerhalb
20 2 Stunden 204 g (2 Mol) N.N-Dimethyl-1,3-propylendiamin
zugetropft. Man rührt 1 Stunde bei 50°C nach, filtriert
vom Aminhydrochlorid ab, wäscht einmal mit Wasser und
destilliert das Toluol ab. Es werden 380 g N-(3-Di-
methylamino-propyl)-alkansulfonamid (Verbindung 4 a)
25 erhalten, das mit 340 g (1 Mol) Chloressigsäureester
mit $R_5 = C_{16-20}$ auf 90°C erhitzt und bei dieser Temperatur
2 Stunden lang gerührt wird. Es wird in praktisch voll-
ständiger Umsetzung die der Formel 1 entsprechende
quaternäre Verbindung 1 a erhalten.

30

Beispiel 2

Das gemäß Beispiel 1 hergestellte Amin 4 a wird mit 400 g
(1 Mol) Chloressigsäureester mit $R_5 = C_{20-22}$ auf 110°C
35 erhitzt und bei dieser Temperatur 2 Stunden gerührt.
Es wird die Verbindung 1 b erhalten.



Beispiel 3

- Durch Umsetzung der Verbindung 4 a aus Beispiel 1 mit 335 g (1 Mol) Chloressigsäureester mit $R_5 = C_{14-18}$ bei 85°C während 2 Stunden unter Rühren erhält man die Verbindung 1 c.

Beispiel 4

- 10 Nach der in Beispiel 1 beschriebenen Arbeitsweise wird aus 760 g (1 Mol) sek. Alkansulfochlorid mit $R_1 = C_{12-22}$, das noch Paraffin enthält und 204 g (2 Mol) N.N-Dimethyl-1.3-propylendiamin die Verbindung 4 b hergestellt. Die weitere Umsetzung
15 der Verbindung 4 b mit 340 g (1 Mol) Chloressigsäureester mit $R_5 = C_{16-20}$ gemäß Beispiel 1 ergibt die quaternäre Verbindung 1 d.

Beispiel 5

- 20 Zur Lösung von 315 g (1 Mol) Alkansulfochlorid mit $R_1 = C_{13-18}$ in 300 ml Petrolether werden 192 g (1 Mol) Trihydroxethylethyldiamin und 80 g (1 Mol) 50 %ige Natronlauge gleichzeitig zugetropft. Es wird
25 noch 1 Stunde bei 60°C gerührt, danach mit Wasser nachgewaschen und das Lösungsmittel abdestilliert.
Durch Umsetzung der so erhaltenen Verbindung 4 e mit 340 g (1 Mol) Chloressigester mit $R_5 = C_{16-20}$ wie im Beispiel 1 erhält man die Verbindung 1 e.

30

Beispiel 6

- Zu 760 g (1 Mol) paraffinhaltigem Alkansulfochlorid mit $R_1 = C_{12-22}$ in 500 ml Toluol wird das Umsetzungs-
35 produkt von 103 g (1 Mol) Diethylentriamin mit 224 g

(4 Mol) Propylenoxid zugetropft; wobei gleichzeitig Ammoniak durch die Lösung geleitet wird.

Man saugt ab, wäscht mit Wasser und destilliert das Toluol ab. Weitere Umsetzung der so erhaltenen Ver-

5 bindung 4 f wie im Beispiel 1 mit 484 g (1 Mol)

Chloressigester mit $-(Z)_n^- = (\text{OCH}-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}_2}-)_6$ und $R_5 = C_{14-18}$ liefert die Verbindung 1 f.

Beispiel 7

10

Zu 760 g (1 Mol) paraffinhaltigem Alkansulfochlorid mit $R_1 = C_{12-22}$ werden 120 g (2 Mol) Ethylendiamin langsam zugetropft. Es wird noch 2 Stunden bei 50 bis 70°C nachgerührt und danach abgesaugt. Es werden 500 ml

15 Methanol zugegeben, gerührt und die entstandene Paraffinphase abgetrennt. Nach Abdestillieren des restlichen

Methanols wird mit wäßriger Natronlauge gewaschen,

dann werden bei 90 bis 110°C 2 Mol Ethylenoxid

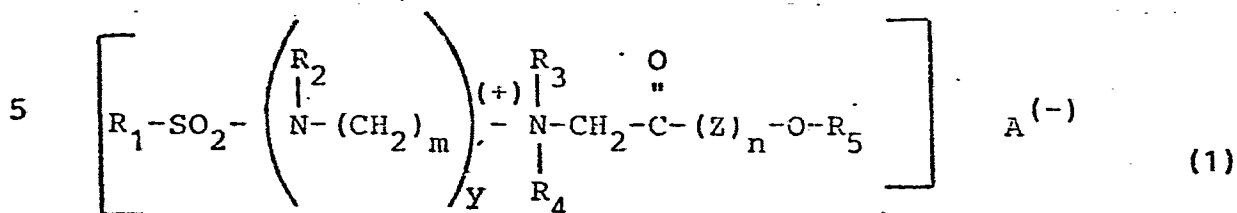
angelagert. Die so erhaltene Verbindung 4g wird bei

20 115°C unter Rühren während 2 Stunden mit 335 g (1 Mol)

Chloressigsäureester mit $R_5 = C_{14-18}$ zu der Verbindung 1g umgesetzt.

PATENTANSPRÜCHE:

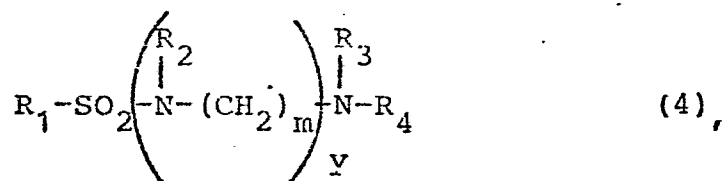
1. Verbindungen oder Mischungen von Verbindungen der allgemeinen Formel 1



- 10 in der R_1 Alkyl mit 8 bis 22 C-Atomen, $-(Z)_n$ - einen Oxalkyl- oder Polyoxalkylrest mit n Oxethyl- und/oder Oxypropyleinheiten, R_2 , R_3 und R_4 Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, einen Rest $-(Z)_n$ - oder R_2 auch Wasserstoff, R_5 Alkyl oder
15 Alkenyl mit 8 bis 24 C-Atomen, m eine Zahl von 2 bis 6, n 0 oder eine Zahl von 1 bis 10, y eine Zahl von 1 bis 4 und A Chlorid oder Bromid bedeuten.

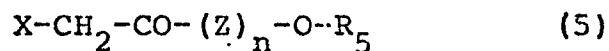
2. Quaternäre Alkyl-sulfonamido-alkylcarbonsäureester
20 oder deren Mischungen der allgemeinen Formel 1 gemäß Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in der Formel R_1 Alkyl mit 10 bis 18 C-Atomen, R_2 Wasserstoff, R_3 und R_4 Methyl, m = 3, n = 0, y = 1 und R_5 Alkyl oder Alkenyl mit 14 bis 22 C-Atomen
25 und A Chlorid bedeuten.

3. Verfahren zur Herstellung von quaternären Alkyl-sulfonamido-alkylcarbonsäureestern der Formel 1 gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man
30 ein Alkylsulfonamido-amin der Formel 4



in der R_1 , R_2 , R_3 , R_4 und m und y die im Anspruch 1 genannten Bedeutungen besitzen, bei erhöhter Temperatur mit einem Halogenessigsäureester der Formel 5

5



in der X Halogen bedeutet und R_5 und $(Z)_n$ die in Anspruch 1 genannten Bedeutungen besitzen, umgesetzt.

10

4. Verwendung von quaternären Alkyl-sulfonamido-alkyl-carbonsäureestern der Formel 1 gemäß Ansprüchen 1 oder 2 als Wäscheweichspülmittelrohstoff.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0071993

EP 52107116.4

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			CLASSIFICATION OF THE APPLICATION (Int. Cl.)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft: Anspruch	
A	DE - A1 - 3 043 569 (COLGATE-PALMOLIVE CO.) * Ansprüche 1,5 * --	1,4	C 07 C 143/74 C 11 D 1/62
A	DE - A - 2 238 740 (BAYER AG) * Ansprüche 1,3,8 * --	1,3,4	
A	GB - A - 1 583 363 (PRODUITS CHIMIQUES UGINE KUHLMANN) * Ansprüche 1,6 * ----	1,3	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.)
			C 07 C 143/00 C 11 D
			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
			X: von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y: von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A: technologischer Hintergrund O: mündliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument
X	Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt		8: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
Recherchenort WIEN		Abschlußdatum der Recherche 04-11-1991	Prüfer REIF