

AL/

Caso nº 51

225519  
225519



P A T E N T E            D E            I N V E N C I O N

a favor de

SOCIÉTÉ ANONYME D'INNOVATIONS CHIMIQUES "SINNOVA" ou "SADIC"

- de nacionalidad francesa - domiciliada en Beauval par Tril

port(Seine-et-Marne, Francia)

por:

" Procedimiento de purificación de sulfatos de alcoholes

grasos."

-----+oOo+-----

M e m o r i a            D e s c r i p t i v a

Los sulfatos de alcoholes grasos industriales van



acompañados, en general, de una proporción, importante de impurezas. Se encuentran, por una parte, sales minerales (principalmente sulfato sódico), y por otra, productos orgánicos: alcoholes no sulfatados, hidrocarburos, etc., que constituyen lo que se denomina comúnmente lo no sulfonado o los productos insulfonables.

Para muchas aplicaciones, estas impurezas no son molestas, siempre que no pasen de cierto valor; pero en ciertas industrias, como la farmacéutica, la cosmética, la perfumería, no sucede lo mismo, pues se requiere un producto de pureza suficiente.

Se han descrito diversos procedimientos para purificar alcoholes grasos industriales, pero los procedimientos propuestos tienden ya sea a eliminar las materias orgánicas o bien las materias inorgánicas.

La eliminación de las materias orgánicas se efectúa de ordinario extractando una solución acuosa del sulfato de alquilo por medio de un disolvente no soluble en el agua (véase, por ejemplo, la patente americana nº 2.152.162 de SHELL Developments). La eliminación de materias inorgánicas se realiza agregando un disolvente a una solución acuosa del sulfato de alcohol graso hasta que el sistema se separe en dos fases líquidas, una de las cuales contiene el sulfato de alquilo, y la otra, las sales minerales (véase, por ejemplo, la patente inglesa nº 538.375, de Colgate Palmolive Pest. Co.). Los disolventes citados o bien son solubles en agua y malos disolventes del sulfato de alquilo, o bien insolubles en agua y buenos disolventes del sulfato de alquilo. Según la patente alemana número 670.297, a nombre de la I.F. Farb-  
industria, se emplean dos disolventes orgánicos, uno soluble y otro insoluble en agua, añadidos simultáneamente o en



mezcla a la solución acuosa del sulfato de alquilo. A baja temperatura, por ejemplo, 0°, el sulfato de alcohol graso se separa en la capa de hidrosoluble, y las materias inorgánicas lo hacen en la capa hidrosoluble.

5                   En los procedimientos descritos se advierte que la cantidad de disolvente agregada es relativamente débil - 10 a 25% del conjunto -, y que la desmineralización no es total, e incluso queda una cantidad apreciable de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , al menos 2%.

10                   El procedimiento objeto de la presente invención tiene por objeto purificar los sulfatos de alquilo neutralizados con sosa u otra base alcalina, alcalinotérrea, magnésica, etc., con preferencia en estado sólido o pastoso, por eliminación prácticamente total de las impurezas  
15                   orgánicas y minerales, utilizando un solo disolvente orgánico, con preferencia una cetona, como la acetona, la metiletilcetona, etc.

                  Otra característica del procedimiento es que permite obtener directamente el sulfato de alquilo en su forma  
20                   cristalizada, con un rendimiento excelente, superior a 80% con relación a la materia activa empleada.

                  Esta purificación se basa en las observaciones siguientes: las impurezas orgánicas normalmente contenidas en los sulfatos de alcoholes son muy solubles en acetona  
25                   anhidra; en cambio, los sulfatos de alcoholes grasos son prácticamente insolubles en ella, incluso a la temperatura de ebullición.

                  Si se añade la cantidad mínima de agua necesaria a cierta cantidad de acetona (relativamente importante  
30                   con relación a la materia activa) para solubilizar en caliente el sulfato de alcohol anhidro, se comprueba que:

225519



a) Las materias inorgánicas se separan cuantitativamente en estado sólido en caliente.

b) Después de separadas las materias minerales en caliente, al enfriarse la solución hidroacetónica se deposita el sulfato de alcohol cristalizado, y si se procura que la concentración de agua no sobrepase cierto valor se consigue cristalizar la casi totalidad del sulfato de alquilo, mientras que las materias orgánicas son suficientemente solubles para quedar retenidas por completo en el disolvente. Dicho de otro modo, es necesario no pasar de cierta concentración de agua para obtener, con muy buen rendimiento, cristales con pocas impurezas.

Para que se eliminen totalmente las materias inorgánicas, la proporción de agua debe ser < 10%, y para que las materias orgánicas continúen disueltas al cristalizar a temperatura ordinaria, ha de ser preferentemente < 5%.

Con 100 g. de una solución hidroacetónica que contenga 5% de agua, se pueden solubilizar en caliente (temperatura de ebullición de la acetona) 5 g. de sulfatos de alcoholes grasos totales de copra al 100%.

Como la proporción de agua no puede exceder de cierto límite, la operación no será posible, por consiguiente, sinó partiendo de un producto que no sobrepase cierta proporción de agua inicial; de otro modo, será necesario desecar previamente el producto.

Ejemplo 1. Purificación de un polvo seco atomizado con la composición análítica siguiente:

Materia activa (sulfatos de alcoholes	
totales de copra) . . . . .	75,7 %
Materias orgánicas no sulfatadas (al-	
coholes grasos, hidrocarburos, etc.)	3,3 %



Materias minerales ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , $\text{NaCl}$ )	10 %
Humedad	1 %

5 Primero se extrajeron directamente del polvo las materias orgánicas no sulfatadas, practicando dos extracciones a  $50^\circ\text{C}$ , con una cantidad total de acetona igual a ocho veces el peso del producto utilizado.

10 El producto así extractado y escurrido se disolvió en caliente en diez veces su peso de acetona, y añadiendo una cantidad de agua igual al peso de la materia activa empleada, el precipitado sólido se separó en caliente, y el filtrado se dejó cristalizar. A  $18^\circ\text{C}$  se ha obtenido en cristales secos 7 % de la materia activa empleada, y la proporción de materias minerales y orgánicas en esos cristales es < 1% para cada una de ellas. Después de separar, una nueva cristalización a 15  $0^\circ\text{C}$  ha dado cristales que, una vez desecados, representan 10% de la materia activa empleada; el filtrado remanente contiene 0,47% de materia activa, que constituye en total 10% de la utilizada.

20 Ejemplo 2º. Purificación de un sulfato de alcohol graso en forma de pasta industrial de la siguiente composición:

Materia activa (sulfatos de alcoholes	
totales de copra) . . . . .	53 %
25 Insulfonable (materias orgánicas no	
sulfatadas: alcoholes, hidrocarburos)	4,9 %
Materias minerales ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , $\text{NaCl}$ ) . .	3,5 %
Agua . . . . .	38,6 %

30 Se trata el producto en caliente con una cantidad tal de acetona que la concentración de agua sea igual a 10%. La cantidad de agua contenida en la pasta basta



justamente para poder solubilizar en caliente (temperatura de ebullición de la acetona) la materia activa y el insulfonable; las materias minerales precipitan en estado sólido, y se separan en caliente. El filtrado se disuelve en caliente con una cantidad tal de acetona que la concentración de agua sea de 5%, después de haber añadido previamente una cantidad tal de agua purificada que la cantidad total de agua sea igual a la del sulfato de alcohol al 100% presente en la solución. En estas condiciones, se está en el límite de solubilidad.

Se deja entonces cristalizar a temperatura ordinaria, 18°C y se recoge en cristales secos más de 80% de la materia activa empleada, que contiene < 0,5% de materias orgánicas libres, y < 0,5% de materias minerales.

Una nueva cristalización a -5°C permite recoger cristales que, una vez secos, representan 10% de la materia activa empleada, y contienen insulfonable en cantidad apreciable. (Se puede practicar una extracción con acetona sobre estos cristales escurridos y sin desecar, lo que permite llegar a un contenido en insulfonable < 0,1% sin pérdida de materia activa.)

El filtrado remanente de las cristalizaciones retiene 0,43% de materia activa a -5°C, lo que representa un 6% de materia activa empleada.

Ejemplo 3º. Purificación de un derivado magnésico de sulfato de alcoholes grasos en forma de polvo desecado.

	Materia activa (sulfatos magnésicos de	
	alcoholes de copra) . . . . .	77,2%
30	Materias orgánicas no sulfatadas. . .	7,15%
	Materias minerales. . . . .	2,92%

225519<sup>6</sup>



Humedad . . . . . 12,73 %

5 Tratamiento igual que en el caso del derivado sódico, excepto que la cantidad de agua utilizada para disolver es menor, por la solubilidad mayor del derivado magnésico. La relación agua-materia activa es de 0,6.

10 Se ha obtenido en total 72,5% de la materia activa cristalizada (con relación a la materia activa valorada inicialmente), y las impurezas en los cristales secos son 0,2% de insulfonable y 0,15% de materias minerales.

15 En estos tres ejemplos, las materias orgánicas y la materia activa de los disolventes de extracción y de cristalización se recuperan por simple destilación de la acetona, que podrá restituirse al ciclo después de deshidratarla eventualmente.

20 Sin que ello suponga innovación, se puede reemplazar la acetona por otra cetona, por ejemplo, metilacetona, o incluso por otro disolvente, siempre que sea diferente la solubilidad de las impurezas insulfonables y de la materia activa en estos disolventes puros y ligeramente hidratados. Sin embargo, por razones de economía y de facilidad, damos preferencia a las cetonas de bajo peso molecular.

25 Industrialmente, el procedimiento se puede realizar sin dificultad en una serie de aparatos cerrados provistos de agitadores y seguidos de centrífugas o de filtros. Sin embargo, preferimos medios que permitan una operación continua. Consisten en una serie de aparatos homogeneizadores como los mencionados antes, seguidos de centrifugadores de evacuación continua y automática del producto impregnado de cierta cantidad de

30

225519<sup>6</sup>



líquido.

El conjunto se puede representar en esquema según se expone en el dibujo adjunto, en el que 1 representa el silo de alimentación; 2, un tamiz que regula la llegada del polvo o la pasta en tratamiento; -3-, los dos o más aparatos de batido que ponen el producto activo con las sales minerales, en suspensión en el disolvente utilizado; -4-, los dos o mas separadores que envían el disolvente cargado de impurezas orgánicas a la cuba -5-, que alimenta una columna de destilación del disolvente no reproducida en el esquema, y envía el magma cristalino de materia activa más sales minerales al aparato -6-.

Este aparato -6- de disolución en caliente da una suspensión de sales minerales insoluble en la solución de materia activa.

El filtro -7- retiene las sales minerales y deja pasar la solución de materia activa al disolvente que cristaliza en las cubas -8-.

En el esquema no se representan las instalaciones de recuperación de disolvente a la salida del filtro -7-.

-----: N O T A :-----

Se reivindica como objeto de esta patente:

1.- Procedimiento de purificación de sulfatos de alcoholes grasos con ocho o más átomos de carbono, neutralizados mediante una base de un metal alcalino, alcalino-terreo o magnésico, caracterizado porque se eliminan, por medio de un solo disolvente orgánico, las materias orgánicas no sulfatadas y las materias minerales, a fin de ob-



tener un sulfato de alquilo en estado cristalizado y puro, y porque este disolvente se elige dentro del grupo de las cetonas, la acetona o la metiletiletona.

5           2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se extraen las impurezas orgánicas no sulfatadas con cetona anhidra, se eliminan las materias minerales en forma sólida por disolución en caliente en acetona, del sulfato de alquilo, empleando la cantidad mínima de agua necesaria, y se cristaliza la solución obtenida después de separar las materias minerales.

10

3.- Procedimiento de purificación de sulfatos de alcoholes grasos.

Esta memoria consta de nueve páginas escritas por una sola cara.

BARCELONA, -6 DIC. 1955

P. A.

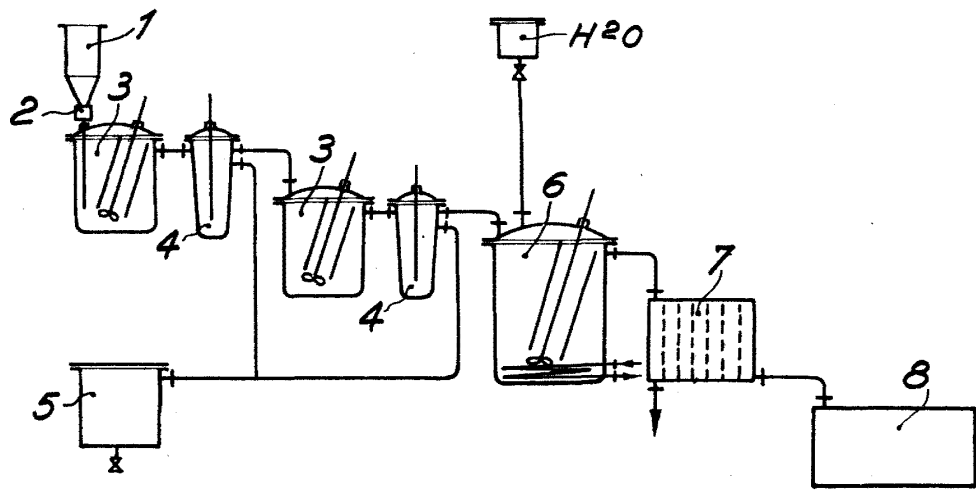
JOSÉ M. SOLIBAR

225519

-6 DIC.



225519



P.A.  
JOSE M. ROLIBAN  
*[Handwritten signature]*