

287387



PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "Un procedimiento de obtención de un alcoholato detergente"-
a favor de: THE BRITISH PETROLEUM COMPANY LIMITED, de nacionali-
dad británica, domiciliada en Britannic House, Finsbury Circus,
LONDON, E.C.2, (Gran Bretaña).

* - - - *

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a la producción de un alcoholato, de un hidrocarburo aromático y a los productos por el mismo producidos.

5 La producción de fracciones de alcoholato detergente que pueden emplearse en la producción de detergentes sulfonados que pueden ser más fácilmente metabolizados por bacterias de alcantárilado que convencionales sulfonados alcoholbencenos derivados del tetramero propileno, ha recientemente asumido considerable importancia. Mucho énfasis se ha puesto en el empleo de
10 olefinas de cadena recta en la manufactura de los denominados biológicamente detergentes blandos.

Según la presente invención hay provisto un procedimiento para la producción de alcoholato detergente que comprende la



polimerización de 4-metilpenteno-1 en presencia de un catali-
zador seleccionado de los hidrúidos de berilio, aluminio, ga-
lio e indio y derivados de los mismos en los que uno o más
de los átomos de hidrógeno del hidrúido son substituídos por
5 radicales alcohilo o arilo y la condensación de una fracción
del producto de la polimerización en el carbono C₁₂-C₁₈ de
número de orden con benceno en presencia de una alcoholación
catalítica.

Preferiblemente la polimerización inicial del 4-metil-
10 penteno-1 se efectúa bajo tales condiciones que predominante-
mente se forma el dímero. El producto dímero debe consistir
esencialmente de 2-isobutil-6-metilhepteno-1. Las condiciones
convenientes para la producción del dímero son temperatura
del orden de 100 grados centígrados a 350 grados centígrados
15 y una presión del orden de 7 a 246 kilogramos por centímetro
cuadrado.

Preferiblemente el 4-metilpenteno-1 es polimerizado en
presencia de un trialcohilo de aluminio tal como trietilo de
aluminio o tributilo de aluminio.

20 Debe apreciarse que el alimento puede consistir de 4-me-
tilpenteno-1 puro o puede contener otros compuestos en rela-
tivamente pocas cantidades. Estos otros compuestos pueden ser
otras olefinas por ejemplo 4-metilpentenos o n-hexenos. Estos
componentes presentes en pocas cantidades, es decir no más que
25 un 25 por cien en peso, pueden ser polimerizados en presencia
del catalizador empleado y por consiguiente pueden dar lugar
a compuestos del orden C₁₂-C₁₈ que estarán presentes en la
fracción empleada para la alcoholación del benceno. Un ali-
mento conveniente es el producto obtenido por dimerización



propilena en presencia de un catalizador que consiste de metal sodio dispersado en un compuesto de potasio anhídrido tal como carbonato potásico. La requerida fracción olefina $C_{12}-C_{18}$ es convenientemente recuperada del producto de polimerización por destilación fraccional, mientras las olefinas inferiores pueden reciclarse a la etapa de polimerización.

La fracción olefina $C_{12}-C_{18}$ recuperada es condensada con benceno en presencia de una alcoholación catalítica, tal como cloruro alúminico, fluoruro de boro o ácido fluorhídrico anhídrido. La condensación es convenientemente efectuada en la fase líquida a una temperatura del orden de -20 grados a 100 grados centígrados.

El producto de alcoholación, después de separado del catalizador, es fraccionado para recuperar el benceno no reaccionado para el reciclaje, una pequeña cantidad de una fracción de elevado alcoholato y destilado alcoholato detergente. Una pequeña cantidad de alcoholato pesado residual es también formada.

El destilado alcoholato detergente, producido por el procedimiento descrito, es sulfonado de manera convencional para producir un sulfonato de alcoholbenceno detergente. La sulfonación es convenientemente efectuada con ácido sulfúrico o trióxido de azufre y el ácido sulfónico formado neutralizado para formar el detergente.

E J E M P L O

Un catalizador de trietilaluminio (0,45 mol) fué cargado en un autoclave de 1 litro y pasado 4-metilpenteno-1 por la autoclave con una presión de nitrógeno forzado de 35 kilogramos por centímetro cuadrado. La temperatura fué elevada a



160 grados y la presión llevada a 105 kilogramos por centímetro cuadrado por la adición de más 4-metilpenteno-1. Los contenidos del autoclave fueron sacudidos durante 18 $\frac{1}{2}$ horas y luego vaciados en el interior de sifones secador enfriador.

5 El producto enfriado fué destilado dando una fracción consistiendo esencialmente de exceso de 4-metilpenteno-1 junto con algo de octeno, consistiendo una fracción a lo menos enteramente de 2-isobutil-6-metilhepteno-1 (184 gramos) y un residuo que fué colocado otra vez en el reactor, el cual fué entonces reimpulsado y la reacción repetida durante 16 $\frac{1}{4}$ horas. Los productos de la segunda pasada fueron enfriados como antes y destilados, dando 205 gramos de una fracción dimero consistiendo a lo menos enteramente de 2-isobutil-6-metilhepteno-1.

15 La fracción dimero fué empleada para la benceno alcoholación, empleando ácido fluorhídrico anhidro como catalizador de la manera convencional, la proporción mol del benceno a dimero siendo 20:1. El ácido fluorhídrico anhidro separado, siendo los restantes vestigios lavados con hidróxido potásico y el producto orgánico fraccionado para recuperar el benceno no reaccionado como destilado. El residuo fué de nuevo fraccionado para recuperar un alcoholato ligero que ebulle por debajo los 280 grados centígrados, un alcoholato detergente que ebulle entre los 280 y 305 grados centígrados y un alcoholato pesado residuo que ebulle sobre los 305 grados centígrados.

20

25 Los sedimentos de estos productos principales en términos de la fracción dimero consumida se muestran en la tabla siguiente.

El alcoholato detergente fué convertido por el sulfona-



to de sodio de una manera convencional y sometido a una prueba para fijar su degradabilidad biológica. El sulfonato fue incubado y aireado en presencia de un efluente de alcantarillado no aclimatado, por ejemplo uno que no haya previamente estado en contacto con el detergente y la proporción del agente original activo restante fue medida. La Tabla muestra los resultados obtenidos.

T A B L A

Rendimiento del producto

Gramos/100 gramos de dmero consumido

Alcoholato ligero	(punto de ebullición por debajo los 280 grados centígrados)	7.0
Alcoholato detergente	(punto de ebullición por debajo los 280-305 grados centígrados)	122.9
Alcoholato pesado	(punto de ebullición por encima los 305 grados centígrados)	19.0

Degradabilidad Biológica

:Tiempo (días)	: 16	: 23	: 26	: 33	: 54	: 79
:Aeración (tanto por cien agente activo restante)	: 88.5	: 86	: =	: 55	: 6.3	: 11.3
:Incubación (")	: 76	: 74.5	: 5.3	: 5.3	: -	: =

La prueba de incubación mostró un cierto periodo de inducción seguido de un rápido incremento en la proporción de degradación biológica del sulfonato.

La prueba de aeración mostró un periodo de inducción de 21 días después del cual el sulfonato fue lentamente degradado hasta el día 51. El día 54 se adicionó sulfonato puro. Un periodo de inducción de 10 días solamente fue entonces



observado y después de éso el sulfonato fué rápidamente degradado.

5 La característica más significativa de la prueba fué el nivel final a que el sulfonato descendió. Segundo en importancia fué la proporción en que la degradación tomó lugar y de menor importancia fué el periodo de incubación observado. El periodo de inducción es probablemente explicado por el hecho de que el efluente de alcantarillado no aclimatado fué empleado en la prueba.

10 La carga para este exámen es adicionada por los resultados logrados de la adición de la segunda hornada de sulfonato puro el día 54. Se notará que el periodo de inducción fué más que demediado, y la proporción de degradación incrementada.

15 En una prueba comparativa empleando un sulfonato preparado de un alcoholato tetramero propileno con efluente de alcantarillado aclimatado, después de 21 días la cantidad de sulfonato restante en la prueba de incubación fué 29,4 por cien y que en la prueba de aeración fué 37 por cien. 20 Demostrando de esta manera que la alcoholación de la invención suministra un detergente "biológicamente blando".

N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explotación exclusiva de:

25 1.º Un procedimiento de obtención de un alcoholato detergente, caracterizado por el hecho de que comprende la polimerización de 4-metilpenteno-1 en presencia de un cae



talizador seleccionado de los hidruros de berilio, aluminio, galio, e indio y derivados de los mismos, en el cual uno o más átomos de hidrógeno del hidruro son substituidos por radicales alcohilo o arilo, y en la condensación de una fracción del producto de la polimerización en el carbono $C_{12}-C_{18}$ de número de orden con benceno en presencia de una alcoholación catalítica.

2.- Un procedimiento, tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que la fracción condensada con benceno es una fracción dimero que es esencialmente 2-isobutil-6-metilpenteno-1.

3.- Un procedimiento, tal como el especificado en 2, caracterizado por el hecho de que la polimerización se efectúa a una temperatura del orden de 100 a 350 grados centígrados y a una presión del orden de 7 a 246 kilogramos por centímetro cuadrado.

4.- Un procedimiento, tal como el especificado en las reivindicaciones de 1 a 3, caracterizado por el hecho de que el 4-metilpenteno-1 alimentado es el producto obtenido por dimerización propilena en la presencia de un catalizador consistente de metal sodio dispersado en carbonato potásico anhidro.

5.- Un procedimiento, tal como el especificado en una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que la alcoholación se efectúa en la presencia de ácido fluorhídrico anhidro.

6.- Un procedimiento, tal como el especificado en una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que el total del producto alcohilado

287387⁰



lado es fraccionado para recuperar la fracción de alcoholato detergente que ebulle en el orden de 280 a 305 grados centígrados.

7. "Un procedimiento de obtención de un alcoholato detergente".

Consta la presente memoria descriptiva de ocho hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 10 de Abril de 1963.

P. p. de: THE BRITISH PETROLEUM COMPANY LIMITED,

J. BONET DEL RIG