

300

PATENTE DE INVENCION

Folio 10432.

336.812



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para preparar detergentes
aniónicos de superficie activa"

=.=.=.=.=.=.=.=.

Solicitante: ALLIED CHEMICAL CORPORATION, entidad norteamericana, residente en 40, Rector Street, New York 6, New York, EE.UU. de A.

=.=.=.=.=.=.=.=.

El presente invento se refiere a compuestos aniónicos con superficie activa que comprenden sulfonatos orgánicos útiles como detergentes sintéticos.

Los detergentes sintéticos han encontrado un amplio uso en la limpieza industrial y doméstica, particular

336812 - 2 -



mente en el lavado de tejidos. Además de una elevada detergencia, son también de desear su bajo costo y elevada capacidad de biodegradación. Durante un cierto número de años, también se consideró deseable la elevada formación de espuma, pero recientemente se ha reconocido que los detergentes altamente espumantes tienen ciertas desventajas y, por consiguiente, lo que se desea actualmente es una baja formación de espuma.

5. Una de las desventajas de la elevada formación de espuma es que la concentración de detergente que se puede emplear queda restringida por la necesidad de evitar la formación excesiva de espuma. La formación excesiva de espuma no es deseable porque se necesitan ciclos adicionales de aclarado. La formación excesiva de espuma es indeseable en particular para las máquinas lavadoras de carga por la parte superior, porque se produce el rebose, dando por resultado la deposición de partículas de detergente en el revestimiento de la lavadora produciendo corrosión y atascos.
10. Además, las partículas de suciedad que permanecen en suspensión en la espuma se pueden volver a depositar durante el ciclo de aclarado sobre las prendas de la colada. En ambos tipos de lavadoras, de carga por la boca superior o por la parte frontal, una densidad elevada de espuma produce un efecto de amortiguación que reduce el contacto real del agitador de la lavadora con las prendas de lavado y de unas prendas con otras, reduciéndose por lo tanto el grado de desprendimiento físico de las partículas de suciedad adheridas a las fibras.
15. A pesar de que los sulfonatos de alquilbenceno
20. aniónicos poseen propiedades satisfactorias detergentes y
- 25.
- 30.

A pesar de que los sulfonatos de alquilbenceno aniónicos poseen propiedades satisfactorias detergentes y

336812



- de biodegradación y su costo es relativamente bajo, resultan no obstante muy espumantes. Con el fin de vencer la elevada formación de espuma de esos detergentes se hace necesario añadir agentes relativamente costosos
5. para reducir la espuma, aumentando así el costo del producto sin mejorar con ello su acción limpiadora. Los detergentes no iónicos, como son los condensados de óxido de etileno, poseen propiedades satisfactorias detergentes y de biodegradación y son poco espumantes, pero de
10. costo relativamente alto.

- La capacidad elevada de biodegradación, v.g., rápida descomposición por microorganismos, es una propiedad deseable en los detergentes puesto que los detergentes que poseen una baja biodegradación se consideran como un factor que influye en la elevada proporción de
15. contaminación de las fuentes de agua dulce, que de día en día importa más al público y a la industria.

- Actualmente se ha descubierto que se pueden obtener composiciones de detergente de bajo costo con elevadas propiedades detergentes, poco espumantes y de gran
20. biodegradación, empleando una composición aniónica de superficie activa consistente esencialmente en sulfonatos de una mezcla de hidrocarburos que contiene:

- (a) hasta un 50% en peso de monoalquilbencenos
25. en los que los grupos alquilo son esencialmente lineales y contienen de 8 a 18 átomos de carbono, consistiendo dichos monoalquilbencenos predominantemente en 2-fenilalcanos,

- (b) de aproximadamente un 10% a un 50% en peso de una mezcla de dialquilindanos y dialquiltetrahidronaftalenos en los que los grupos alquilo son esencialmente
- 30.



336812

lineales y contienen de 1 a 14 átomos de carbono, siendo la suma de dichos átomos de carbono alquilo un máximo de 15 por cada molécula, y

5. (c) de aproximadamente un 35% a un 90% en peso de una mezcla de difenilalcanos y dialquilbencenos en los que los grupos alquilo son esencialmente lineales y contienen de 8 a 18 átomos de carbono.

10. Son sulfonatos orgánicos particularmente útiles los sulfonatos de mezclas de hidrocarburos que contienen de aproximadamente un 15% a un 50%, preferiblemente de un 30 a un 40% en peso de componente (a), aproximadamente de un 10% a un 40%, preferiblemente de un 10 a un 15% en peso de componente (b) y aproximadamente de un 35% a un 70%, preferiblemente de un 45% a un 60%, en peso de componente
15. (c). Los sulfonatos de mezclas de hidrocarburo que contienen componentes (a), (b) y (c) en las proporciones de preferencia expuestas anteriormente combinan las propiedades excelentes deterativas y de limpieza con una alta biodegradabilidad, v.g., de un 90 por ciento por lo menos, pese a
20. la complicada naturaleza de los componentes de la mezcla de hidrocarburo de las que se derivan estos sulfonatos.

25. Otros sulfonatos orgánicos particularmente útiles son los sulfonatos de una mezcla de hidrocarburo que contiene hasta un 10% en peso de componente (a), aproximadamente de un 10% a un 50% en peso de componente (b) y aproximadamente de un 45% a un 90% en peso de componente (c).

30. El término "sulfonatos orgánicos" se usa en esta memoria para describir compuestos orgánicos que contienen grupos sulfonatos que pueden ser ácido sulfónico o sus sales, incluyendo las sales de metal alcalino y alcalinoté-

336812



rrero, de amonio y de amina orgánica.

- Los nuevos sulfonatos orgánicos de este invento son de bajo costo, v.g., comparables en costo a los detergentes aniónicos tradicionales, puesto que pueden producirse a partir de materias primas de bajo costo y fácilmente disponibles mediante un procedimiento que comprende (i) clorar al menos un hidrocarburo alcano esencialmente lineal de 8 a 18 átomos de carbono poniéndolo en contacto con cloro en una cantidad insuficiente para clorar todo el alcano y para producir principalmente mono
5. cloroalcanos; (ii) hacer reaccionar la mezcla de cloración producida en la operación (i) con benceno muy en exceso en presencia de un catalizador Friedel-Crafts en condiciones de alquilación para producir una mezcla de alquilación; (iii) recuperar por destilación fraccional de dicha mezcla de alquilación una fracción de alquilato compuesta de : (a) hasta un 50% aproximadamente, en peso, de monoalquilbencenos en los que los grupos alquilo son esencialmente lineales y contienen de 8 a 18 átomos de carbono, consistiendo dichos monoalquilbencenos predominantemente en 2-fenilalcanos; (b) de aproximadamente un 10% a un 50% en peso de una mezcla de dialquilindanos y dialquiltetrahidronaftalenos en los que los grupos alquilo son esencialmente lineales y contienen de 1 a 14 átomos de carbono, siendo la suma de dichos átomos de carbono alquilo un máximo de 15 por cada molécula; y (c) de aproximadamente un 35% a un 90% en peso de una mezcla de difenilalcanos y dialquilbencenos en los que los grupos alquilo son esencialmente lineales y contienen de 8 a 18 átomos de carbono;
10. (iv) sulfonar dicha fracción alquilada, y (v) recuperar
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

3368-12



una mezcla de sulfonatos orgánicos a partir de la mezcla de sulfonación producida en (iv).

5. La etapa de cloración (i) de este procedimiento se conoce en la profesión como "hipocloración". En la "hipocloración" se regulan cuidadosamente la cantidad de cloro y las condiciones de la reacción con el fin de clorar parcialmente los alcanos para obtener una mezcla que comprenda una pequeña cantidad de cloroalcanos, consistente esencialmente en monocloroalcanos y una parte mayor de alcanos sin reaccionar. En el procedimiento del invento se prefiere clorar hasta 25 moles por ciento de los alcanos, aproximadamente.

10. Para llevar a cabo la etapa de alquilación (ii) del proceso de elaboración, se utiliza un catalizador normal Friedel-Crafts, como es el cloruro de aluminio, metal de aluminio mezclado con cloruro de aluminio, bromuro de aluminio, cloruro de cinc; etc., en cantidades que oscilan de 0,1 a 4%, preferiblemente del 0,4 al 2%, basado en el peso de los alcanos clorados, y se carga benceno en una proporción molar de aproximadamente 2 a 12:1, preferiblemente de aproximadamente 4 a 6:1 de los alcanos clorados presente. La alquilación puede realizarse en condiciones normales de alquilación del benceno, v.g., a temperaturas del orden de aproximadamente 20° a 100°C, preferiblemente de aproximadamente 30 a 80°C. Los tiempos de reacción en operaciones realizadas en tandas son de aproximadamente $\frac{1}{2}$ a 1 hora después de la digestión de la mezcla de la reacción, mientras que en elaboración continua resulta adecuado un tiempo de estancia de aproximadamente 2 a 15 minutos.



336⁷-12

- La fracción de hidrocarburo deseada puede recuperarse dejando reposar la mezcla de alquilación hasta que la capa alquitranosa pesada se haya sedimentado y decantando después la capa superior, que se puede lavar con
5. una base acuosa y someterse a destilación fraccional para separar el benceno y alcanos sin reaccionar y una mezcla de monoalquilbencenos que tiene hasta un 35% en peso, aproximadamente, de 2-fenilalcanos, dejando como residuo una fracción de hidrocarburo apropiada para la producción de
10. los sulfonatos orgánicos deseados. Si se desea, esta fracción puede someterse a destilación fraccional adicional para obtener una mezcla de hidrocarburos a partir de los cuales se puede producir sulfonatos orgánicos particularmente útiles.
15. Según se ha indicado ya, las mezclas de hidrocarburo pueden contener hasta un 50% en peso de monoalquilato, que permanece en el residuo después de la destilación de la mayor parte del monoalquilato. El resto del residuo consiste esencialmente en tetrahidronaftalenos e indanos
20. así como difenilalcanos y dialquilbencenos. Los indanos y tetrahidronaftalenos disustituidos pueden formarse durante el proceso de alquilación por condensación de una molécula de benceno con una molécula de dicloroalquilo formada durante la preparación del reactivo monocloroalquilo. La
25. formación de indanos y tetrahidronaftalenos disustituidos en las mezclas de hidrocarburo puede identificarse mediante aromatización para producir indenos y naftalenos disustituidos. La fracción de difenilalcano de los residuos se identifica por el hecho de que en la destilación fraccional,
30. se obtiene una fracción de destilado que tiene un ín-



356812

- dice de refracción relativamente elevado y un elevado punto de anilina debido al gran contenido aromático a alifático de tales fracciones. La presencia de dialquilbencenos en los residuos de alquilación ya se ha sugerido en técnicas anteriores y puede indicarse además por una reacción de transalquilación en la que reaccionan benceno y un dialquilbenceno en presencia de cloruro de aluminio para producir monoalquilbenceno adicional.
- 5.
10. No obstante, a pesar de que los residuos de alquilación empleados en técnicas anteriores para la producción de detergentes solubles en aceite consistían principalmente en dialquil- y polialquilbencenos, las composiciones de este invento contienen dichos dialquil- y polialquilbencenos en cantidades relativamente pequeñas. Tales cantidades relativamente pequeñas de di- y polialquilbencenos ocurren en las mezclas de hidrocarburos debido a la utilización, en el proceso de alquilación, de una gran proporción de benceno respecto al haluro de alquilo con el fin de evitar la polialquilación, así como la utilización de la conocida técnica de "hipocloración" en la cloración de los n-alcanos para producir esencialmente una mezcla de cloruros de n-monoalquilo y n-alcanos sin reaccionar. En el último de los casos tiene lugar inevitablemente algo de policloración pero esa reacción anómala se mantiene en un mínimo conveniente.
- 15.
- 20.
- 25.

- La sulfonación de las mezclas de hidrocarburos puede realizarse mediante cualquier técnica normal de sulfonación empleando agentes sulfonantes bien conocidos,
- 30.



9
336012

v.g., ácido sulfúrico al 100%. Se pueden producir sales de los productos de sulfonación resultantes mediante tratamiento con bases tales como el hidroxido de amonio, hidróxidos de metal alcalino y alcalinotérreo, aminas alifáticas, alcanolaminas y similares y las mezclas de los mismos.

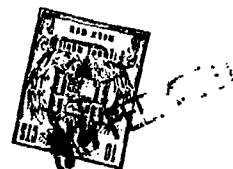
Los sulfonatos orgánicos de este invento son sorprendentemente eficaces como detergentes aún en agua fría y son poco espumantes, resultando particularmente útiles en el lavado de telas, comparándose favorablemente las composiciones de los mismos con los detergentes comerciales poco espumantes, según se ilustra en los ejemplos que se expondrán más adelante. El término "poco espumante" según se emplea en esta memoria significa que la composición de superficie activa, en uso, no genera una copiosa espuma o, si se produce al principio copiosa espuma, se disipa rápidamente. "Poco espumante" y "de espuma controlada" son generalmente términos equivalentes empleados en la profesión.

Los sulfonatos orgánicos de este invento poseen una elevada capacidad de biodegradación, v.g., se descomponen fácilmente por la acción de microorganismos, según se determinó mediante ensayos normales ilustrados en los ejemplos expuestos más adelante. Se descubrió que los sulfonatos orgánicos de este invento eran al menos un 80% biodegradables, mientras que los detergentes de alquilbenceno aniónico de baja capacidad de degradación, conocidos como "detergentes duros" mostraron en dichos ensayos solamente de un 30 a un 40% de biodegradabilidad.

336812



- Se pueden preparar composiciones detergentes que comprendan de un 5 a un 50 por ciento, en peso, preferiblemente de un 8 a un 30 por ciento en peso de los sulfonatos orgánicos de este invento como ingredientes de superficie activa y uno o más detergentes distintos, materiales de relleno, productos de adición o aditivos. Como materiales de relleno o productos de adición se pueden añadir corrientemente tripolifosfato de sodio, pirofosfato de tetrasodio, sulfato de sodio, silicato de sodio, ortosilicato de sodio y otros similares. Las composiciones de preparados que comprenden los nuevos sulfonatos orgánicos del invento pueden contener también otros aditivos tales como carboximetilcelulosa para evitar que se vuelvan a depositar sedimentos. Otros aditivos pueden ser: avivadores del color, amidones, colorantes, desecantes para evitar que las partículas del compuesto formen grumos y aquellos otros agentes necesarios para el uso particular del compuesto para el que se idea la formulación.
- 5.
- 10.
- 15.
20. Además de ser valiosos para el lavado, los sulfonatos de este invento pueden usarse en formulaciones para limpieza en seco, por ejemplo en forma de soluciones de disolventes de limpieza en seco como son el percloroetileno, disolvente Stoddard y similares.
- 25.
30. Además, los sulfonatos orgánicos pueden usarse para aplicaciones en emulsión o en la manufactura de detergentes especiales, como son, por ejemplo, los empleados en baños de galvanoplastia y otros. También pueden utilizarse como depresivos de espuma.



336912

Los ejemplos siguientes sirven para ilustrar el invento. Los porcentajes se dan en peso, a menos que se especifique lo contrario.

EJEMPLO I

5. Se calentó una mezcla de 750 partes de benceno y 10 partes de $AlCl_3$ a aproximadamente 45 a $50^{\circ}C$. A esta mezcla se añadió, agitando durante media hora, 500 partes de mezcla de tridecano normal clorado que contenía aproximadamente 25 moles% de cloruros de tridecilo normal. La masa resultante de la reacción se dejó digerir a $45-50^{\circ}C$ durante media hora y después se dejó reposar hasta que se sedimentó el alquitrán resultante. Después de separar el material alquitranoso, que supuso 28 partes, se lavó la masa restante con sosa cáustica acuosa al 5% y después se destiló fraccionalmente para sacar como destilado benceno sin reaccionar y tridecano quedando los productos de alquilación. Se destilaron fraccionalmente los productos de alquilación a unos $165^{\circ}C$ a 5 mm Hg para sacar como destilado una fracción consistente esencialmente en monotrídecilbencenos que tenía aproximadamente un 15% de 2-feniltridecano, quedando una mezcla de hidrocarburo compuesta de aproximadamente un 30% de monoalquilbencenos de los que el 90% eran 2-fenilalcanos, aproximadamente un 11% de una mezcla de dialquiltetrahidro naftalenos y dialquilindanos y aproximadamente un 59% de una mezcla de dialquilbecenos y difenilalcanos.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
30. Se agitaron 600 partes de la mezcla de hidrocarburo con 110 partes de ácido sulfúrico al 100% durante media hora a unos 35 a $40^{\circ}C$. Se extrajo la

336812



- capa de ácido y el producto ácido lavado se puso en, contacto con unas 24 partes de "Filtrol". Se sulfonó el producto lavado calentándolo durante una hora a unos 55 a 58°C con unas 930 partes de ácido sulfúrico al 100%, después de lo cual se añadieron unas 170 partes de agua y se dejó reposar la mezcla hasta que la separación de la fase fué completa, después de lo cual se separó la capa de ácido gastado. Se mezclaron 100 partes de la mezcla de hidrocarburo sulfonado resultante con unas 300 partes de agua y se neutralizó entonces la mezcla a un pH de 7 añadiendo gradualmente una solución acuosa al 30% de sosa cáustica para producir una lechada apropiada, para ser desecada en tambor. El producto desecado en tambor contenía aproximadamente un 90% de sulfonatos orgánicos en forma de sales sódicas y aproximadamente un 10% de sulfato sódico y se denominó I-13.

EJEMPLO II

- Se siguió un procedimiento como el descrito en el Ejemplo I a excepción de que en lugar de la mezcla de tridecano normal clorado, se usó una mezcla de dodecano normal clorado que contenía aproximadamente 25 moles % de monocloruros de dodecil normal y se recogió una fracción de destilado que contenía aproximadamente un 22% de 2-fenildodecano, quedando una mezcla de hidrocarburo homólogo con la misma composición, esencialmente, que la composición del Ejemplo I. Se obtuvo un producto desecado en tambor y se denominó I-12.

30.

EJEMPLO III



336812

- Se siguió un procedimiento como el descrito en el Ejemplo I a excepción de que en lugar de la mezcla de tridecano normal, se usó una mezcla de tetradecano normal clorado que contenía aproximadamente 25 moles % de monocloruros de tetradecilo normal y se recogió una fracción de destilado que contenía aproximadamente un 8% de 2-feniltetradecano, quedando una mezcla de hidrocarburo homólogo con la misma composición en esencia que la del Ejemplo I. Se obtuvo un producto desecado en tambor que se denominó I-14.

EJEMPLO IV

- Se preparó una mezcla de hidrocarburo mezclando 7,1 partes, 45,2 partes y 47,7 partes, respectivamente, de mezclas de hidrocarburo obtenidas en la preparación de I-12, I-13 y I-14, según se ha descrito en los Ejemplos I a III. Se obtuvo un producto desecado en tambor a partir de la mezcla de hidrocarburos siguiendo el procedimiento descrito en el Ejemplo I y se denominó mezcla -I.

EJEMPLO V

- Se siguió un procedimiento similar al del Ejemplo I a excepción de que los productos de alquilación se destilaron fraccionalmente a unos 177°C a 0,5 mm Hg para recoger como destilado esencialmente todos los monoalquilbencenos, quedando una mezcla de hidrocarburo compuesta de aproximadamente un 3% de monoalquilbencenos, de los que un 95% aproximadamente eran 2-fenilalcanos, aproximadamente un 39% de una mezcla de dialquilindanos y dialquiltetrahidronaftalenos y aproximadamente un 58% de una mezcla de dialquilbencenos y



336812

difenilalcanos.

El producto desecado en tambor obtenido se denominó II-13.

EJEMPLO VI

5. Siguiendo un procedimiento como el descrito en el Ejemplo V, a excepción de que en lugar del tridecano normal clorado, se usó una mezcla que contenía aproximadamente 25 moles % de cloruros de tetradecilo normal, se obtuvo una mezcla de hidrocarburo homólogo de la misma composición en esencia.

Se obtuvo un producto desecado en tambor que se denominó II-14.

EJEMPLO VII

15. Se obtuvo una mezcla de hidrocarburo mezclando 57 partes y 43 partes, respectivamente, de mezclas de hidrocarburos obtenidas en la preparación de los II-13 y II-14, según se describe en los Ejemplos V y VI.

20. Se obtuvo un producto desecado en tambor siguiendo un procedimiento como el descrito en el Ejemplo I y se denominó el producto como mezcla-II.

EJEMPLO VIII

25. Con el fin de ilustrar las propiedades espumantes y deterativas relativas de los sulfonatos orgánicos de este invento, se compusieron preparados de cada uno de los productos descritos en los ejemplos anteriores y se compararon con los detergentes comerciales poco espumantes en el lavado de toallas, según se describirá a continuación con mayor detalle.

30. Se prepararon los compuestos mezclando en una

336812



- mezcladora Hobart 10 partes de cada uno de los productos desecados en tambor de los ejemplos anteriores (9 partes de sulfonato orgánico y 1 parte de sulfonato sódico) con 44 partes de sulfato sódico y 36 partes de tripolifosfato sódico como productos de adición para obtener unas composiciones que tenían un 10% del sulfonato orgánico respectivo, un 50% de sulfato sódico y un 40% de tripolifosfato sódico. Las composiciones individuales están indicadas en las Tablas I y II por la denominación del componente de sulfonato orgánico de las mismas.

5. Se obtuvo un suministro de toallas turcas para manos elegido al azar de un establecimiento comercial de lencería.
10. Se lavaron tandas de 18 toallas, con un peso aproximado de 2,7 kgs por tanda, en lavadoras comerciales "RCA Whirlpool" de autoservicio de los tipos de carga por la boca superior y de carga por la parte frontal.
15. Se añadieron a cada máquina 150 gramos de los compuestos, de acuerdo con las recomendaciones del fabricante de las lavadoras de emplear 15 gramos de agente de superficie activa por tanda. Se usaron detergentes comerciales en las cantidades recomendadas por el fabricante de los mismos.
20. La temperatura del agua añadida a las lavadoras era de 57-63°C, cuyo agua tenía una dureza de 144 ppm (medida por el método ASTM 11977-DI).
25. Se tomaron medidas de la espuma en intervalos de tres minutos durante un periodo de 9 minutos

- 30.

336812



- consecutivos durante el funcionamiento de las máquinas. En las máquinas de carga por la boca superior se midió la espuma en centímetros. En las máquinas de carga por boca frontal se midió la altura de la espuma como la fracción de la altura alcanzada en la ventanilla, v.g., si alcanzó la mitad de la ventanilla se registro una proporción del 50%; de aquí, una valoración del 25% indicaba que la espuma había alcanzado aproximadamente la cuarta parte de la altura de la ventanilla y así sucesivamente. Se registraron las medidas tomadas a intervalos de cada tres minutos y se dió una valoración que denota la máxima altura de espuma.

- 5.
- 10.
- Cada tanda de toallas se lavó empleando el ciclo de tiempo normal de la máquina, después se hicieron paquetes, se etiquetaron y se enviaron a una lavandería comercial para secado y plancha.

- 15.
- Entonces se determinó el porcentaje de reflectancia de las toallas lavadas usando un reflectómetro Hunter con filtro verde, con reflectancia de óxido de magnesio puro que representa un 100% de reflectancia como normal. La reflectancia media de cada tanda se representa en las Tablas I y II como el porcentaje basado en la norma. Con cada compuesto detergente se realizaron dos lavados en máquinas de carga por boca superior y uno en máquinas de carga por boca lateral.
- 20.
- 25.



336812

T A B L A I

LAVADORA DE CARGA POR BOCA SUPERIOR

5.	Detergente	<u>% de Reflectancia</u>		<u>Formación de espuma (en cm.)</u>			Valora- ción
		Lavado A	Lavado B	3 min.	6 min.	9 min.	
	AD	80.8	80.6	0	0.25	0.25	Poco es- pumante
	ALL	78.1	81.1	0	0.5	1.0	"
	AJAX	78.9	80.7	0.75	1.75	2.5	"
	DASH	81.0	80.4	0.5	1.25	1.25	"
10.	I-12	80.7	80.9	0.25	1.25	1.25	"
	I-13	81.1	83.6	0.25	1.25	1.25	"
	I-14	83.2	79.5	0.25	0.25	3.0	"
	I-Mezcla	81.3	79.3	0.25	0.75	1.25	"
	II-13	83.8	83.2	0.25	0.25	1.5	"
15.	II-14	83.2	83.6	0.25	0.25	0.25	"
	II-Mezcla	82.3	81.6	0		0.25	"

CODIGO: Valoración de la espuma

20.

0.a 1,5 - poco espumante

1,3 a 3 - formación moderada de espuma

3 a 4 - altamente espumante

AD - detergente no iónico doméstico para todo uso de espuma controlada.

25.

AJAX - detergente aniónico sulfonato de alquilario

ALL - detergente no iónico para lavado de espuma controlada.

DASH - detergente aniónico poco espumante para todo uso

30.

(del Anuario 1965 de McCutcheon para Detergentes y Emulsionador)



336812
I W B L A II

LAVADORA DE CARGA POR BOCA FRONTAL

5.	<u>% de reflectancia</u>	<u>Formación de espuma (% altura en ventanilla)</u>			<u>Valoración</u>
		<u>3 min.</u>	<u>6 min.</u>	<u>9 min.</u>	
	<u>Detergente</u>				
	AD	79.7	20	20	<10 Poco espumante
	ALL	81.8	10	10	10 "
10.	AJAX	80.8	20	10	<10 "
	DASH	79.4	20	20	20 "
	I-12	80.6	20	30	30 "
	I-13	79.4	10	<20	<20 "
	I-14	80.2	10	25	25 "
15.	I-Mezcla	80.5	10	10	10 "
	II-13	85.5	0	0	10 "
	II-14	81.9	10	20	25 "
	Mezcla II	83.5	30	30	30 "

20. **CÓDIGO: Valoración de la espuma**
 0 a 33 - Poco espumante
 33 a 50 - formación moderada de espuma
 Por encima de 50 - altamente espumante.

EJEMPLO IX

25. Con el fin de ilustrar las propiedades de baja formación de espuma de los sulfonatos orgánicos de este invento, se realizaron pruebas de lavado de platos según el procedimiento descrito a continuación.

30. Un recipiente cónico invertido que tenía un



336812

- cuello de descarga de 0,95 cm unido a su extremo estrecho se sostuvo a una altura de 86 cm. de la base de una pila de lavar de 38 cm de diámetro y 12,7 cm. de profundidad. Se llenó el recipiente con una solución de detergente precalentada a 46°C. Se abrió la espita del recipiente y se dejó correr la solución cayendo en la pila para que produjera una solución espumosa de detergente. Cada uno de los platos de una tanda de cuarenta platos de 23 cm. de diámetro de porcelana esmaltada se untó por su cara superior con 0,5 gramos de Crisco y se apilaron unos encima de otros. Se sumergieron cinco platos cada vez en la solución de detergente, después de lo cual se cogió un plato y estando todavía sumergido en la solución se frotó cinco veces con un paño para limpieza de platos con movimiento circular a una velocidad de una vuelta por segundo. Se repitió la operación en la cara posterior del plato cuatro veces, después de lo cual se sacó el plato de la solución. Entonces se lavaron más platos hasta que desaparecieron los últimos rastros de espuma de la superficie de la solución detergente. Se observó y anotó el número de platos lavados antes de la desaparición de la espuma.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
25. Se prepararon las soluciones a partir de 2,5 gramos de los productos desecados en tambor de los ejemplos anteriores, 3,5 gramos de tripolifosfato sódico, 0,8 gramos de ortosilicato sódico y 2,2 gramos de sulfato sódico en 6 litros de agua destilada.
30. También se prepararon soluciones de concentraciones



336812

equivalentes de detergentes comerciales altamente espumantes.

5. Las pruebas realizadas con las soluciones arriba descritas indicaron que los componentes de este invento eran poco espumantes, v.g., los últimos rastros de espuma desaparecieron después de haberse lavado un solo plato, mientras que se pudieron lavar de diez a veinte platos antes de la desaparición de la espuma cuando se usaron soluciones de detergentes comerciales altamente espumantes.
- 10.

EJEMPLO X

15. Se obtuvo una mezcla de hidrocarburo mezclando 12 partes, 48 partes y 40 partes, respectivamente, de mezclas de hidrocarburo obtenidas en la preparación de los I-12, I-13 y I-14, según se describe en los Ejemplos I a III.

20. Una parte de la mezcla de hidrocarburo se sometió al tratamiento descrito en el Ejemplo I para obtener un producto desecado en tambor, que se denominó A-I.

25. Cada parte de la mezcla de hidrocarburo se destiló en fracción según se describe en el Ejemplo V y la mezcla restante de hidrocarburo después de la destilación se sometió al tratamiento descrito en el Ejemplo I para obtener un producto desecado en tambor, que se denominó A-II.

30. Otra parte de la mezcla de hidrocarburo se destiló en fracción para obtener aproximadamente un 85 % de destilado que resultó ser una mezcla de hidrocarburo compuesta de aproximadamente un 35 % de mono-



336812

- alquilbencenos, de los que un 90% eran 2-fenialcanos, aproximadamente un 14% de una mezcla de dialquilindanos y dialquiltetrahidronaftalenos y aproximadamente un 51% de una mezcla de dialquilbencenos y difenilalcalenos, que se sometió después al tratamiento descrito en el Ejemplo I para obtener un producto desecado en tambor, que se denominó A-III. El producto A-III tenía una reflectancia superior al 65% (norma de óxido de magnesio), v.g., era un blanco más intenso que los demás productos desecados en tambor arriba descritos.

- 5.
- 10.
- Se experimentó la capacidad de biodegradación de los productos A-I, A-II y A-III empleando la Prueba Semicontinua de Suciedad Activada de la Asociación de Jabones y Detergentes. Las pruebas indicaron las capacidades medias de biodegradación de los productos A-I, A-II y A-III como un 93,8%, 81,5% y superior al 90% respectivamente.

EJEMPLO XI

- 20.
- 25.
- Se preparó un compuesto a partir del producto A-III descrito anteriormente, que tenía un 15% de sulfonato orgánico, un 40% de tripolifosfato sódico, un 28,5% de sulfato sódico, un 7% de ortosilicato sódico, un 9% de cloruro sódico y un 0,5% de carboximetilcelulosa.

- 30.
- Se probó el compuesto en una colada en agua caliente. v.g., a una temperatura superior a 49°C, y en agua fría, v.g., 30-32°C, de diferentes durezas, v.g., hasta 300 ppm y se averiguó que poseía propiedades detergentes y de baja formación de espuma compara-

336812



bles a los detergentes comerciales poco espumantes.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con el número 527.526 de 15 de febrero de 1966, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por veinte años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR DETERGENTES ANIONICOS DE SUPERFICIE ACTIVA", caracterizándose por lo siguiente:
5. 1.- Procedimiento para preparar detergentes aniónicos de superficie activa que comprenden sulfonatos orgánicos, caracterizado porque en una primera etapa se somete a cloración, al menos, un alcano esencialmente lineal con 8 a 18 átomos de carbono poniéndolo en contacto con cloro en una cantidad insuficiente para clorar todo el alcano y para producir principalmente monocloroalcanos; en una segunda etapa se hace reaccionar la mezcla de la cloración producida en la primera etapa con un gran exceso de benceno en presencia de un catalizador Friedel-Crafts en condiciones de alquilación para producir una mezcla de alquilación; en una tercera etapa se recupera por desti-
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

336812



lación fraccional de dicha mezcla de alquilación una fracción de alquilato consistente esencialmente en:

- (A) hasta un 50% en peso de monoalquilbencenos en los que los grupos alquilo son esencialmente lineales y contienen de 8 a 18 átomos de carbono, consistiendo dichos monoalquilbencenos predominantemente en 2-fenilalcanos, (B) de aproximadamente un 10% a un 50% en peso de una mezcla de dialquilindanos y dialquiltetrahidronaftalenos en los que los grupos alquilo son esencialmente lineales y contienen esencialmente de 1 a 14 átomos de carbono, siendo la suma de dichos átomos de carbono un máximo de 15 por cada molécula, y (C) de aproximadamente un 35% a un 90% en peso de una mezcla de difenilalcanos y dialquilbencenos en la que los grupos alquilo son esencialmente lineales y contienen de 8 a 18 átomos de carbono; en una cuarta etapa se sulfona dicha fracción de alquilato, y en una quinta y última etapa se recupera una mezcla de sulfonatos de alquilarilo a partir de la mezcla de sulfonación producida en la cuarta etapa.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla de la reacción de sulfonación producida en la cuarta etapa, se neutraliza con un compuesto de metal alcalino, un compuesto de metal alcalinotérreo, un compuesto amónico o una amina orgánica.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se usa un compuesto sódico.

4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la frac-

- 24 -
336812



ción de alquilato recuperada en la tercera etapa contiene del 15 al 50% en peso de componente (A), 10 al 40% en peso de componente (B) y 35 al 70% en peso de componente (C).

5. 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la fracción de alquilato recobrada en la tercera etapa contiene de un 30 a un 40% en peso de componente (A), de un 10 a un 15% en peso de componente (B) y de un 45 a un 60% en peso de componente (C).

10. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la fracción de alquilato recuperada en la tercera etapa contiene hasta 10% en peso de componente (A), de un 10 a un 50% en peso de componente (B) y de un 45 a un 90% en peso de componente (C).

20. 7.- "Procedimiento para preparar detergentes aniónicos de superficie activa," tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de veinticuatro hojas, escritas a máquina por una sola cara.

14 FEB. 1967

Madrid,

ALLIED CHEMICAL CORPORATION.

J. GOMEZ ACEDO Y MODEI
p. p. Firmado: F. Hernández Ruiz