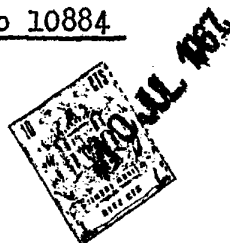


PATENTE DE INVENCION

Folio 10884

342844



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para preparar lechadas
fluidas de alquilbencenosulfonatos
lineales"

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

Solicitante: ALLIED CHEMICAL CORPORATION, entidad norteamericana re-
sidente en 61 Broadway, New York, 6 N.Y. EE.UU. de A.

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

Este invento se refiere a un procedimiento para
preparar lechadas de alquilbenceno sulfonatos de cade-
na larga lineal.

Los alquilbenceno sulfonatos de cadena larga ra-
mificada ampliamente empleados como detergentes se han pre-
5.

342844⁻²⁻



parado generalmente mediante sulfonación del dodecíl-
benceno producido por la alquilación del benceno con
polímeros de olefina como es el tetramero de propi-
leno. Estos detergentes han producido muchas dificul-
tades cuando los efluentes de detergente se han des-
cargado en alcantarillas y arroyos porque producían
una formación elevada de espuma que no es fácilmente
biodegradable. Para evitar estas dificultades, los
alquilbencenos lineales (de cadena larga) sulfona-
dos, que resultan más fácilmente biodegradables, están
reemplazando a los alquilbencenos de cadena ramifica-
da.

En la preparación de sulfonatos detergentes,
la sulfonación del alquilbenceno con trióxido de azu-
fre, en lugar de ácido sulfúrico o ácido sulfúrico
fumante, se ha llevado ampliamente a la práctica en
los últimos años a causa de la mejor pureza del produc-
to, en particular por hallarse más libres de contamina-
ción con sales tales como sulfato sódico. Los ácidos
alquilbenceno sulfónico resultante del tratamiento
con SO_3 se neutralizan, v.g., con hidróxido acuoso
de metal alcalino, para producir una pasta acuosa del
alquilbenceno sulfonato de metal alcalino deseado. Las
pastas acuosas se desecan normalmente. v.g., mediante
dsecación por pulverización o desecación de tamboreo
normalmente después de mezclados con otro detergente
o componentes aditivos, v.g., productos de adición pa-
ra mejorar el detergente, materiales de relleno, inhi-
bidores de la corrosión, avivadores, perfumes y colo-
rantes. En muchos casos, el fabricante de las pastas

342844³ -



5. acuosas o lechadas neutralizadas no es el productor de la mezcla detergente final y el fabricante debe transportar las pastas acuosas de una forma que resulte fácilmente manejable, v.g., para bombeo o fácilmente desecable por el comprador.

10. Con frecuencia es conveniente preparar las pastas acuosas de alquilbenceno sulfonato neutro en una forma lo más concentrada posible, con un mínimo contenido de agua, con el fin de reducir los costos de transporte y desecación. Por este motivo ha sido costumbre especificar el contenido de "porcentaje activo" de la pasta acuosa, o sea, el porcentaje en peso de alquilbenceno sulfonato de metal alcalino, existente en la pasta acuosa. Las llamadas pastas acuosas "altamente activas" según se la denomina corrientemente, pueden contener de un 35% a un 70% de "sólidos activos", siendo las más empleadas las lechadas de un 40% a un 60% de "sólidos activos", Además se debe prescribir no solamente el porcentaje de contenido activo, sino también otras normas de pureza incluyendo el contenido máximo de aceite libre y el máximo de sulfato sódico u otro contenido de sal; por ejemplo, el contenido máximo de sulfato sódico se suele establecer en un 1,5% aproximadamente, basado en el peso total de la pasta acuosa, para un 60% de lechada activa, que a su vez limita el contenido de ácido sulfúrico empleado en la preparación de dichas lechadas o pastas acuosas, a aproximadamente un 1,75%. Para asegurar el cumplimiento con este requisito, se mantiene lo más bajo posible el contenido de ácido sulfúrico,

15.

20.

25.

30.

- 4 -
342844



- preferiblemente a un 0,5% o menos, puesto que cualquier ácido sulfúrico presente se convierte en sulfato de metal alcalino en la neutralización. En los sulfonatos obtenidos mediante la neutralización de ácidos sulfónico producidos por sulfonación de trióxidos de azufre, el contenido de sulfato sódico se hallan bastante por debajo de este nivel.
5. En la producción de lechadas o pastas acuosas con un contenido activo elevado de alquilbenceno sulfonatos de cadena ramificada, el espesamiento de las pastas acuosas, o gelación incipiente, se suelen encontrar cuando los ácidos sulfónicos tienen un contenido de aceite libre muy elevado o cuando prevalecen otras condiciones. No obstante, dichos geles pueden diluirse normalmente incorporando agentes solubilizantes, como son los llamados "hidrótropos", v. g., las sales de sulfonato sódico y potásico de tolueno, xileno, cumeno y etilbenceno. Al intentar producir lechadas o pastas acuosas "altamente activas" de sales básicas de ácidos alquilbenceno sulfónico con un contenido bajo de ácido sulfúrico producidos por sulfonación de SO_3 , con frecuencia ocurre una grave gelación de las lechadas aun cuando el contenido de aceite libre sea bajo (v.g., inferior al 1,5%), cuando la neutralización se lleva a cabo en soluciones alcalinas con un contenido limitado de agua para producir pastas acuosas de un 35% a un 70% de contenido activo. Dicha gelación ocurre con frecuencia antes de completarse la neutralización, produciendo una masa indócil, que no se puede veter y que
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

- 5 -
342844



evita la terminación de la neutralización. Además, tales geles no se pueden resolver añadiendo los hidrotropos que normalmente producen la dilución de geles de pastas acuosas de alquilbenceno sulfonato de cadena ramificada.

5.

Ahora se ha descubierto con sorpresa que la gelación de dichas pastas acuosas fluídas de sales de metal alcalino de ácidos alquilbenceno sulfónico lineal se puede evitar incorporando en las mismas

10.

ciertas sales solubles en agua. Este invento proporciona una lechada o pasta acuosa fluída, que se puede verter con facilidad, de sulfonatos de metal alcalino de alquilbenceno lineal que se preparan mediante neutralización de ácidos alquilbenceno sulfónico lineal

15.

obtenidos mediante la sulfonación de alquilbencenos lineales con trióxido de azufre, teniendo la lechada una concentración de sólidos activos del 35 al 70% en peso y un contenido del 0,2 al 9,5% en peso, basado en el peso total de la lechada, de un metal alcalino soluble en agua por lo menos, un metal alcalino-térreo o sal amónica de ácido sulfúrico, clorhídrico o carbónico.

20.

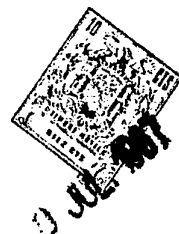
25.

El término "sal soluble en agua" indica una sal que tenga una solubilidad en agua a 20-25°C de por lo menos 5 gramos de sal por cada 100 ml de agua.

30.

Según se emplea en esta memoria, la expresión "porcentaje activo" en la lechada o pasta acuosa indica la concentración de porcentaje en peso del componente de sulfonato activo, v.g, del total de só-

342844



lidos de la lechada menos la suma del porcentaje de insolubles en alcohol y el porcentaje de aceite libre.

5. Una lechada fluída que se vierta con facilidad es una mezcla de alquilbenceno sulfonatos sólidos y agua que se travase fácilmente y en la que los sólidos busquen su propio nivel, v.g., una lechada en la que se forme una capa inferior traslúcida al dejarla reposar. Tales lechadas o pastas acuosas
10. tienen viscosidades aparentes no superiores a 10.000 centipoises medidas en un viscosímetro Brabender Visco-Corder de rotación a 50°C y 25 RPM, preferiblemente inferiores a 4.000 centipoises, y se pueden verter y bombear con facilidad.

15. Una "gel" según se emplea el término en esta Memoria, indica un material gelatinoso, muy viscoso, que no se deposita al dejarlo reposar sino que tiende a formar una masa traslúcida espesa.

20. "Pasta" según se emplea en esta memoria, indica un material muy viscoso y opaco que no fluye o se vierte fácilmente. No se separará al dejarlo reposar.

25. Se pueden hacer las lechadas fluidas del invento licuando un gel ya formado añadiendo la sal al mismo, pero preferiblemente se preparan evitando la formación de gel, que de otro modo ocurriría, llevando a cabo la neutralización de los ácidos alquilbenceno sulfónico en presencia de suficiente sal para asegurar que la masa permanezca fluída. En este
30. último método, la neutralización de los ácidos alquil

342844

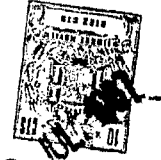


- benceno sulfónico lineal se realiza de la forma acostumbrada a excepción de que se emplea la sal de metal alcalino, alcalinotérreo o de amonio. De esta forma la sal inorgánica puede o bien añadirse al álcali cáustico empleado como agente neutralizante, o se puede añadir después de la neutralización parcial o completa para diluir la sal de sulfonato gelificada o excesivamente viscosa. Por otro lado, se puede hacer que la sal se halle presente añadiendo ácido sulfúrico o clorhídrico a los ácidos sulfónico y convirtiéndolos en la sal simultáneamente con la operación de neutralización. Por lo tanto se habrá de tener en consideración la presencia de cualquier ácido libre en los ácidos sulfónico para calcular la sal inorgánica total.
- 5.
- 10.
- 15.

- Según se indicó anteriormente, la neutralización se realiza mediante procedimientos normales. Por ejemplo, se pueden añadir los ácidos sulfónico de una forma gradual en la cantidad y concentración necesarias del medio neutralizante acuoso para producir con una lechada con el contenido "activo" descado.
- 20.

- Preferiblemente, en una operación a escala industrial, los ácidos sulfónico y el agente neutralizante se añaden simultáneamente y de una forma continua en proporciones predeterminadas a una pequeña proporción o "resto" de una lechada ya neutralizada. Es conveniente reciclar continuamente esta lechada y sacar el producto de una forma continua a una velocidad igual a la velocidad de alimentación. A pesar de que es posible realizar la neutralización añadiendo
- 25.
- 30.

342844



- la solución cáustica a los ácidos sulfónico, este procedimiento resulta menos conveniente porque parece ser que agrava el problema de la gelificación. Los cálculos para determinar la cantidad y concentración de solución cáustica necesaria para proporcionar una lechada con el contenido de alquilbenceno sulfonato deseado se llevan a cabo fácilmente mediante estequiometría.
- 5.
10. Los alquilaril sulfonatos lineal empleados en el presente invento son aquellos que se preparan a partir de alquilbenceno líneal, v.g., los llamados alquilatos biodegradables o "suaves" como, por ejemplo, aquellos que tienen sustituyentes normales de alquilo con longitudinales de cadena del orden de 9
15. a 15 átomos de carbono, predominando los grupos alquilo con longitudes de cadena de 11 a 12 átomos de carbono, compuestos al menos de aproximadamente un 95% de cadenas líneales, v.g, cadenas normales de parafina y un 5% o menos en peso de alquilo de cadena
20. ramificada, v.g., constitutivos de isoparafina. Preferiblemente, al menos un 25% aproximadamente, especialmente de un 25% a un 35% de los sustituyentes de alquilo líneal se unen en posición 2 al núcleo de benceno. Tales alquilbencenos líneales pueden tener
25. pesos moleculares medios del orden de 230 a 250, aproximadamente, y temperaturas de ebullición comprendidas entre 250 y 325°C. Los ácidos sulfónico resultante de la sulfonación de tales aril alquilatos tienen normalmente pesos moleculares del orden de 310 a 330
30. aproximadamente.

342844



5. Las sales útiles en el presente invento comprenden los sulfatos de sodio, potasio, amonio y magnesio, cloruros de sodio, potasio, amonio y magnesio y carbonatos de amonio, sodio y potasio. Los carbonatos de magnesio, calcio y litio son insatisfactorios a causa de su limitada solubilidad en agua.

10. La proporción de sal de metal alcalino, alcalinotérreo o de amonio empleada no es un factor crítico. La cantidad mínima es aquella necesaria para resolver o evitar la gelificación. La cantidad máxima queda limitada por el hecho de que las cantidades excesivas de sal no solamente contaminan indebidamente el producto, sino que también frustran su propósito al producir una pasta que, a pesar de ser diferente al gel en carácter, no fluyen o se vierten con facilidad.

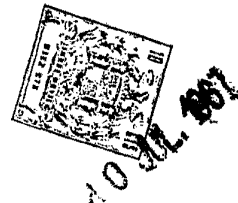
15. La cantidad de sal necesaria se halla comprendida entre un 0,2 y un 9,5% en peso y la cantidad necesaria en cualquier caso particular para producir una lechada fluida que se pueda verter puede determinarse fácilmente con relación a lo expuesto en esta Memoria.

20.

25. Esto se ilustra en los dibujos adjuntos en los que su única figura ilustra el efecto que produce la presencia de proporciones variables de Na_2SO_4 (en porcentaje de peso en la ordenada vertical) sobre el estado físico de las lechadas de alquilbenceno sulfonatos preparados a partir de ácidos alquilbenceno sulfónico según se describe en el Ejemplo 1, en porcentajes diferentes de contenido activo (en el eje horizontal). Se ilustran tres zonas que representan: (I) zona de gel, (II) zona de fluido y (III) zona de pasta.

30.

- 10 -
342844



- Las concentraciones de sulfato sódico en valores de actividad en la zona ABCDEFGH producen geles. Las concentraciones en la zona de la derecha de la línea JK y la prolongación de la misma producen masas pastosas, mientras que las concentraciones comprendidas dentro de la zona situada por encima de la línea BCDEFG y entre las líneas GJK y BL y sus prolongaciones (no ilustradas) en el punto de intersección, producen lechadas o pastas acuosas fluidas que se pueden verter con facilidad. Dentro de la zona de fluido, las concentraciones de la parte inferior de la línea MN se hallan comprendidas dentro de las especificaciones establecidas que exigen un máximo del 1,5% de Na_2SO_4 con un 60% de material activo, y un 1% de Na_2SO_4 con un 40% activo y cantidades mayores o menores correspondientes de Na_2SO_4 con concentraciones de menor o mayor actividad respectivamente.
- 5.
- 10.
- 15.

- Otras sales útiles en nuestro invento demuestran poseer relaciones similares, siendo en general del mismo orden o magnitud las concentraciones mínima y máxima necesarias.
- 20.

- Por consiguiente, al llevar el invento a la práctica, se añade suficiente sal para llevar la relación existente entre actividad y sal dentro de la zona de fluido. Con fines prácticos nosotros preferimos emplear un porcentaje de sal basado en el peso total de la lechada de alquilbenceno sulfonato lineal comprendido entre un 0,8% y un 1,5%, aproximadamente, puesto que es aparente que en estas concentraciones todas las lechadas o pastas acuosas comprendidas en la escala del
- 25.
- 30.

34¹¹-2844



35% al 70% de componente activo son fluidas y se hallan comprendidas dentro de los límites de contenido de sal prescrito normalmente para la lechada con un contenido del 60% activo.

5. Los ejemplos siguientes sirven para ilustrar el invento:

EJEMPLO I

a. Preparación de Ácidos Sulfónico

10. Se convirtió en ácidos sulfónicos un alquilbenceno lineal que tenía un peso medio molecular de aproximadamente 236 ± 5 , y una temperatura de ebullición del orden de 271 a 312°C, cuyas cadenas secundarias de alquilo lineal se componían predominantemente de grupos alquilos de cadena lineal con 11 y 12 átomos de carbono, con mejores proporciones de cadenas secundarias de alquilo con 9, 10, 13 y 14 átomos de carbono y en el que aproximadamente un 27% de alquilbencenos se hallaban presentes como isómeros de 2-fenilo, v.g., un 27% de los alquilbencenos tenía cadenas lineales enlazadas al benceno mediante sus carbonos No. 2, en un aparato de sulfonación de película movable similar al descrito en la patente británica No. 1.007.994, poniendo en contacto el alquilbenceno lineal, que fluía en un delgado chorro anular, con un chorro en forma laminar de una mezcla gaseosa de trióxido de azufre y aire que contenía aproximadamente un 4% de SO₃ en volumen, mientras se mantenían los reactivos a una temperatura comprendida entre 20° y 100°C aproximadamente.

25. Los ácidos sulfónico resultantes arrojaron el análisis siguiente:
- 30.



342844

	<u>Porcentaje</u>
Acido alquilbenceno sulfónico	98,27
H ₂ SO ₄	0,50
Aceite	1,20
5. H ₂ O	0,03

B. Neutralización del Acido sulfónico

Se neutralizó una parte de los ácidos sulfónicos obtenidos en A para producir una lechada "40% activa".

10. Los calculas realizados para preparar la lechada 40% activa se resumen a continuación

	<u>% en peso</u>	<u>Peso LAS (gms) basado en 1 mol de LAS</u>	<u>Moles de NaOH necesarias</u>	<u>Peso (gms) del producto Sólido</u>	<u>Agua de neutralización</u>
15. LAS	98,3	319 ^X	1,00	341(Activo)	18
H ₂ SO ₄	0,5	1,6	0,03	2,3(Na ₂ SO ₄)	0,6
Aceite	1,2	3,9	---	3,9	---
H ₂ O	0,03	---	---	---	---
20. Total	100,0	324,5	1,03	347,2	18,6

^XPeso molecular de LAS (ácido alquilbenceno sulfónico lineal) = 319

25. Para componer una lechada 40% activa el peso total de la lechada es de 850 gms, (341/0,40).

agua para completar = 850 gramos - (347,7 gramos + 18,6 gramos) = 484 gms.

Cáustico necesarios = 1,03 equivalentes ó 41,2 gramos NaOH.

30. Concentración Cuastica = $\frac{41,2}{41,2 + 484} \times 100 = 7,8 \%$.

342844



5. Se preparó la lechada añadiendo lentamente 324,5 partes del ácido sulfónico en 525 partes de una solución de sosa cáustica al 7,8% agitando la mezcla y manteniendo la temperatura de la misma a 50-60°C refrigerandola externamente y regulando la velocidad de adición del ácido sulfónico. Después de haber añadido aproximadamente un 90% de la muestra (291 partes) en la sosa cáustica, la masa de neutralización se convirtió en un gel muy viscoso, con una viscosidad de 30.000 centipoises a 50°C. Se añadió una solución de 1,2 partes de Na_2SO_4 disuelto en 3 partes de agua, a la masa viscosa de neutralización y se agitó en la masa. Al cabo de 10 minutos de agitar la mezcla en presencia del Na_2SO_4 añadido, la masa de neutralización se licuó y tenía una viscosidad de tan solo 2400 centipoises a 50°C.

20. Se completó la neutralización del ácido sulfónico añadiendo las 33 partes restantes de ácido sulfónico a la masa, Se ajustó el pH final a 7-8. La lechada resultante contenía un 40% de sulfonatos alquil sódico lineal, 0,41% de Na_2SO_4 (derivado de la neutralización del H_2SO_4 contenido en los ácidos sulfónicos y el añadido como Na_2SO_4 acuoso), un contenido de aceite del 0,46% y el resto agua.

25. Empleando partes de los ácidos sulfónicos obtenidos en el ejemplo 1 A anterior, se llevaron a cabo neutralizaciones según se describe en el Ejemplo 1B, para producir lechadas neutralizadas con un 35%, 50%, 60%, 65% y 70% de componentes activos respectivamente. En cada caso, se licuó el gel resultante des
- 30.

pués de añadir aproximadamente un 90% de los ácidos sulfónicos a la sosa cáustica, añadiendo a dicho gel suficiente Na_2SO_4 para reducir el gel a una lechada con una viscosidad de 2000-3000 centipoises a 50°C .

5. Por cada porcentaje de concentración activa, se suministraron 1,03 equivalentes de NaOH.

10. En la Tabla I siguiente se expone un resumen de las cantidades de Na_2SO_4 añadidas por cada concentración activa y la viscosidad resultante junto con una indicación del Na_2SO_4 total en la lechada neutralizada y el porcentaje calculado de Na_2SO_4 y el equivalente de H_2SO_4 en el ácido sulfónico. Para completar, se incluyen los resultados del Ejemplo 1 B (40% activo).

15.

T A B L A I

Resumen de Neutralización

Ejemplo No.	% activo	Partes de Na_2SO_4 añadido	Total Na_2SO_4 partes	% en peso Na_2SO_4 total	% H_2SO_4 Equival. en LAS	Viscosidad a 50°C y a 25 RPM Centipoises ^x
20. 1-B-1	35	0,0	2,3	0,24	0,50	1500
1-B-2	40	1,2	3,5	0,41	0,73	1900
1-B-3	50	3,2	5,5	0,81	1,20	2000
1-B-4-	60	2,0	4,3	0,76	0,94	2400
1-B-5-	65	1,0	3,3	0,63	0,71	3600
25. 1-B-6	70	0,0	2,3	0,47	0,50	4800

^xViscosímetro de rotación Brabender Visco-Corder VC-5

Por las columnas de porcentaje de Na_2SO_4 y H_2SO_4 equivalente calculado se verá que éstos valores se hallan bastante por debajo de las especifica-

30.

342844 10 JUN



ciones comerciales de un 1,5% de Na₂SO₄ (1,75% de H₂SO₄ equivalente) establecidas para lechadas 60% activas y se hallan por debajo de los límites correspondientes para lechadas de otros componentes activos aplicados a la figura del dibujo.

5.

C. De una manera similar, se incrementaron las concentraciones de sulfato sódico en las lechadas descritas en la Tabla I hasta que tuvo lugar la formación de "pasta", en la tabla II siguiente se indican los contenidos mínimos de Na₂SO₄ que producen pastas que no se pueden verter, en lechadas con un porcentaje de contenido activo comprendido entre un 35% y un 70%.

10.

contenidos mínimos de Na₂SO₄ que producen pastas que no se pueden verter, en lechadas con un porcentaje de contenido activo comprendido entre un 35% y un 70%.

T A B L A II

15.

Porcentajes de Na₂SO₄ en los que tiene lugar la formación de pasta, y porcentajes superiores, en las lechadas de alquilbenceno sulfonato sódico con un contenido de porcentaje activo variado

20.

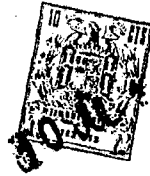
<u>Ejemplo No.</u>	<u>% activo.</u>	<u>% de Na₂SO₄ para producir la pasta</u>
1-C-1	35	9,5
1-C-2	40	8,5
1-C-3	50	6,0
1-C-4	60	3,6
25. 1-C-5	65	2,3
1-C-6	70	1,2
1-C-7	75	0,5

EJEMPLO II

30.

A . Preparación de Acidos Sulfónico

342844



Se convirtió en ácidos sulfónico un al-

5. quibenceno lineal (Ucane-11) que tenía un peso molecular medio de $237 \frac{1}{2} 5$, una temperatura de ebullición entre 260° y 300°C , cuyas cadenas secundarias de alquilo lineal tenían por término medio 11,5 átomos de carbono y en el que aproximadamente el 30% de alquilbencenos se hallaban presentes como isómeros de 2-fenilo, v-g-, 30% de los alquilbencenos tenían cadenas lineales enlazadas al benceno mediante sus carbonos No.2, poniendo en contacto el alquilbenceno con una mezcla gaseosa de un 10% de SO_3 y un 90% de nitrógeno, introduciendo la mezcla gaseosa en el alquilato líquido a 25°C - 50°C en un periodo de aproximadamente una hora.

10. Los ácidos alquilbenceno sulfónico resultantes arrojaban el análisis siguiente:

	<u>Porcentaje</u>
Acidos alquilbenceno sulfónico	97,1
H_2SO_4	0,6
20. Aceite	1,3
H_2O	<u>1,0</u>
	100,0

25. Los ácidos alquilbenceno sulfónico obtenidos se neutralizaron según se ha descrito en el Ejemplo 1, añadiendo 328,5 gramos de los ácidos sulfónicos de una forma gradual en 242 gramos de una solución acuosa al 17,2% de hidróxido sódico, v.g., la cantidad necesaria para proporcionar una solución con un 60% de contenido activo. La mezcla formó un gel

30. viscoso. Este gel contenía el equivalente de aproxima-

3428440 JUL 1961



- damente un 0,51 % de Na_2SO_4 derivado del H_2SO_4 inicialmente presente en los ácidos sulfónicos. A 385 gramos de este gel se añadió 1 gramos de Na_2SO_4 disuelto en 5 ml de agua a aproximadamente 35°C . Esta
5. adición elevó el contenido de Na_2SO_4 a un 0,78% en peso, basado en la cantidad total de ácidos sulfónicos. Se agitó el gel, con lo que se hizo fluido, y tenía una viscosidad aparente de unas 2000 centipoises a 50°C y 25 RPM.
10. A esta solución fluida de alquilbenceno sulfonato sódico se añadieron 185 gramos de agua, v.g., lo suficiente para reducir la lechada a un 40% de material activo. La lechada diluida volvió a convertirse en gel. Al añadir 2 gramos de Na_2SO_4 se produjo
15. una lechada normalmente fluida del 40% de material activo con un contenido de Na_2SO_4 del 0,87% en peso.
- Cuando se llevó a cabo la neutralización según se ha descrito usando una muestra de los anteriores ácidos sulfónicos en los que el contenido de
20. ácido sulfúrico había sido aumentado al 1,0%, no ocurrió gelificación durante la adición de los ácidos sulfónicos a la solución cáustica. La lechada fluida final tenía un 60% de material activo y un contenido de sulfato sódico del 0,78%.
25. EJEMPLO 3
- A una muestra de 350 gramos de ácidos alquilbenceno sulfónico lineal preparados según el
- Ejemplo 1 A anterior, se añadieron 6,8 gramos de ácido sulfúrico al 96%, llevando la concentración
30. de H_2SO_4 de los ácidos sulfónico al 2,3%. La mezcla

- 18 -
342844



5. resultante se neutralizó con 237,5 gramos de una solución de hidróxido sódico acuoso al 19,6% a una lechada del 60% de material activo, dando por resultado una lechada fluida que tenía una viscosidad aparente de 1850 centipoises a 50°C y 25 RPM. El contenido final de Na₂SO₄ era del 1,9% en peso.

El mismo ácido alquilbenceno sulfónico, cuando se neutralizó de la misma forma sin añadir H₂SO₄, dió por resultado un gel viscoso .

10.

EJEMPLO 4

Se neutralizó una muestra de 116 gramos de ácidos alquilbenceno sulfónico preparados a partir del alquilbenceno descrito en el Ejemplo 1 A, y que tenía el siguiente análisis:

15.

	<u>Porcentaje</u>
Acidos alquilbenceno sulfónico	95,5
H ₂ SO ₄	1,2
Aceite	2,3
H ₂ O	<u>1,0</u>

20.

vertiéndola lentamente en 183 gramos de una solución acuosa al 8,3% de NaOH en cantidad suficiente para producir una lechada 40% activa. La lechada resultante era fluida y tenía una viscosidad aparente de 900 centipoises a 50°C y 25 RPM. El contenido de Na₂SO₄ resultante de la neutralización del H₂SO₄ en los ácidos sulfónicos era del 0,61% en peso.

25.

30. Se mezcló una muestra de 332,5 gramos de los mismos ácidos sulfónico con 235,8 gramos de una solución acuosa al 18,1% de NaOH, v.g., una cantidad sufi

342844



ciente para producir una lechada 60% activa. La lechada resultante contenía un 0,92% de Na_2SO_4 derivado del H_2SO_4 en los ácidos sulfónico, era fluida y tenía una viscosidad aparente de aproximadamente 2000 centipoises a 50°C y 25 RPM.

5. La lechada 60% activa obtenida se mezcló con agua suficiente para obtener una lechada con un 40% de material activo. La dilución produjo un gel altamente viscoso que tenía un contenido de Na_2SO_4 del 0,76% en peso. Esto demostraba que un contenido de sulfato sódico del 0,76% era suficiente para mantener la fluidez de la lechada en una concentración de tan solo el 50%. La adición de sulfato sódico rompe el gel y permite una dilución adicional, pero el resultado es que se necesita una cantidad superior a la mínima de Na_2SO_4 para producir una lechada fluida con un 40% de material activo, si dicha lechada se prepara directamente. (vease el dibujo).

EJEMPLO 5

20. Se añadieron lentamente muestras separadas de 162 gramos de ácidos alquilbenceno sulfónico lineal del carácter descrito en el Ejemplo 1 A, en cantidades de solución de hidróxido sódico calculadas para producir lechadas 50% activas con un peso de 340 gramos cuando se neutralizaba toda la muestra.
25. En cada caso, se continuó añadiendo ácido a la solución cáustica hasta el momento de la gelificación, que tenía lugar poco antes de la total neutralización. Se añadieron pequeñas porciones de sales diferentes a cada muestra de gel, disueltas en una pequeña
- 30.



342844

ña cantidad (5-10 ml.) de agua. Se añadió la suficiente sal para licuar el gel. En la tabla siguiente se indican las cantidades de las distintas sales añadidas y el contenido total de sal de la lechada licuada (incluyendo la derivada del contenido del 0,5% de ácido sulfúrico en los ácidos sulfónicos):

TABLA III

Porcentajes de las diversas sales necesarias para proporcionar fluidez en una lechada con un contenido del 50% de material activo y de un 0,34% de Na₂SO₄, preparada a partir de ácidos alquilbenceno sulfónico lineal que contenía un 0,5% de H₂SO₄

10.

Sal Añadida	Gramos iniciales de Na ₂ SO ₄	Gramos de sal añadidos	% total de sales presentes	Viscosidad cps a 50°C
Ninguna	1,1	ninguno	0,34	30.000
Na ₂ SO ₄	1,1	1,6	0,80	2.400
(NH ₄) ₂ CO ₃	1,1	1,3	0,71	2.600
KCl	1,1	1,0	0,61	1.350
MgSO ₄	1,1	1,8	0,85	1.700

15.

EJEMPLO 6

20.

Se neutralizaron ácidos alquilbenceno sulfónico lineal con las características descritas en el Ejemplo 1, con una cantidad de solución de hidróxido sódico calculada para producir una lechada con un 50% de material activo y conteniendo un 3% de hidrotropo de sulfonato de sodio xileno. Después de haber añadido aproximadamente un 99% de los ácidos sulfónico a la solución cáustica, ocurrió una gelificación espesa y no se pudo completar la neutralización.

25.

30.

Al añadir 4 gramos de Na₂SO₄ en 540 gramos

342844



10 JUL 1966

del gel, éste se hizo fluido y se completo la neutralización obteniéndose una lechada fluida.

EJEMPLO 7

5. Se neutralizó una muestra de 167 gramos de ácido alquilbenceno sulfónico que arrojaba el análisis siguiente:

	<u>Porcentaje</u>
Acidos alquilbenceno sulfónico	94,3
H ₂ SO ₄	2,4
10. Aceite libre	2,3
H ₂ O	<u>1,0</u>
	100,0

añadiéndola a una cantidad de solución acuosa de hidróxido sódico calculada para obtener una lechada con un contenido activo del 60%. La lechada resultante, que contenía un 2,1% de Na₂SO₄ derivado del H₂SO₄ existente en los ácidos sulfónico, era fluida y tenía una viscosidad aparente de aproximadamente 3200 centipoises a 50°C y 25 RPM.

20.

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 nº 564.191 de 11 de Julio de 1966, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor,

25.

30.



342844

siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Inven
ción por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO
PARA PREPARAR LECHADAS FLUIDAS DE ALQUILBENCENOSUL
FONATOS LINEALES", caracterizándose por lo siguien
te:

5. 1.- Procedimiento para preparar lechadas fluidas de alquilbencenosulfónatos lineales, con una concentración de sólidos activos del 35 al 70% en peso, caracterizado porque, en una 1ª etapa, se neu
10. traliza ácido alquilbencenosulfónico, preparado mediante sulfonación de alquilbencenos lineales con trióxido de azufre, y en una 2ª y última etapa se añade a la lechada acuosa al menos, un sulfato, un
15. cloruro o un carbonato, soluble en agua, de un metal alcalino, alcalinoterreo o amónico, en una cantidad de 0,2 al 9,5%, preferentemente del 0,8 al 1,5% en peso, basado en el peso total de la lechada.
20. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha sal soluble en agua es sulfato sódico.
25. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se neutraliza con un hidróxido de metal alcalino una mezcla de áci
dos alquilbencenosulfónico lineal en cuya mezcla se añade, antes o durante la neutralización, la citada
sal y/o ácido sulfúrico o clorhídrico.
30. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 2, caracterizado porque se añade, a un gel de los alquilbencenosulfonatos de metal alcalino



342844

10 JUL 1967

lineales, producidos por dicha neutralización, la citada sal.

- 5.- "Procedimiento para preparar lechadas fluidas de alquilbencenosulfonatos lineales", tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria y en los dibujos adjuntos.

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

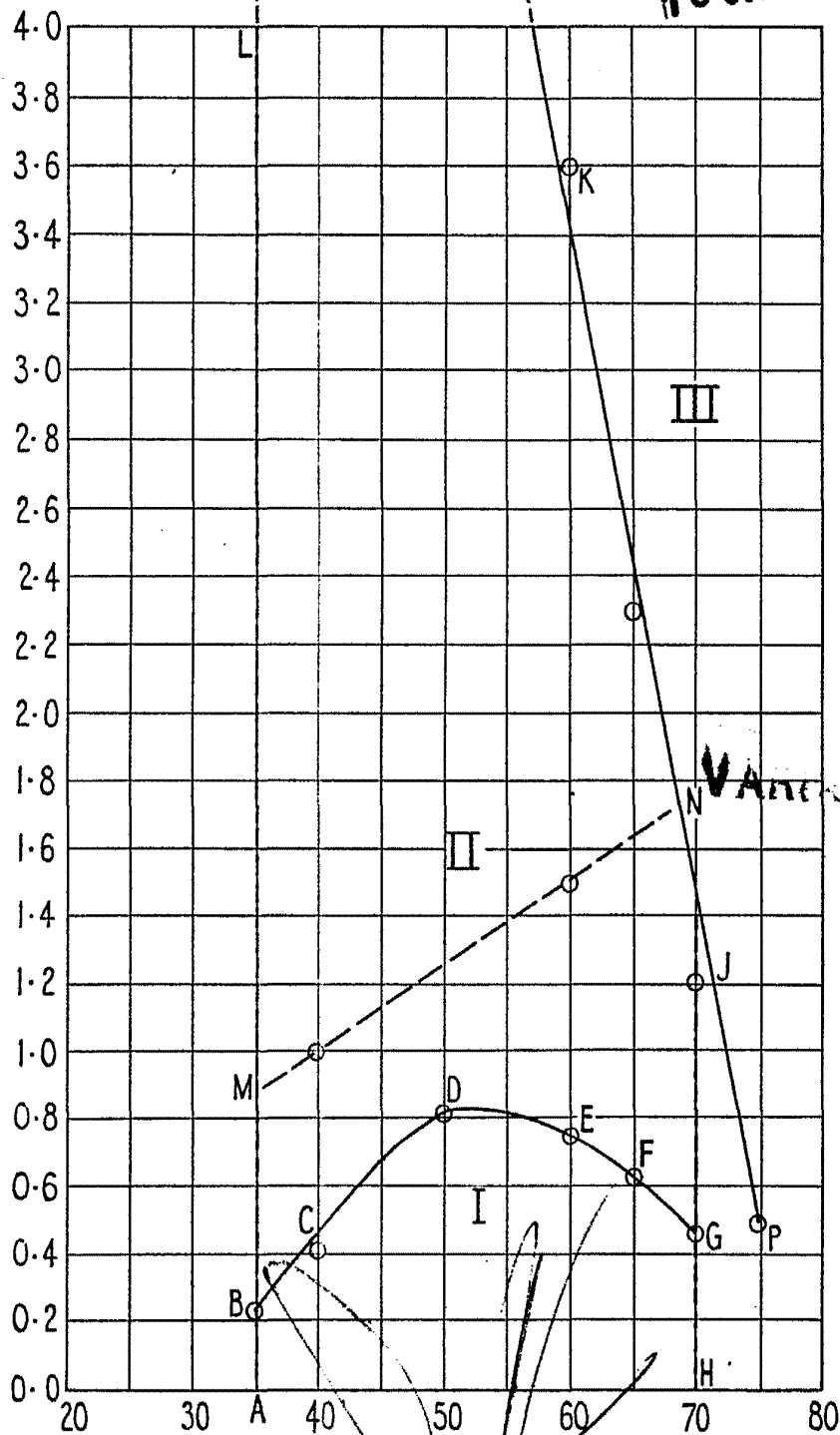
10 JUL 1967

ALLIED CHEMICAL CORPORATION.

J. GOMEZ AGUIRRE
Firmado en Madrid a los...

342844

10 JUL 1967



VARIABLE

[Handwritten signature]

10 JUL 1967

Madrigal ...
... Elmerio ...