

365358

21 MAR.



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>C-07-</u>
SUBCLASE <u>E</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

=====

Correspondiente al registro de Patente de Invención que, por veinte años, se solicita, a favor de la firma TENSIA-SURFAC, S.A., residente en Barcelona, calle de Mallorca,

5.

nº 192 - - - - -

p o r

"NUEVO PROCEDIMIENTO DE FABRICACIÓN DE ESTERES DEL ACIDO FOSFORICO DOTADOS DE PROPIEDADES TENSIOACTIVAS"

=====

10.

La presente Patente de Invención se refiere a un nuevo procedimiento de fabricación de ésteres del ácido fosfórico dotados de propiedades tensioactivas.

15.

Cuando el ácido fosfórico se esterifica mediante hidroxicompuesto que poseen un equilibrio lipófilo-hidrófilo adecuado, se obtienen ésteres ácidos dotados de propiedades tensioactivas. Tambien las sales de estos ácidos

21 MAR



con cationes minerales y orgánicos poseen propiedades tensioactivas.

5. Eligiendo convenientemente el radical orgánico y variando las relaciones radical orgánico/ácido fosfórico y el tipo de catión, pueden obtenerse tensioactivos que, considerados químicamente, son mezclas que pueden contener los siguientes compuestos:

- 1) $RO - PO - (OM)_2$
- 2) $(RO)_2 - PO - (OM)$
10. 3) $(RO)_3 PO$
- 4) $PO - (OM)_3$
- 5) $R - OH$

en donde:

15. R representa un radical alquílico, lineal o ramificado, de 8 a 22 carbonos, o un radical alquilarílico con una cadena alquílica de 1 a 12 carbonos, que pueden contener además una cadena oxialquilénica con un número de grupos de óxido de alquileo comprendido entre 1 y 100.

20. M representa hidrógeno o un catión inorgánico (tal como un metal alcalino o alcalinotérreo, etc.) u orgánico (tal como una amina, diamina, aminoalcohol).

25. En un producto dado, la relación cuantitativa entre los componentes 1/, 2), 3), 4) y 5), depende tanto del procedimiento utilizado en su fabricación como de la mezcla de productos obtenidos por procedimientos diferentes.

Los procedimientos de fabricación que pueden seguirse son:

30. a) Reacción del producto de base R-OH con un ácido polifosfórico de riqueza superior al 105% (expresado en PO_4H). Este procedimiento preconizado por FMC Corporation



da fundamentalmente compuestos ricos en monoéster (RO-PO-(OM) 2), si bien el porcentaje de monoéster depende de la relación molar R-OH/P₂₀₅, que debe ser alto si se desea un elevado contenido en monoéster.

5. b) Reacción del producto de base R-OH con anhídrido fosfórico. Este procedimiento (Patente Belga nº 596967) da fundamentalmente productos ricos en mono y diéster ((RO)-PO - (OM)₂ + (RO)₂ - PO - (OM) de forma que la suma entre ambos representa por lo menos el 80% del total, dependiendo la relación (RO) - PO - (OM)₂/ (RO)₂ - PO - (OM) de la relación molar R - OH/P₂₀₅, que puede oscilar entre 2/1 y 6/1.

15. El procedimiento objeto de la presente patente consiste en hacer reaccionar el producto de base R-OH con fosfato de trietilo en presencia de un catalizador alcalino y eventual saponificación parcial del producto obtenido. Este procedimiento, de propia invención, da fundamentalmente productos que son mezcla de diéster y triéster (RO)₂ -PO - (OM) + (RO)₃ - PO), de forma que la suma de ambos representa por lo menos el 80% del total, dependiendo la relación (RO)₂ - PO - (OM) de la relación molar R - OH (C₂H₅O)₃ - PO.

20. El procedimiento puede llevarse a cabo en un reactor provisto de mecanismo de agitación, entrada de nitrógeno, dispositivo para la alimentación, dispositivo para destilación y para vacío.

25. Como ilustración del procedimiento, se describen a continuación algunos ejemplos prácticos de realización, no limitativos.

30. EJEMPLO 1.-

En un reactor provisto de agitación, entrada N, ca-

21 MAR.



5. lefacción, refrigeración y un sistema para destilar al vacío, se colocan 552 Kgs. dealcohol laúrico con ocho moles de etileno, se añaden 0'25 Kg. de una aleación sodio-potasio líquido y se calienta hasta 60° - 80° C°. Se añade entonces lentamente 73 Kgs. de fosfato trietilo manteniendo la misma temperatura. Terminada la adición se sube paulatinamente la temperatura hasta unos 150° C y al mismo tiempo se hace el vacío, progresivamente, a fin de eliminar el etanol formado y desplazar la reacción.
10. Se deja enfriar la masa a 80° C y se añaden 8 Kgs. de Na OH disueltos en 200 litros de agua y se calienta con agitación hasta lograr una masa homogénea.

EJEMPLO 2.-

15. En un reactor provisto de agitación, entrada N, calefacción, refrigeración y un sistema para destilar al vacío se colocan 396 Kg. de nonilfenol con cuatro moles de óxido de etileno, se añaden 0'20 Kg. de una aleación sodio potasio líquido y se calienta hasta 60° - 80° C. Se añaden entonces lentamente 61 Kg. de fosfato de trietilo manteniendo la misma temperatura. Terminada la adición se sube la temperatura hasta unos 150 C° y al mismo tiempo se hace el vacío a fin de eliminar el etanol formado y desplazar la reacción. Se aumenta el vacío hasta unos 2 - 3 cm. finales.
- 20.

25. Se obtiene así prácticamente fosfato de tri (nonilfenol con cuatro moles óxido de etileno) que se emplea para mezclarlo con fosfatos complejos del mismo producto con objeto de aumentarles el contenido en triester.

30. Los ejemplos citados no son exhaustivos del modo de realización del procedimiento, sinó que pueden modificarse en cuanto a sus detalles secundarios, siempre y cuando el

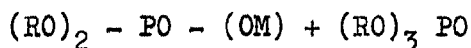


21

modo de operar venga comprendido dentro de las siguientes:

REIVINDICACIONES

5. 1ª.- Nuevo procedimiento para la fabricación de ésteres del ácido fosfórico dotados de propiedades tensoactivas, que poseen la estructura:



10. en donde R representa un radical alquílico, de cadena lineal o ramificada, conteniendo de 8 a 22 átomos de carbono o bien un radical alquilarfílico con una cadena alquílica conteniendo 1 a 12 átomos de carbono, que pueden contener además una cadena oxialquilénica con un número de grupos de óxido de alquileo comprendido entre 1 y 100. M representa hidrógeno o bien un catión inorgánico u orgánico tal como un metal alcalino, alcalinotérreo, una amina, diamina, aminoalcohol y/u otras bases. El procedimiento viene caracterizado por la siguiente sucesión de operaciones.

15. A) Se parte de un hidroxicompuesto R-OH al que se añade preferentemente agitándolo, un catalizador alcalino 0'05 a 2%, de preferencia aleación sodio potasio con 30 - 20. 60% potasio, y se calienta la mezcla a temperatura moderada hasta disolución completa, adicionándole luego lentamente y tambien con agitación si así conviene fosfato de trietilo mientras se calienta a temperatura superior a la del ambiente.

25. B) Terminada la adición, se sube paulatinamente la temperatura comprendida entre 80° a 200° C y al mismo tiempo, se hace el vacío progresivamente para eliminar el alcohol formado y desplazar el equilibrio.

30. C) El producto así obtenido de carácter no iónico es convertido en aniónico según las aplicaciones a que se de-



ba dar al producto, previa saponificación parcial con solución de un hidróxido alcalino, calentando luego hasta lograr una masa homogénea.

2ª.- NUEVO PROCEDIMIENTO DE FABRICACIÓN DE ESTERES DEL ACIDO FOSFORICO DOTADOS DE PROPIEDADES TENSIOACTIVAS.

Según se describe y reivindica en la presente Memoria descriptiva, que consta de seis hojas foliadas y escritas por una sola cara.

Barcelona para Madrid, a veintiuno de Marzo de mil novecientos sesenta y nueve.

P.A.,

Antonio Ariza
P. P.