



371629

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>C 01</u> _____
SUBCLASE <u>b</u> _____

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ACEITES SULFONADOS", a favor de la firma española HOUGHTON HISPANIA, S. A. domiciliada en BARCELONA, P^a Zona Franca, 61-67.

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. El presente invento se refiere a un procedimiento para la preparación de aceites sulfonados destinados al engrase de cueros y pieles. Los aceites sulfatados empleados comúnmente para este fin, se obtienen tratando las materias primas con un exceso de SO_4H_2 , eliminando posteriormente este exceso mediante una decantación. El producto final, contiene el grupo SO_3 unido a través de un puente de oxígeno, por lo que es fácilmente hidrolizable, sobre todo, en medio ácido.



Además, estos aceites sulfatados, presentan un contenido elevado en sales inorgánicas (principalmente formadas por el anion $SO_4^{=}$) lo que provoca su turbidez, sobre todo a temperaturas frías.

5. El objeto de la presente patente de invención, consiste en el empleo del anhídrido sulfúrico como agente de sulfonación, dando lugar a productos con el grupo $-SO_3$ unido directamente a la cadena carbonada, siendo por esta causa mucho más resistente a la hidrólisis ácida. Además, al no emplearse
10. exceso de agente sulfonante, no es necesaria la etapa de decantación, pudiéndose neutralizar directamente y obteniéndose unos productos sulfonados, con un contenido en sales muy inferior al de los aceites sulfatados, manteniéndose límpidos, incluso a temperaturas bajas, pudiendo afirmar de un modo general, que como
15. mínimo conservan el punto de congelación propio del aceite de partida.

- A título de ejemplo, como materias primeras para la obtención de aceites sulfonados, pueden utilizarse cualquier tipo de aceites naturales o sintéticos, tanto del tipo cálido,
20. como el aceite de cachalote, como triglicéridos, como el aceite de pata de buey y bacalao, ácidos grasos, alcoholes grasos y sus éteres y en general cualquier tipo de compuesto graso insaturado, capaz de ser aplicado al engrase de pieles. Son preferibles como materias primas, los productos naturales vegetales
25. o animales, por ser fácilmente asequibles, aunque también se obtienen excelentes resultados, con materias primas de origen sintético y con sus mezclas.

- La sulfonación se lleva a cabo con SO_3 , obtenido bien directamente del SO_3 estabilizado, o a través de oleum caliente
30. El proceso puede ser continuo o discontinuo. El SO_3 reacciona



con la masa, que puede estar diluída con un disolvente inerte, haciéndolo barbotear diluído en aire, nitrógeno u otro gas inerte, en una proporción que oscila entre el 2 y el 20% en volumen, preferiblemente del 6 al 8%.

5. El SO_3 puede también adicionarse, disuelto en dioxano o en otro disolvente inerte,. La sulfonación es conveniente efectuarla en un tiempo máximo de dos horas. La temperatura de sulfonación, será lo más baja posible, compatible con la viscosidad del producto y suele oscilar entre los -10° y los 70° , preferiblemente entre 0 y 30°C , aunque, depende de la materia prima utilizada.

10. La sulfonación, puede llevarse hasta un índice de acidez máximo de 120, según sea el orden del SO_3 adicionado que se quiera y que suele oscilar entre el 2 y el 11%. El índice de acidez, se determina en la muestra emulsionada en agua, una vez llevada a ebullición durante un minuto, con el fin de destruir los anhídridos internos formados en la sulfonación.

15. Como reglas generales, puede afirmarse que se obtendrá un color más claro en el producto final, cuanto más baja haya sido la temperatura del sulfonación, más diluído esté el SO_3 en el gas inerte, más corto el tiempo de sulfonación, más bajo el grado de sulfonación y más enérgica la dispersión del gas en el líquido gracias a una mejor agitación. Ahora bien, hay premisas que entre si, no son compatibles, como por ejemplo
20. la dilución del SO_3 y el tiempo de sulfonación, ya que cuanto más diluído esté, mayor tiempo se tardará en llegar a un grado de sulfonación determinado, para un mismo caudal, encontrándose para este problema, en la mayoría de los casos, como condiciones óptimas, un tiempo de 2 h. y una concentración del 6 - 8% en volumen, aunque esto no quiera decir, que en otras condiciones
- 25.
- 30.



no se pueda obtener y sin que ello suponga ninguna limitación al presente invento.

5. Por lo que se refiere al orden del SO_2 activo, en el producto sulfonado, depende en gran manera del destino y forma de presentación del producto acabado. Se ha observado que, a concentraciones bajas de SO_2 (2-4%) el producto es perfectamente miscible en aceite no sulfonado, e inmisible con el agua, mientras que en concentraciones, altas ocurre exactamente lo contrario.
10. La explicación química de este hecho, se fundamenta en la formación de disulfonados, que se han podido aislar y que empiezan a formarse a partir de una cierta concentración de SO_2 , que depende mucho del aceite de partida utilizado. Así pues, según se requiera que el producto acabado, tenga un cierto contenido en agua, o quiera diluirse con aceite, el método más práctico consiste en la determinación experimental de las zonas de miscibilidad, para lo cual se sugiere la confección de diagramas triangulares: producto sulfonado-aceite-agua, para productos sulfonados, con distintos grados de sulfonación.
15. Evidentemente, estos diagramas habrá que hacerlos para cada tipo de materia prima utilizada. Como agentes de neutralización, pueden emplearse NaOH , KOH , NH_3 , alkanolaminas, aminas alifáticas, cicloalifáticas y aromáticas.
20. Si interesa, puede decolorarse el aceite sulfonado obtenido, mediante H_2O_2 en una proporción del 0,5 al 5%, preferiblemente del 1 al 2% en un medio ligeramente básico (pH 7-9) y a una temperatura superior a los 50°C , preferiblemente entre
25. 60 y 80°C , agitando la masa convenientemente.
- 30.



De esta manera se obtienen los aceites sulfonados, objeto de este invento, actuando como complemento de los aceites sulfatados convencionales y substituyéndolos en muchos casos, pues sus aplicaciones son similares a las de los sulfatados y en muchos casos superiores a ellos, siendo además obtenibles más fácilmente.

5.

El procedimiento de acuerdo con el invento, será ilustrado con referencia a los ejemplos siguientes, sin que éstos limiten el alcance del invento.

10.

Ejemplo 1: En un reactor provisto de una buena agitación, con tubos para la entrada y salida de gases, con un termómetro y enfriado en un baño de hielo y sal, se colocan 200 grs. de aceite de cachalote, sinterizado a 0°C. Índice de iodo 80, índice de saponificación 130. Se hace burbujear a continuación en el seno de la masa, con una buena agitación, una mezcla de SO₃-nitrógeno al 6% en volumen de SO₃, procurando que la temperatura de reacción se mantenga entre los 0 y 10°C. La sulfonación se da por terminada, cuando el índice de acidez del producto ácido, es de 91, con lo que el SO₃ activo resulta ser de 8,1%.

15.

20.

Se neutraliza a continuación, con una solución acuosa de KOH al 40% hasta pH 8. A continuación se añade un 1,5% de H₂O₂ con el fin de decolorarlo y se observa desprendimiento de burbujas; la neutralización y la decoloración conviene efectuarlas a una temperatura de 50-70°C. Se obtiene un aceite sulfonado límpido, que contiene en SO₃ activo de 7,3%; H₂O: 9,4% y un color en la escala Gardner de 10.

25.

30.

Ejemplo 2: Se construyeron los diagramas ternarios: aceite sulfonado, aceite, agua, para aceites sulfonados obtenidos, según el ejemplo 1 y para una mezcla final con las siguien-



tes características : H₂O: 25%; SO₃ : 3,5%.

5. Se llegó a la conclusión de que aceites con un SO₃ inferior a 7% no admitían un 25% de agua dando producto turbio debido a la baja polaridad del aceite sulfonado, mientras que si el SO₃ era superior a 9,5%, no admitían el aceite de dilución, que decantaba al cabo de cierto tiempo, por polaridad alta. Partiendo del aceite sulfonado, obtenido en el ejemplo 1, se obtuvo un aceite para el engrase, con las anteriores características, mezclando: 48 grs. de aceite sulfonado, 20,5 grs. de agua 31,5 grs. de aceite de cachalote.
- 10.

Ejemplo 3: Se procede igual que en el ejemplo 1, pero la sulfonación se detiene cuando el índice de acidez del producto ácido es de 45, neutralizándose con monoetanol amina y obteniéndose un producto con un SO₃ de 2,8% y agua: cero.

15. Ejemplo 4: En el aparato del ejemplo 1, se colocan 200 grs. de aceite de pié de buey, índice de saponificación 195, índice de iodo 90 y se procede a sulfonarlo a una temperatura comprendida entre los 15-20°, con una mezcla de SO₃-aire de un contenido del 8% en volumen de SO₃. Se para la sulfonación cuando el índice de acidez del producto ácido es 103, neutralizando con una solución acuosa de KOH al 40% hasta pH 7. El producto obtenido, se caracteriza por un SO₃ de 7,9 y un agua de 8,2%.
- 20.

25. Ejemplo 5: Se procede igual que en el ejemplo 4, pero neutralizando con trietanolamina y diluyendo con agua al 50%. Concentración final SO₃ : 4,3%.

La presente solicitud, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



N O T A

Descrito el objeto de la presente invención, lo que se declara como nuevo, comprende las reivindicaciones siguientes:

5. 1.- Un procedimiento para la preparación de aceites sulfonados, emulsionables en agua, para el engrase de cueros y pieles, esencialmente caracterizado, por procederse a la sulfonación de cualquier tipo de aceites naturales o sintéticos insaturados, o sus mezclas, mediante anhídrido sulfúrico y por proceder a su neutralización, mediante KOH, NaOH, NH_3 , alkanolaminas, aminas alifáticas, cicloalifáticas o aromáticas.
10. 2.- Un procedimiento, según la reivindicación anterior, esencialmente caracterizado, por proceder a la disolución del anhídrido sulfúrico, mediante aire, nitrógeno u otro gas inerte, en una proporción que oscile entre el 2 y el 20%, en volumen, preferentemente del 6 al 8%.
15. 3.- Un procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, esencialmente caracterizado, por procederse a realizar la reacción, a una temperatura comprendida entre los -10 y los 70°C, pero preferentemente entre los 0 y 30°C.
20. 4.- Un procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, esencialmente caracterizado, por procederse a realizar un progreso de la sulfonación, hasta un índice de acidez de 120.
25. 5.- Un procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, esencialmente caracterizado, por proceder a que el anhídrido sulfúrico activo, del producto sulfonado oscile entre el 2 y el 11%.
30. 6.- Un procedimiento, según la reivindicación 1, esencialmente caracterizado, por procederse a la decoloración del



producto obtenido, mediante agua oxigenada, en una proporción que oscile entre el 0,5 y el 5%, preferentemente entre el 1 y el 2% en un medio ligeramente básico, a un pH 7-9.

5. 7.- Un procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 6, esencialmente caracterizado, por procederse a operar a una temperatura de decoloración, superior a los 50°C, preferentemente entre los 60 y los 80°C.

8.- Un procedimiento para la preparación de aceites sulfonados.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 8 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 18 SET. 1969

p.a.

~~J. ALVAREZ RODRIGUEZ~~

Firmado JOSE RODRIGUEZ