

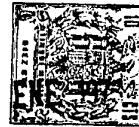
407538

PATENTE DE INVENCION

P&G Case 1790.

Int. Cl.: C07C

-5



407538

Memoria Descriptiva

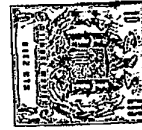
sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN PRODUCTO DE REACCION
ORGANICO SULFONADO SOLUBLE EN AGUA.

Solicitante: THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, entidad norteamericana,
residente en 301 East Sixth Street, Cincinnati, Ohio
45202, EE.UU. de A.

COMPENDIO DE LA INVENCION

Se describe un procedimiento para preparar un pro-
ducto de reacción sulfonado soluble en agua que tiene exoe-
lentes propiedades detergentes, en cuyo procedimiento se uti-
lizan alfa-olefinas como reactante de partida. El procedi-
5.



5. miento comprende, como primera etapa, hacer reaccionar cada mol de alfa-olefina con 1 a 1,25 moles de trióxido de azufre, en un reactor de película, bajo condiciones de proceso de un tiempo de reacción comprendido entre 12 y 50 segundos, una temperatura de 0 a 82,2°C y una presión de 0,56 a 1,4 kg/cm² relativos en la parte superior del reactor. Esta mezcla de reacción se hace reaccionar inmediatamente después con un alcohol inferior y a continuación se neutraliza e hidroliza para producir una composición detergente valiosa.

10.

FUNDAMENTO DE LA INVENCION

Esta invención se relaciona con un procedimiento mejorado para la preparación de un producto de reacción orgánico, sulfonado, soluble en agua, que tiene valiosas propiedades detergentes y que, por lo tanto, es útil como una composición detergente.

15.

A pesar de que los compuestos detergentes sulfonados y los procedimientos para su preparación, ya son conocidos y han sido utilizados durante gran número de años, existe una continua demanda con respecto a la obtención de procesos y productos mejorados. Solamente unos cuantos de los procedimientos conocidos han tenido un éxito completo a la hora de reunir las necesidades o requerimientos rígidos de economía y comportamiento impuestas por la industria jabonera y detergente. Por ejemplo, a pesar de que ciertos procesos de sulfonación reivindican la obtención de productos detergentes de elevada calidad, los mismos son generalmente difíciles de controlar e inordenadamente costosos. Los productos de estas reacciones son con frecuencia caros como resultado de lo cual, dichos procesos no han tenido una amplia aceptación comercial en la industria ya que el factor económico es muy importante. Por otra parte,

20.

25.

30.



5. otros procedimientos, que resuelven al parecer el problema del costo, están sujetos a la objeción de que los mismos producen productos de reacción de una calidad inferior. Otros procedimientos conocidos adicionales poseen limitaciones ya que mientras que ofrecen productos de elevada calidad a un costo razonable, los mismos no pueden aumentarse de escala para satisfacer los requerimientos de la línea de producción de un producto uniforme de elevada calidad.

10. Por consiguiente, constituye el objeto principal de la presente invención proporcionar un procedimiento mejorado para la preparación de un producto de reacción orgánico, sulfonado, soluble en agua, que tiene propiedades detergentes sobresalientes. Otro objeto consiste en proporcionar un procedimiento mejorado que es barato y fácil de llevar a cabo.

15. Otro objeto de la presente invención consiste en proporcionar un procedimiento para la conversión de hidrocarburos alfa-olefínicos en valiosas composiciones detergentes, cuyo proceso puede aumentarse de escala fácilmente a los requerimientos de las factorías, con un mínimo de esfuerzo y sin efecto adverso sobre los factores de coste o sin sacrificar la elevada

20. calidad uniforme del producto de reacción. Otro objeto más de la presente invención consiste en proporcionar un procedimiento continuo y barato para la preparación de un producto de reacción de alfa-olefina sulfonado que tiene valiosas propiedades detergentes. Otros objetos serán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada de la presente invención.

25. Todos los porcentajes utilizados de aquí en adelante se expresan en peso a menos que se especifique lo contrario.

RESUMEN DE LA INVENCION

30. Un procedimiento para la preparación de un producto



de reacción sulfonado soluble en agua, que comprende las etapas de:

5. (a) Hacer reaccionar una alfa-olefina que contiene de 10 a 20 átomos de carbono con trióxido de azufre, en un reactor de película, a una temperatura de 0 a 82,2°C, una presión en la parte superior del reactor de 0,56 a 1,4 kg/cm² relativos, un tiempo de reacción de 12 a 50 segundos, y en donde se hacen reaccionar de 1 a 1,25 moles del trióxido de azufre con cada mol de la alfa-olefina, para producir una mezcla sulfonada.

10. (b) Hacer reaccionar inmediatamente la mezcla sulfonada de la etapa (a) con un alcohol inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono;

15. (c) Neutralizar el producto de la etapa (b) con una solución de álcali; y

20. (d) Hidrolizar el producto de la etapa (c) para obtener el producto de reacción sulfonado soluble en agua que comprende las sales solubles en agua de 40 a 55 % de alqueno-1-sulfonato, de 20 a 40 % de 2-alcoxi-alcano-1-sulfonato en donde el radical alcoxi contiene de 1 a 4 átomos de carbono, de 10 a 20 % de 3- y 4-hidroxi-alcano-1-sulfonato y de 2 a 15 % de alqueno-disulfonato, en donde las cadenas sulfonadas tienen todas ellas de 10 a 20 átomos de carbono.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

25. El proceso de esta invención se traduce en una composición detergente muy eficaz que puede utilizarse per se o como parte de una formulación detergente cargada. En particular, el producto resultante de este nuevo procedimiento con siste esencialmente en 40 a 55 % de una sal soluble en agua

30. de alqueno-1-sulfonato, de 20 a 40 % de una sal soluble en

407538-5 -



- agua de 2-alcoxi-alcano-1-sulfonato en donde el radical alcoxi contiene de 1 a 4 átomos de carbono, de 10 a 20 % de las sales solubles en agua de 3- y 4-hidroxi-alcano-1-sulfonato y de 2 a 15 % de una sal soluble en agua de un alqueno-disulfonato,
5. en donde un radical sulfonato está unido a un átomo de carbono terminal y el otro radical sulfonato está unido a un átomo de carbono separado no más de 3 átomos de carbono del citado átomo de carbono terminal. Todos los compuestos anteriormente mencionados poseen cadenas sulfonadas que contienen de 10 a
10. 20 átomos de carbono. Adicionalmente, el doble enlace alqueno del alqueno-1-sulfonato y alqueno-disulfonato, está distribuido entre el átomo de carbono terminal que tiene unido al mismo el radical sulfonato y el quinto y séptimo átomos de carbono, respectivamente. Una descripción detallada del producto final
15. del procedimiento de esta invención, se describirá de forma más completa a continuación. La solicitud de patente copendiente presentada al mismo tiempo que la presente y que tiene el No. de Serie , titulada "Procedimiento para la obtención de composiciones detergentes" de Herbert C. Smither-
20. man contiene también una descripción de la composición detergente que representa el producto final de esta invención.

La reacción de sulfonación de la presente invención se lleva a cabo en un reactor de película delgada. Ya se conocen diversos procedimientos de sulfonación en película así

25. como aparatos para llevar a cabo dichos procesos. Por ejemplo, la Patente USA No. 3.531.518, Ohren et al, describe un aparato y un procedimiento para la sulfonación en película de un reactante de alfa-olefina.

Si la reacción de sulfonación se lleva a cabo bajo

30. ciertas condiciones especificadas a continuación, se obtendrá



5. una mezcla de reacción que puede convertirse en una composición detergente valiosa. Es decir, si la mezcla de reacción sulfonada se hace reaccionar inmediatamente con un alcohol inferior y a continuación se neutraliza e hidroliza, bajo las condiciones de reacción más adelante descritas, se obtiene una composición detergente que se comporta o bien per se o bien combinada con una sal de carga detergente, como una excelente composición detergente cargada.

10. Más particularmente, en la etapa de sulfonación de la invención, se forma una alfa-olefina en una película delgada fluyente sobre la superficie de intercambio térmico del reactor de película. Esta película se pone en contacto con trióxido de azufre gaseoso para producir una reacción prácticamente completa entre los reactantes y formar una mezcla de reacción que se convierte entonces en un producto detergente deseable.

15. Las alfa-olefinas que se utilizan en el presente procedimiento se derivan de cualquier proceso conveniente, por ejemplo, cracking de ceras, formación de etileno y por deshidratación de alcoholes primarios obtenidos por hidrogenación de ácidos grasos o de sus ésteres, por ejemplo, los obtenidos a partir de aceite de palma, sebo, aceite de coco y aceite de oliva. Ocasionalmente, se presenta la ramificación vinilideno como un subproducto, en ciertos métodos preparativos.

20. La presente invención puede tolerar cantidades de olefinas vinilideno-ramificadas y de olefinas internas, en el material de partida, hasta niveles del 15 % en peso, e incluso más. Aunque estos subproductos no interfieren con la reacción de sulfonación, constituye sin embargo una versión preferida de

25. la presente invención el llevar a cabo la reacción de sulfona-

30.

407538

- 7 -



ción con alfa-olefinas en donde los compuestos vinilideno-ramificados e internos, se mantienen en un nivel mínimo, es decir, por debajo del 10 % en peso.

5. Las alfa-olefinas que pueden emplearse en la presente invención incluyen: 1-deceno, 1-undeceno, 1-dodeceno, 1-trideceno, 1-tetradeceno, 1-pentadeceno, 1-hexadeceno, 1-heptadeceno, 1-octadeceno, 1-nonadeceno y 1-eicoseno. Pueden emplearse también mezclas de estos compuestos.

10. El agente de sulfonación de trióxido de azufre empleado en la presente invención, se utiliza como un reactante gaseoso. Se emplea con un diluyente tal como cualquiera de los materiales inerte generalmente empleados, por ejemplo, nitrógeno, aire, etc. La relación volumétrica de diluyente a trióxido de azufre deberá ser del orden de 10:1 a 100:1, con preferencia de 15:1 a 75:1.

15. Preferiblemente, el agente sulfonante de trióxido de azufre de esta invención no está acomplejado. En la presente invención puede emplearse un reactante de trióxido de azufre acomplejado, pero normalmente se evita debido a la necesidad de eliminar más tarde el agente acomplejante. El fallo a la hora de eliminar los agentes acomplejantes utilizados normalmente, se puede traducir en una composición de detergente que no tiene el comportamiento apropiado. En el caso de que el agente acomplejante particular empleado con el

20. trióxido de azufre no estorbe en el presente procedimiento, ni afecte al comportamiento detergente del producto final o en el caso también de que pueda ser eliminado, pueden utilizarse dichos trióxidos de azufre acomplejados.

25. Las proporciones del agente de sulfonación de trióxido de azufre al material de partida de alfa-olefina,

30.



- empleadas en la realización de la sulfonación, pueden variar entre límites relativamente muy amplios que oscilan desde menos de la cantidad estequiométrica hasta cantidades estequiométricas, hasta un exceso del agente de sulfonación. Sin embargo, se prefiere llevar a cabo la reacción de sulfonación utilizando como mínimo una cantidad estequiométrica de agente de sulfonación. La cantidad molar de agente de sulfonación puede oscilar entre 0 y 25 % y, preferiblemente, entre 10 a 20 % del agente de sulfonación, con respecto a la alfa-olefina. Es decir, la relación molar de trióxido de azufre gaseoso a alfa-olefina, deberá ser de 1,0:1 a 1,25:1. La relación molar preferida es de 1,1:1 a 1,2:1.

- Además de las cantidades respectivas de trióxido de azufre e hidrocarburo olefínico, empleadas, es también importante la velocidad de mezcla del agente de sulfonación gaseoso de trióxido de azufre no acomplejado y la alfa-olefina líquida. Para el procedimiento de sulfonación en película delgada de esta invención, una gama para la adición deberá estar comprendida entre 0,3 y 0,7 kg de trióxido de azufre por kg de olefina líquida, por minuto. Si se utiliza una cantidad menor de la descrita anteriormente, será necesario que la reacción tome un tiempo inordenadamente largo lo cual se traduce en una deterioración del color de la mezcla ácida sulfonada y en la obtención de niveles superiores de olefina de partida sin reaccionar. En el caso de que las cantidades sean superiores a las gamas antes indicadas, la composición del producto de reacción de sulfonación de las olefinas se alterará y el color será adversamente afectado debido a la tendencia a localizarse elevadas concentraciones de trióxido de azufre.

407538 - 9 -



- La temperatura en la cual tiene lugar la reacción de sulfonación depende grandemente de la naturaleza de los reactantes y de los diferentes sistemas de procesado que pueden ser utilizados. Sin embargo, bajo las condiciones ordinarias, las temperaturas de sulfonación pueden oscilar entre 0 y 82,2°C pero con preferencia deberán ser del orden de 7,2 a 37,8°C. A temperaturas inferiores a 0°C, pueden surgir problemas que implican la solidificación de los materiales de partida de alfa-olefina junto con otros problemas que pueden requerir aparatos especiales. Si se deja que la temperatura exceda de 82,2°C se provoca una decoloración y se obtiene un producto de reacción generalmente inferior.
- El periodo de tiempo para realizar la reacción de sulfonación varía en una gama de tiempo relativamente corta. Con el fin de conseguir el equilibrio deseado de componentes en la mezcla de reacción de producto final, el tiempo de reacción en la reacción de sulfonación deberá ser de 12 a 50 segundos, con preferencia de 15 a 30 segundos. Los tiempos de reacción superiores a 50 segundos provocarán la formación de disulfonatos y alqueno-sulfonatos en exceso los cuales afectarán a su vez adversamente a las características de comportamiento de la composición detergente. Un tiempo de reacción inferior a 12 segundos es indeseable ya que se produce un elevado porcentaje de olefinas sin reaccionar en la mezcla de reacción de sulfonación y, como consecuencia, se producen a partir de la misma composiciones detergentes muy pobres.
- Como resultado de realizar la reacción de sulfonación en los tiempos anteriormente especificados y bajo otras condiciones establecidas y procesando a continuación la mezcla de reacción sulfonada en la forma que más abajo se expli-
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

407538

407538

- 10 -



cará, se obtiene una composición que contiene una mezcla de componentes eminentemente satisfactoria como composición de detergente.

5. La presión empleada en la reacción de sulfonación puede variar en una amplia gama. Con preferencia, se utilizan presiones de 0,56 a 1,4 kg/cm² relativos en la parte superior del reactor de película. La presión en el fondo o en el extremo de salida del reactor de película delgada será inferior a la presión anteriormente indicada (siendo dependiente la cantidad de la longitud del reactor, de la temperatura y de las velocidades de flujo de los reactantes). Más preferiblemente, la presión en la parte superior del reactor se mantiene entre 0,56 y 0,98 kg/cm² relativos.
- 10.

15. La mezcla reactante ácida obtenida en el fondo del reactor de película delgada bajo las condiciones de proceso anteriores, se hace descender inmediatamente por otro recipiente de reactor en el cual se pone en contacto con un alcohol inferior, es decir, un alcohol que tiene de 1 a 4 átomos de carbono. Ejemplos de tales alcoholes son metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol e isobutanol. El tiempo comprendido entre la etapa de sulfonación y el contacto con el alcohol es muy crítico para obtener el producto final deseado mediante el proceso de esta invención. Es decir, si transcurren más de 5 segundos entre la sulfonación y el contacto con el alcohol, la composición del producto final consistirá en un exceso de disulfonato y alqueno-sulfonato. Otro inconveniente encontrado cuando el tiempo transcurrido entre la sulfonación y el contacto con el alcohol es superior a 5 segundos aproximadamente, es el hecho de que se obtendrá un producto de color oscuro indeseado. Preferiblemente, deberá
- 20.
- 25.
- 30.



transcurrir un tiempo tan pequeño como sea posible entre el final de la reacción de sulfonación y el contacto inicial con el alcohol inferior. Esto se lleva a cabo de forma más eficaz permitiendo que la mezcla de reacción de sulfonación caiga directamente al interior de una mezcla de reactor que contiene el alcohol inferior.

5. El alcohol inferior y la mezcla ácida sulfonada se dejan reaccionar durante un tiempo que oscila entre 5 y 60 minutos, a 0-65,6°C. Con preferencia, la reacción se efectúa en un tiempo de 15 a 30 minutos a 21,1-40,6°C. Sobre una base molar, la relación de alcohol a mezcla de reacción sulfonada es de 1,5:1 a 20:1. Con preferencia, por cada mol de mezcla de reacción sulfonada están presentes de 8 a 10 moles de alcohol inferior.

10. La mezcla de reacción anterior se neutraliza a continuación mediante la adición de una solución acuosa de álcali. La temperatura de la mezcla de solución de álcali no es crítica puesto que la reacción de neutralización ocurrirá fácilmente en una amplia gama de temperaturas. La solución acuosa de álcali consiste en cualquier compuesto fuertemente básico, tal como hidróxido sódico, potásico y amónico, los correspondientes óxidos, carbonatos, mono-, di-, tri- y tetraetanolamina o hidróxidos de amonio sustituido. Para aquellas personas expertas en la técnica, serán evidentes otras soluciones de álcali. La cantidad de álcali empleado en esta etapa oscila entre 1 y 1,2 moles de álcali por mol de mezcla de reacción.

15. El producto neutralizado se somete entonces a temperaturas de hidrólisis de 21,1 a 177°C con el fin de convertir el producto neutralizado en la composición detergente deseada. Para los fines de esta invención, es suficiente un periodo de



- tiempo comprendido entre 15 minutos y 72 horas, a una presión que oscila entre la atmosférica y $8,4 \text{ kg/cm}^2$ relativos y a las temperaturas antes indicadas. Con preferencia, el producto de la etapa de neutralización se hidroliza a una temperatura que oscila entre 93 y 149°C durante un tiempo de 15 a 20 minutos.
5. Preferiblemente, se utiliza en la etapa de hidrólisis una presión del orden de 7 a $8,4 \text{ kg/cm}^2$ relativos bajo las condiciones preferidas de temperatura y tiempo anteriormente indicadas. El fallo en la realización de la anterior etapa de hidrólisis
10. se traduce en una composición que posee propiedades detergentes inferiores.
- Como resultado del proceso anterior, se obtiene una composición detergente muy excelente. Manteniendo las condiciones de proceso anteriores se obtiene una composición detergente de la siguiente formulación:
15. (a) de 40 a 55 % de una sal soluble en agua de alqueno-1-sulfonato que contiene de 10 a 20 átomos de carbono en donde el doble enlace alqueno está distribuido entre el átomo de carbono terminal que tiene unido al mismo al radical sulfonato
20. y el quinto átomo de carbono;
- (b) de 20 a 40 % de una sal soluble en agua de 2-alcoxi-alcano-1-sulfonato que contiene de 10 a 20 átomos de carbono en la cadena alcano y de 1 a 4 átomos de carbono en el radical alcoxi;
25. (c) de 10 a 20 % de las sales solubles en agua de 3- y 4-hidroxi-alcano-1-sulfonato que contiene de 10 a 20 átomos de carbono; y
- (d) de 2 a 15 % de una sal soluble en agua de alqueno-disulfonato en donde el compuesto tiene de 10 a 20 átomos de
30. carbono, un radical sulfonato unido a un átomo de carbono ter-



5. minal y el otro grupo sulfonato unido a un átomo de carbono separado no más de 3 átomos de carbono de dicho átomo de carbono terminal y estando distribuido el doble enlace alqueno entre dicho átomo de carbono terminal y el séptimo átomo de carbono.
- Ejemplos de cationes que forman las sales solubles en agua son los metales alcalinos, por ejemplo, compuestos de sodio y potasio, amonio y amonio sustituido, por ejemplo, compuestos de trialquilamonio y trialquilolamonio. Ejemplos específicos de amonio sustituidos son mono-, di-, tri- y tetraetilamonio, mono-, di-, tri- y tetrametilamonio y mono-, di-, tri- y tetraetanolamonio.
10. Los siguientes ejemplos son ilustrativos del procedimiento de la presente invención.
15. EJEMPLO 1
- Una alfa-olefina que tiene una longitud de media de cadena de carbono de 16 átomos de carbono, se alimenta a un reactor de película, a una velocidad de 0,22 kg por minuto. El reactor de película tiene una longitud de 1,8 metros y un
20. diámetro interno de 22,8 mm. A través de una camisa de agua que rodea el reactor, se pasa agua de refrigeración que tiene una temperatura de entrada de 6,1°C aproximadamente y una temperatura de salida de 7,2°C aproximadamente. Se pasa al
25. interior del reactor una mezcla de trióxido de azufre y aire (5 % de trióxido de azufre, sobre una base volumétrica) en una proporción, sobre una base de trióxido de azufre, de 0,08 kg por minuto. Esto representa una relación molar de trióxido de azufre a olefina de 1,08:1 aproximadamente. Las presiones en el reactor, a la entrada y a la salida, son de 0,84 y 0,26
30. kg/cm² relativos, respectivamente. El tiempo de residencia de



- los reactantes en el reactor de película es de 20 segundos aproximadamente. Se sulfona aproximadamente un 96 % de la olefina. La mezcla sulfonada se hace caer directamente desde el reactor de película a un separador gas/líquido para eliminar el exceso de trióxido de azufre y aire. El separador gas/líquido se dota con una cantidad de metanol en su porción inferior. El tiempo transcurrido para transportar la mezcla sulfonada desde el reactor de película hasta el contacto con el metanol es de 2 segundos aproximadamente. Se añaden al separador
5. 0,25 kg por minuto de metanol, correspondiente a una relación de metanol a mezcla de reacción sulfonada de 8:1 aproximadamente, sobre una base molar. La mezcla resultante se deja reaccionar durante 30 minutos aproximadamente a 43,3°C. A continuación, el producto de reacción de sulfonato-metanol se neutraliza con hidróxido sódico en una base molar de 1,1 moles de hidróxido sódico por mol de sulfonato reaccionado. La neutralización se lleva a cabo a una temperatura de alrededor de 62,2°C.
10. El producto neutralizado se envía a continuación a un hidrolizador en donde, bajo las condiciones de una temperatura de 110°C, una presión de 7,84 kg/cm² relativos y un tiempo de 17 minutos, se obtiene una pasta que contiene la composición detergente de esta invención. La pasta de este procedimiento contiene aproximadamente 33,5 % en peso de composición detergente. Esta composición detergente contenía, una vez analizada, sobre una base en peso, 48 % de hexadeceno-1-sulfonato de sodio, 34 % de 2-metoxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, 11 % de 3- y 4-hidroxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, aproximadamente 5 % de hexadeceno-disulfonato de sodio, estando constituido el resto por sulfato sódico y metilsulfato sódico.
- 15.
- 20.
- 25.

407538



EJEMPLO 2

5. Se repite el procedimiento del ejemplo 1 con la excepción de que (1) la sulfonación se realiza en un reactor de película de 2,7 metros que tiene una presión en la parte superior y en el fondo del reactor de 0,56 y 0 kg/cm² relativos, respectivamente, y un tiempo de reacción de aproximadamente 28 segundos y (2) la hidrólisis se efectúa a presión atmosférica durante 2 horas aproximadamente a unos 65,6°C. Se convierten un 87 % de las olefinas aproximadamente. La composición
10. final contiene, aproximadamente, 50 % de hexadeceno-1-sulfonato de sodio, 23 % de 2-metoxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, 19 % de 3- y 4-hidroxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, 6 % de hexadeceno-disulfonato de sodio estando constituido el resto por sulfato sódico y metilsulfato sódico.

15. EJEMPLO 3

- Se repite el ejemplo 1 con la excepción de que las temperaturas de reacción empleadas en las reacciones de sulfonación y con metanol, son de 37,8 y 21,1°C, respectivamente. Se sulfonaron un 97 % aproximadamente de las olefinas. La composición final contenía, aproximadamente, 51 % de hexadeceno-1-sulfonato de sodio, 26 % de 2-metoxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, 18 % de 3- y 4-hidroxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, 3 % de hexadeceno-disulfonato de sodio, estando constituido el resto por sulfonato sódico y metilsulfato sódico.
- 20.

25. EJEMPLO 4

- Se repite el ejemplo 1 excepto que la reacción de sulfonación se realiza a 60°C y la reacción con metanol a 21,1°C. Se sulfonan un 96 % aproximadamente de las olefinas. La composición del producto final es como sigue: 47 % de
30. hexadeceno-1-sulfonato de sodio, 35 % de 2-metoxi-hexadecano-



1-sulfonato de sodio, 15 % de 3- y 4-hidroxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, 2 % de hexadecano-1-disulfonato de sodio, estando constituido el resto por sulfato sódico y metilsulfato sódico.

5.

EJEMPLO 5

Se repite el proceso del ejemplo 4 con la excepción de que la reacción con metanol se efectúa a 0°C. La composición final contiene 47 % de hexadeceno-1-sulfonato de sodio, 37 % de 2-metoxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, 13 % de 3- y 4-hidroxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, 2 % de hexadeceno-disulfonato de sodio y el resto es sulfato sódico y metilsulfato sódico.

10.

EJEMPLO 6

Se repite el ejemplo 1 incrementando la relación de trióxido de azufre a olefina hasta 1,22:1 y manteniendo constantes los otros parámetros, obteniéndose la siguiente composición detergente: aproximadamente 46 % de hexadeceno-1-sulfonato de sodio; aproximadamente 26 % de 2-metoxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio; aproximadamente 16 % de 3- y 4-hidroxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio; aproximadamente 11 % de hexadeceno-disulfonato de sodio; y comprendiendo el resto impurezas menores.

15.

20.

EJEMPLO 7

Se sulfona una alfa-olefina que tiene una longitud media de cadena carbonada de 12,8 átomos de carbono, de la misma forma esencialmente que la olefina del ejemplo 1. La diferencia en los procesos, además de la alfa-olefina diferente, reside en que en este proceso, la mezcla de trióxido de azufre y aire se pasa al interior del reactor a la velocidad, sobre una base de trióxido de azufre, de 0,1 kg por minuto. Esto re-

25.

30.

407538

- 17 -



5. presenta una relación molar de trióxido de azufre a olefina de 1,05:1 aproximadamente. La distribución de producto obtenida era la siguiente: 46 % de trideceno-1-sulfonato de sodio, 20 % de 2-metoxi-tridecano-1-sulfonato de sodio, 17 % de 3- y 4-hidroxi-tridecano-1-sulfonato de sodio, 14 % de trideceno-disulfonato de sodio, y comprendiendo el resto sulfato sódico y metilsulfato sódico.

EJEMPLO 8

10. Se lleva a cabo un proceso similar al del ejemplo 1 con la excepción de que se hace reaccionar una relación molar 1:1 de trióxido de azufre a olefina, a una temperatura de 102°C aproximadamente. La presión en la parte superior e inferior del reactor de película es de 0,98 kg/cm² relativos aproximadamente y de 0,63 kg/cm² relativos aproximadamente, respectivamente.

15. Se sulfona un 91 % de la olefina. La composición resultante contiene los siguientes componentes y porcentajes: 48 % de hexadeceno-1-sulfonato de sodio, 36 % de 2-metoxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, 12 % de 3- y 4-hidroxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio y 4 % de hexadeceno-disulfonato de sodio.

EJEMPLO 9

20. Se repite de nuevo prácticamente el ejemplo 1. Esta vez se emplea una relación molar 1:1 de trióxido de azufre a olefina, a una temperatura de 37,8°C, durante 35 segundos. Se sulfona un 97 % de la olefina. La composición final contiene

25. los siguientes porcentajes de componentes: 46 % de hexadeceno-1-sulfonato de sodio, 34 % de 2-metoxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, 14 % de 3- y 4-hidroxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, 4 % de hexadeceno-disulfonato de sodio y estando constituido el resto por sulfato sódico y metilsulfato sódico.

EJEMPLO 10

5. Cuando se repite el ejemplo 1 empleando etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol o isobutanol en lugar del metanol, sobre la misma base molar, se obtiene practicamente la misma distribución de producto de hexadecano-1-sulfonato de sodio, 2-alcoxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio, 3- y 4-hidroxi-hexadecano-1-sulfonato de sodio y hexadecano-disulfonato de sodio.

10. Los productos de reacción obtenidos según el procedimiento descrito y ejemplificado anteriormente, son muy útiles como composiciones detergentes. Dichos productos pueden formularse facilmente en composiciones detergentes no cargadas, ligeramente cargadas, medianamente cargadas y fuertemente cargadas. Tal como se utiliza en esta Memoria, las formulaciones detergentes cargadas se refieren a aquellas composiciones que contienen un detergente y cualquiera de la gran cantidad de compuestos de carga conocidos. Dichos compuestos de carga pueden ser sales de carga alcalinas, inorgánicas, solubles en agua, sales de carga alcalinas, orgánicas, solubles en agua

15. o mezclas de las anteriores.

20.

Las composiciones ligera y medianamente cargadas son especialmente útiles para las formulaciones de lavado a mano y otras composiciones preparadas especificamente para el lavado a mano de géneros delicados, tales como sedas, algodones, lanas, y otros así como materiales textiles sintéticos, tales como nylon o similares.

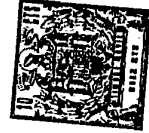
25.

Las formulaciones fuertemente cargadas son especialmente útiles para el lavado de géneros muy sucios. Las composiciones cargadas descritas anteriormente pueden tener la forma de composiciones líquidas incorporando también un vehículo

30.

407538

- 19 -



acuoso, o composiciones sólidas tales como gránulos secados por aspersión, polvos, escamas y tabletas.

N O T A

=====

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse 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. de Ser. 188.590 de 12 de octubre de 1971, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN PRODUCTO DE REACCION ORGANICO SULFONADO SOLUBLE EN AGUA; caracterizándose por lo siguiente:
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- 1.- Procedimiento para preparar un producto de reacción orgánico sulfonado soluble en agua, caracterizado porque comprende las etapas de (a) reaccionar una alfa-olefina que contiene de 10 a 20 átomos de carbono con trióxido de azufre, en un reactor de película, a una temperatura de 0 a 82,2°C, una presión en la parte superior del reactor de 0,56 a 1,4 kg/cm² y un tiempo de reacción de 12 a 50 segundos, y en cuya etapa se hacen reaccionar de 1 a 1,25 moles de trióxido de azufre con cada mol de la alfa-olefina, para producir una mezcla sulfonada; (b) reaccionar inmediatamente la mezcla sulfonada de la etapa (a) con un alcohol inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono; (c) neutralizar el producto de la etapa (b) con una solución de álcali; y (d) hidrolizar el producto de la etapa (c) para obtener el producto de reacción
- m/e*



407538

5. sulfonado, soluble en agua, que comprende las sales solubles en agua de 40 a 55 % de alqueno-1-sulfonato, de 20 a 40 % de 2-alcoxi-alcano-1-sulfonato en donde el radical alcoxi contiene de 1 a 4 átomos de carbono, de 10 a 20 % de 3- y 4-hidroxi-alcano-1-sulfonato, y de 2 a 15 % de alqueno-disulfonatos, teniendo todas las cadenas sulfonadas de 10 a 20 átomos de carbono.

10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla sulfonada de la etapa (a) se hace reaccionar con un alcohol inferior, en el espacio de 5 segundos.

15. 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el trióxido de azufre se mezcla con un gas inerte en una relación volumétrica de gas inerte a trióxido de azufre de 10:1 a 100:1.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el trióxido de azufre no está acomplejado.

20. 5.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque se añaden de 0,3 a 0,7 kg de trióxido de azufre por cada kg de alfa-olefina, por minuto.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la mezcla sulfonada de la etapa (a) se hace reaccionar con el alcohol en un tiempo que va de 5 a 60 minutos, a una temperatura de 0 a 65,6°C.

25. 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque se hacen reaccionar de 1,5 a 20 moles de alcohol con cada mol de la mezcla sulfonada de la etapa (a).

30. 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el producto de la etapa (c) se hidroliza a una temperatura de 21,1 a 177°C y a una presión que oscila en-

ME

407538

- 21 -



- 5 ENE 1973

tre la atmosférica y $8,4 \text{ kg/cm}^2$, durante un tiempo comprendido entre 15 minutos y 72 horas.

5. 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la alfa-olefina contiene de 14 a 18 átomos de carbono.

10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque la mezcla sulfonada de la etapa (a) se hace reaccionar con alcohol metílico o etílico.

10. 11.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque se hace reaccionar de 1,1 a 1,2 moles de trióxido de azufre sin acomplejar con cada mol de la alfa-olefina.

15. 12.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque la reacción de sulfonación de la etapa (a) se realiza a una temperatura de $7,2$ a $37,8^\circ\text{C}$ durante un tiempo comprendido entre 15 y 30 segundos.

13.- Procedimiento para preparar un producto de reacción orgánico sulfonado soluble en agua, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

20. Esta Memoria consta de 21 hojas escritas a máquina por una sola cara.

- 5 ENE 1973

Madrid,

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. p. Firmado: L. Gota Ferozades

mlc