

Y/Ref: Case 4904

O/REF: OG. 24.493.-MI

412786



PATENTE DE INVENCION

**ANULADO**  
PROHIBIDA LA EXPOSICION Y CERTIFICACION MULTIPLE  
Y LA EXPOSICION Y CERTIFICACION MULTIPLE  
COPIAS Y EXPOSICION Y CERTIFICACION MULTIPLE

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre

" PROCEDIMIENTO DE PRODUCCION DE SULFONATOS METALICOS ANIONICOS SOLUBLES EN ACEITES "

Solicitante: La Compañía norteamericana: CONTINENTAL OIL COMPANY, domiciliada en 1000 South Pine Street, PONCA CITY, Oklahoma (U. S. A.).

Inventor: Don Roy C. Sias.

412786



Extracto de la descripción

Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, en el que se reacciona un anhídrido de ácido metálico aniónico o su correspondiente hidrato con un ácido sulfónico soluble en aceites y un compuesto poliamino para producir el deseado sulfonato metálico. El constitutivo metálico del anhídrido del ácido metálico aniónico se selecciona entre el grupo consistente en silicio, molibdeno, vanadio, arsénico, fósforo, selenio, boro y telurio.

Esta invención se relaciona con sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites. En un aspecto, la invención se relaciona con sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites en los que el constitutivo metálico es seleccionado entre silicio, molibdeno, vanadio, fósforo, arsénico, selenio, boro y telurio. En otro aspecto, la presente invención se relaciona con un procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, a partir de anhídridos ácidos de silicio, fósforo, molibdeno, vanadio, arsénico, selenio, boro y telurio, y ácidos sulfónicos solubles en aceites y compuestos poliaminos.

En los años recientes se ha descubierto la posibilidad de preparar materiales superiores para equipo espectrográfico a partir de sulfonatos metálicos solubles en aceites y dispersiones metálicas en tales sulfonatos mediante disolución de estas materias en cantidades predeterminadas en un adecuado disolvente. Tales materiales han mostrado una indefinida duración en almacenamiento, pudiéndose efectuar cualquier combinación de metales sin precipitación de los constitutivos metálicos.



Además, las dispersiones que contienen ciertos sulfonatos metálicos solubles en aceites han adquirido considerable importancia como aditivos en combustibles y aceites lubricantes. Tales dispersiones han resultado ser altamente útiles como aditivos para otros materiales cuando se tropieza con el problema de suspender materiales residuales insolubles formados en la utilización del material, así como con el problema de la inhibición de la corrosión. Cuando se emplean los sulfonatos metálicos solubles en aceites como aditivos para uso en composiciones lubricantes destinadas a motores de combustión interna, tales agentes funcionan dispersando o peptizando eficazmente las materias insolubles formadas por el quemado del combustible, oxidación de aceites o condiciones similares producidas durante el funcionamiento del motor.

Así, aunque es un hecho establecido y reconocido el uso de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, han surgido problemas en la producción de tales sulfonatos de ciertos metales, como molibdeno, arsénico y vanadio. Por consiguiente, se ha reconocido durante mucho tiempo la necesidad de un perfeccionado procedimiento para la producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites a partir de compuestos químicos fácilmente obtenibles, siendo a tal procedimiento a lo que se dirige la presente invención.

Un objeto de esta invención es proporcionar un perfeccionado procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites. Otro objeto es la provisión de un método económico, fiable y eficiente de preparación de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en



aceites a partir de compuestos químicos fácilmente obtenibles.

Otro objeto es el de proporcionar un método perfeccionado de preparación de dichos sulfonatos de silicio, 5. molibdeno, vanadio, fósforo, arsénico, selenio, boro y telururo, que sean adecuados como patrones analíticos al tiempo que ofrecen una fuente soluble en aceites de dichos metales.

Estos y otros objetos, ventajas y aspectos de la 10. presente invención resultarán evidentes para los expertos en la materia tras la lectura de la siguiente descripción detallada.

De acuerdo con la presente invención, he descubierto un procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, en el que el constitutivo metálico es seleccionado entre silicio, molibdeno, 15. vanadio, fósforo, arsénico, selenio, boro y telururo y que comprende el mezclado de un compuesto anhídrido ácido de dichos metales con un ácido sulfónico soluble en aceites 20. y un compuesto poliamino; y el calentamiento de la resultante mezcla a su temperatura de reflujo durante un período de tiempo efectivo para permitir la formación del sulfonato metálico soluble en aceites.

De acuerdo también con la invención, he observado la conveniencia de que el anhídrido ácido y el ácido sulfónico mencionados se hallen presentes en una proporción estequiométrica del orden de 10:1 a 1:20 aproximada- 25. y respectivamente con dicho compuesto poliamino. Puede incorporarse un disolvente inerte volátil en el ácido sulfónico soluble en aceites para reducir la viscosidad del 30.



mismo facilitar el mezclado del sulfonato soluble en aceites con el anhídrido ácido y el compuesto poliamino mencionados.

5. Los sulfonatos metálicos solubles en aceites han sido reconocidos como deseables patrones analíticos, así como aditivos solubles en aceites para combustibles y lubricantes. Sin embargo, han surgido problemas en la producción de dichos sulfonatos, tales como los de molibdeno, arsénico y vanadio.

10. He ha descubierto ahora que dichos sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites de silicio, molibdeno, vanadio, fósforo, arsénico, selenio, boro y telurio pueden prepararse fácilmente mediante reacción de un compuesto anhídrido ácido de uno de dichos metales con un ácido sulfónico soluble en aceites y un compuesto poliamino a elevadas temperaturas durante un período de tiempo efectivo para permitir que el citado compuesto anhídrido ácido reaccione con el referido ácido sulfónico soluble en aceites y el mencionado compuesto poliamino para producir el deseado sulfonato metálico aniónico soluble en aceites.

20. La presente invención puede ponerse en práctica como procedimiento por cargas o como procedimiento continuo. Sin embargo, a efectos de simplificación, el procedimiento de la presente invención se describirá como procedimiento a efectuar por cargas.

25. El anhídrido de ácido metálico, el compuesto poliamino y el ácido sulfónico soluble en aceites se cargan en un recipiente de reacción equipado con medios de calentamiento, un medio agitador y un medio refluente. En general, es deseable introducir una cantidad efectiva de un disolvente

30.



- volátil inerte en la mezcla de reacción para reducir la viscosidad del ácido sulfónico soluble en aceites, facilitando así el mezclado y el contacto entre los reactivos. La cantidad empleada de disolvente volátil inerte puede variar ampliamente, dependiendo de la viscosidad del particular ácido sulfónico soluble en aceites utilizado, así como de la viscosidad deseada en la mezcla de reacción, pero generalmente será del orden comprendido entre el 5 y el 75% en peso, basado en el de la mezcla de reacción. La cantidad de los reactivos puede variar ampliamente; sin embargo, el anhídrido de ácido metálico y el ácido sulfónico deberán hallarse presentes en una proporción estequiométrica con el compuesto poliamino. En general, el anhídrido ácido y el ácido sulfónico deberán estar presentes en una proporción estequiométrica del orden de 10:1 a 1:20 aproximada y respectivamente.
- 5.
  - 10.
  - 15.

- Es importante en la realización de la presente invención que se emplee una suficiente cantidad de ácido sulfónico para neutralizar por lo menos un grupo amino del compuesto poliamino y que se utilice suficiente anhídrido ácido para reaccionar con el restante grupo o grupos aminos del compuesto poliamino. Puede observarse con ciertos compuestos poliaminos que, para mantener una adecuada solubilidad en aceites, deberá emplearse suficiente ácido sulfónico para neutralizar dos grupos aminos del compuesto poliamino, aunque deberá dejarse disponible por lo menos un grupo amino de dicho compuesto para su reacción con el anhídrido ácido.
- 20.
  - 25.

- Una vez introducidos los reactivos en el recipiente de reacción, aquéllos son minuciosamente agitados y se calienta la mezcla en reacción a su temperatura de reflujo,
- 30.



que será generalmente del orden de 60 a 125°C. Cuando la mezcla en reacción alcanza su temperatura de reflujo, se mantiene a tal temperatura bajo condiciones de reflujo durante un período efectivo de tiempo para permitir que los reactivos reaccionen y formen el deseado sulfonato metálico aniónico soluble en aceites. El tiempo de reflujo de la mezcla de reacción puede variar ampliamente, pero en general oscilará entre 0,5 y 12 horas aproximadamente. Con frecuencia es deseable introducir en la mezcla, antes de que la misma refluya, del 5 al 75% en peso aproximadamente de agua, basado en el ácido sulfónico. Además, se ha observado también la conveniencia de introducir en la mezcla, antes de su reflujo, del 50 al 300% en peso de un alcohol de elevada ebullición, basado en el ácido sulfónico. En la realización de la presente invención, en ciertos casos será deseable emplear dos o más operaciones de reflujo a temperaturas graduadas.

Una vez llevadas a cabo dichas operaciones de reflujo, se desprovee a la mezcla de sus componentes volátiles. Puede emplearse cualquier método adecuado para separar tales componentes volátiles, tales como calentamiento de la mezcla a una temperatura de 125 a 175°C. En cualquier momento conveniente, tal como durante el período de reflujo, se introduce del 10 al 300% en peso aproximadamente de un componente vehículo orgánico no volátil (basado en el ácido sulfónico). El material volátil residual se separa por cualquier medio adecuado, tal como destilación en vacío o destilación de dicha mezcla con un gas tal como nitrógeno, dióxido de carbono, aire y similares, durante un período de tiempo comprendido entre 0,2 y 6 horas. El producto destilado



se clarifica normalmente por filtración del mismo a través de un absorbente inerte deseable, tal como alúmina, tierra de diatomeas, piedra pómez y similares.

- El término "anhídrido de ácido metálico", tal como aquí se emplea, debe entenderse como inclusivo de la correspondiente forma hidratada de los anhídridos de ácidos metálicos que sean adecuados para uso en la presente invención. Los anhídridos de ácidos metálicos que pueden emplearse en la producción de los sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites de esta invención pueden ser cualquier adecuado anhídrido ácido de silicio, molibdeno, vanadio, fósforo, arsénico, selenio, boro y telurio y sus correspondientes hidratos. Ejemplos de tales anhídridos ácidos incluyen al  $As_2O_5$ ,  $MoO_3$ ,  $SiO_2$ ,  $3SiO_2 \cdot H_2O$ ,  $SiO_3H_2$ ,  $SiO_4H_4$ ,  $V_2O_5$ ,  $VO_3H$ ,  $P_2O_5$ ,  $P_2O_4$ ,  $P_2O_3$ ,  $PO_4H_3$ ,  $SeO_2$ ,  $SeO_3H_2$ ,  $BO_3H_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $TeO_4H_2$  y similares. Se han obtenido resultados especialmente deseables en los que el anhídrido de ácido metálico es anhídrido de ácido arsénico ( $As_2O_5$ ). Además, pueden emplearse mezclas de varios anhídridos de ácidos metálicos.

- Adecuados ácidos sulfónicos hidrocarburos solubles en aceites incluyen al ácido alcano-sulfónico, ácido sulfónico aromático, ácido alcaril-sulfónico, ácido aralquil-sulfónico y los ácidos sulfónicos naturales caoba de petróleo. Estos últimos incluyen cualquiera de aquellos materiales que pueden obtenerse mediante tratamiento con ácido sulfúrico humeante o concentrado de fracciones de petróleo, particularmente los destilados de aceites lubricantes de superior ebullición y los destilados de aceite blanco. Los ácidos sulfónicos caoba de superior peso molecular solubles en aceites de petróleo son compuestos de anillos condensados, cuyos anillos pueden ser de naturaleza aromática o hidroaromática.



En estos ácidos sulfónicos caoba pueden hallarse presentes sustitutivos alquílicos y/o cicloalquílicos.

- El término "ácidos sulfónicos solubles en aceites", tal como aquí se emplea, se refiere a aquellos materiales en
5. los que la porción hidrocarburo de la molécula tiene un peso molecular del orden de 300 a 1000 aproximadamente. Preferiblemente, este peso molecular será del orden aproximado de 370 a 700. Estos ácidos sulfónicos solubles en aceites pueden ser ácidos sulfónicos sintéticos o los denominados ácidos sulfónicos caoba o naturales. El término "ácido sulfónico caoba" se considera perfectamente inteligible, por haber sido ampliamente descrito en la literatura. El término "ácidos sulfónicos sintéticos" se refiere a aquellos materiales
  10. que se preparan por sulfonación de materiales de alimentación hidrocarburos que son preparados sintéticamente. Los ácidos sulfónicos sintéticos pueden derivar de hidrocarburos alquílicos o alcarílicos. Además, pueden derivar de hidrocarburos dotados de grupos cicloalquílicos (es decir, nafténicos) en las cadenas laterales fijadas al anillo ben-
  15. cénico. Los grupos alquílicos de los hidrocarburos alcarílicos pueden ser de cadenas rectas o ramificadas. El radical alcarilo puede derivar del benceno, tolueno, etil-benceno, isómeros del xileno o naftaleno.
  - 20.

- Como ejemplo de material hidrocarburo que ha sido
25. particularmente útil en la preparación de ácidos sulfónicos sintéticos, figura el conocido por postdodecilbenceno. Este material es un productos residual de la fabricación de dodecilbenceno. Los grupos alquílicos del postdodecilbenceno son de cadena ramificada. El postdodecilbenceno consta de mono-
  30. alquilbencenos y dialquilbencenos en la relación molar apro-



17

ximada de 2:3 y presenta las siguientes propiedades típicas:

	Gravedad específica a 38°C	0,8649
	Peso molecular medio	385
	Porcentaje sulfonatable ASTM D-158 Engler:	
5.	P.E.I., °C	341,6
	5°C	378,8
	50°C	397,2
	90°C	404,4
	95°C	412,7
10.	P.E.F., °C	414,9
	Índice refractivo a 23°C	11.4900
	Viscosidad a:	
	-10°C, centistokes	2800
	20°C, "	280
15.	40°C, "	78
	80°C, "	18
	Punto de anilina, °C	69
	Punto de vertido, °C	-57

Un ejemplo de otro material de alimentación hidrocarburo que es particularmente útil en la preparación de ácidos sulfónicos sintéticos es un material denominado "alquilato dímero". El "alquilato dímero" tiene un grupo alquílico largo de cada ramificada. Descrito brevemente, el alquilato dímero se prepara mediante las siguientes operaciones:

(1) dimerización de un adecuado material de alimentación, tal como poligasolina de catálisis; y

(2) alquilación de un hidrocarburo aromático con el dímero formado en la operación (1).

Preferiblemente, la operación de dimerización



emplea un lodo de alquilación Friedel-Crafts como catalizador. Este proceso y el resultante producto se describen en la Patente estadounidense nº 3.410.925.

5. Un ejemplo de otro material de alimentación hidrocarburo que es particularmente útil para preparar ácidos sulfónicos sintéticos que pueden emplearse en la invención, es el que se denomina "Residuos NAB". Los residuos NAB son predominantemente hidrocarburos aromáticos di-n-alquílicos en los que los grupos alquilo contienen de 8 a 18 átomos de carbono. Se distinguen principalmente de los anteriores materiales de alimentación de la sulfonación en que son de cadenas rectas y contienen una gran cantidad de material di-sustituído.

15. Además de los ácidos sulfónicos derivados del material de alimentación hidrocarburo anteriormente descrito, ejemplos de otros ácidos sulfónicos adecuados incluyen los siguientes: ácido naftaleno-sulfónico monosustituído y polisustituído, ácido dinonil-naftaleno-sulfónico, ácido difenil-éter-sulfónico, ácido naftaleno-disulfuro-sulfónico, 20. ácido dicetil-tiantreno-sulfónico, ácido dilauril-betanaftol-sulfónico, ácido dicapril-nitronaftaleno-sulfónico, ácido-sulfónico de cera parafínica insaturado, ácido sulfónico de cera parafínica hidroxisustituído, ácido tetraamileno-sulfónico, ácido sulfónico de cera parafínica monosustituído 25. y polisustituído, ácido sulfónico de cera nitrosoparafínica, ácido sulfónico cicloalifático, tal como ácido lauril-ciclohexil-sulfónico, ácido ciclohexil-sulfónico policéreo-sustituído y similares.

30. El correspondiente ácido sulfónico hidrocarburo se prepara ordinariamente mediante tratamiento del hidro-



carburo con ácido sulfúrico concentrado, ácido sulfúrico humeante o trióxido de azufre. La sulfonación de hidrocarburos es bien conocida y no es preciso ofrecer detalles de la misma. El ácido sulfónico puede purificarse también por cualquier medio adecuado, concretamente tratamiento con base inorgánica, cambio iónico, lavado con agua, etc.

Como anteriormente se indica, el ácido sulfónico soluble en aceite se diluye a menudo con un disolvente volátil. Este disolvente puede ser cualquier hidrocarburo adecuado, preferiblemente uno de baja ebullición, tal como hexano o nafta, que pueda separarse fácilmente del producto sulfonato metálico cuando se desee.

Respecto a los tipos de vehículos no volátiles que pueden utilizarse en el procedimiento, se ha encontrado una amplia variedad de materiales adecuados para tal uso. Los principales requisitos deseados en el vehículo no volátil son los de que disuelva los agentes dispersantes utilizados en el procedimiento y que tales soluciones sean relativamente estables al peptizarse los compuestos metálicos básicos en la dispersión por el agente dispersante. Ejemplos de tales vehículos no volátiles que pueden emplearse incluyen al aceite lubricante mineral obtenido por cualquiera de los procedimientos convencionales de refino; aceites vegetales, tales como el de maíz, el de semillas de algodón, el de ricino, etc.; aceites animales, tales como el de manteca de cerdo, de esperma, etc.; y aceites sintéticos, tales como polímeros de propileno, polioxi-  
alquilenos, polioxipropileno, ésteres de ácidos dicarboxílicos, tales como ésteres de los ácidos adípico y aze-laico con alcoholes tales como butílico, 2-etil-hexílico



- y docecílico, y ésteres de ácidos de fósforo, tales como éster dietílico del ácido decanofosfónico y fosfato triore-sílico, Los preferidos vehículos no volátiles son aceites lubricantes líquidos, minerales o sintéticos. Además, pue-  
5. de emplearse como vehículo no volátil un material de ácido sulfónico tal como el anteriormente descrito. Si se desea, los vehículos no volátiles pueden diluarse con un disolven-  
10. te para reducir su viscosidad. Adecuados disolventes inclu-  
yen al nafta de petróleo o hidrocarburos tales como hexano, heptano, octano, benceno, tolueno o xileno.

- Los alcoholes adecuados para su empleo en el pro-  
cedimiento de la presente invención son aquéllos que tienen  
un punto de ebullición de 75°C por lo menos y en los que  
los reactivos tienen una mezolabilidad apreciable. Los alco-  
15. holes considerados como adecuados incluyen a los que tienen  
de 3 a 6 átomos de carbono aproximadamente, monoéteres de  
glicol etilénico que contienen no más de 8 átomos de carbo-  
no y monoéteres de glicol dietilénico que contienen no más  
de 8 átomos de carbono. Eteres glicólicos preferidos son el  
20. éter monoetilico de glicol etilénico y el éter monoetilico  
de glicol etilénico. Estos materiales son comercialmente  
obtenibles en U. S. A., bajo las marcas "CELLOSOLVE" y "me-  
thyl CELLOSOLVE". El éter monoetilico del glicol dietilénico  
es comercialmente obtenible en U. S. A. bajo la marca  
25. "CARBITOL".

- Los monoéteres de glicol etilénico son también  
conocidos por alcoholes alcoxilos y más específicamente  
por etanoles alcoxilos. Estos materiales tienen la fórmu-  
la genérica  $ROCH_2CH_2OH$ , en la que R es un grupo hidrocar-  
30. buro  $C_1$  a  $C_6$ . Análogamente, el éter monoalquílico de gli-



col dietilénico tiene la fórmula genérica  $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OR}$ , en la que R es un grupo hidrocarburo  $\text{C}_1$  a  $\text{C}_4$ .

Los compuestos poliaminos que pueden emplearse en la producción de los sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites pueden ser cualquier compuesto poliamino

5. adecuado que tenga un peso molecular de 100 por lo menos.

Se han obtenido resultados especialmente deseables cuando el compuesto poliamino es el diamino-1,3-diamino-propano dotado de una mitad alquílica seleccionada

10. entre el grupo consistente en N-coco, N-sebo, N-soja y N-oleílo. El compuesto 1,3-diaminopropano puede representarse por la fórmula general  $\text{R-NH}(\text{C}_3\text{H}_6\text{NH}_2)$ , en la que R es un grupo alquilo que representa la mitad de coco, sebo, soja u oleílo. Estas diaminas son comercialmente obtenibles

15. bajo la marca en U. S. A. DUOMEEN C, T, O y S.

Otras poliaminas adecuadas incluyen la tetrastileno-pentamina y similares tipos poliaminos que contienen grupos aminos primarios y/o secundarios. Otras adecuadas poliaminas pueden representarse por las fórmulas generales

20.  $\text{R}(\text{NH}_2)_2$  y  $\text{R}(\text{NH}-\text{C}_3\text{H}_6\text{NH}_2)_2$ , en las que R es un radical alquilo derivado de la dimerización de un ácido graso  $\text{C}_{18}$  insaturado. Otro grupo de adecuados compuestos poliaminos puede representarse por la fórmula general  $\text{R-N}-(\text{C}_3\text{H}_6\text{NH}_2)_2$ , en la que R es un radical alquilo derivado de ácidos grasos de

25. laurilo, oleílo y sebo.

A fin de ilustrar más detalladamente la naturaleza de la presente invención, se ofrecen los siguientes ejemplos. Sin embargo, se entenderá que tales ejemplos tienen sólo una finalidad ilustrativa y no se pretende con ellos limitar o restringir indebidamente el ámbito de la presente inven-

30.



ción. En cada ejemplo, el ácido sulfónico derivaba de un alquil-aromático, que era predominantemente di-n-alquil-benceno de un peso molecular de 420 aproximadamente, salvo indicación en contrario.

5. Ejemplo 1

En un matraz acanalado de 1 litro de capacidad se cargaron 25 ml de agua, 31,9 gramos de N-coco-1,3-diaminopropano y luego se agitó mecánicamente. Se aplicó calor y se puso la reacción a una temperatura de 40 a 50°C, después de lo cual se cargaron 100 gramos de ácido sulfónico durante un período de 15 minutos, poniéndose la reacción a 50-60°C, a cuya temperatura se cargaron 3,5 gramos de anhídrido de ácido arsénico y la reacción refluó a una temperatura de 75 a 80°C durante dos horas; se retiraron por arriba materiales volátiles a 120-125°C y se refluó de nuevo la reacción durante dos horas, retirándose seguidamente materiales volátiles por arriba a una temperatura potencial de 140°C; se cargaron 40 gramos de aceite pálido 80 a unos 140°C. Luego se destiló el producto con gas N<sub>2</sub> durante 15 minutos y se filtró a través de Hyflo. Se analizó el producto fluido brillante y resultó contener un 2,0% en peso de arsénico.

Ejemplo 2

Se efectuó un experimento empleando el procedimiento del Ejemplo 1, con la excepción de emplearse 7,9 gramos de anhídrido de ácido molibídico (MoO<sub>3</sub>) en lugar de los 3,4 gramos de As<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. La carga empleada en este experimento fue la siguiente:

25.	100,0 gramos	Acido sulfónico
30.	31,9 gramos	N-coco-1,3-diaminopropano



1973

- 7,9 gramos Anhidrido de ácido molibdico ( $MoO_3$ )
- 40 gramos Aceite pálido 80
- 150 ml Methyl CELLOSOLVE
- 25 ml Agua

5. El producto brillante y flúido obtenido se filtro como en el Ejemplo 1 y resultó contener un 3,9% en peso de molibdeno.

Ejemplo 3

10. Se realizó un experimento empleando el procedimiento del Ejemplo 1, salvo que se emplearon 68,2 gramos de una mono-amina grasa primaria (comercialmente obtenible bajo la marca ARMEEN T) en lugar de la diamina. La carga empleada en este experimento fue la siguiente:

- 100,0 gramos Acido sulfónico
- 15. 68,2 gramos ARMEEN T (monoamina grasa primaria)
- 3,4 gramos Anhidrido arsénico ( $As_2O_5$ )
- 40 gramos Aceite pálido 80
- 150 ml Methyl CELLOSOLVE
- 25 ml Agua

20. El producto obtenido fue filtrado como en el Ejemplo 1 y era inicialmente brillante y flúido, pero después de su almacenamiento durante toda la noche a temperatura ambiente, el filtrado se tornó turbio y se observaron sólidos.

N O T A

25. La Patente de Invención, que se solicita, por veinte años, para España, de acuerdo con la vigente legislación, deberá recaer sobre: "PROCEDIMIENTO DE PRODUCCION DE SULFONATOS METALICOS ANIONICOS SOLUBLES EN ACEITES", con prioridad de la solicitud de Patente en U. S. A. Serial núm. 30. 240.273, de fecha 31 de Marzo de 1972, según las caracterís-



ticas esenciales de las siguientes:

REIVINDICACIONES

- 1ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, que comprende:
5. el mezclado de un anhídrido de ácido metálico aniónico, un compuesto poliamino y un ácido sulfónico soluble en aceites, encontrándose presentes el anhídrido de ácido metálico aniónico y el ácido sulfónico soluble en aceites mencionados por lo
10. menos en una proporción estequiométrica con dicho compuesto poliamino; la agitación y el calentamiento de la citada mezcla de reacción a la temperatura de reflujo de tal mezcla durante un período de tiempo efectivo para permitir la formación del deseado sulfonato metálico; y la recuperación del sulfonato metálico del producto de reacción de la operación
15. anterior.

- 2ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, según la reivindicación 1ª, en el que el anhídrido ácido y el ácido sulfónico mencionados se encuentran presentes en una proporción
20. estequiométrica del orden de 10:1 a 1:20 aproximada y respectivamente.

- 3ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, según la reivindicación 1ª, en el que dicho ácido sulfónico soluble en aceites se diluye con el 5 al 75% en peso aproximadamente de un
25. disolvente volátil inerte y la referida temperatura de reflujo es del orden de 60 a 125°C aproximadamente.

- 4ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, según la reivindicación 3ª; en el que dicho disolvente volátil inerte es un
- 30.



hidrocarburo de baja ebullición seleccionado entre el grupo consistente en hexano y nafta.

5. 5ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, según la reivindicación 1ª, en el que dicha mezcla de reacción se mantiene a su temperatura de reflujo durante un período de tiempo comprendido entre 0,5 y 12 horas aproximadamente.

10. 6ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, según la reivindicación 5ª, que incluye la operación de mezclar del 5 al 75% en peso aproximadamente de agua, basado en la cantidad empleada de ácido sulfónico, con la referida mezcla antes del reflujo de la misma.

15. 7ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, según la reivindicación 5ª, que incluye la operación de mezclar del 50 al 300% en peso aproximadamente de un alcohol de elevada ebullición basado en la cantidad de ácido sulfónico empleada, con la referida mezcla antes del reflujo de la misma.

20. 8ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, según la reivindicación 1ª, en el que la mezcla refluída se libera de componentes volátiles mediante calentamiento de dicha mezcla refluída a una temperatura del orden de 125 a 175°C aproximadamente e incluye la operación de mezclar del 10 al 300% en peso aproximadamente de un componente vehículo orgánico no volátil con la citada mezcla en reflujo durante tal reflujo.

25. 9ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, según la reivindicación 8, que incluye las adicionales operaciones de purifica-

30.



17

ción de destilar el producto con un gas inerte seleccionado entre el grupo consistente en nitrógeno, dióxido de carbono, aire y mezclas de ellos, durante un período de tiempo comprendido entre 0,2 y 6 horas aproximadamente, y filtración del producto destilado con gas a través de un material absorbente inerte seleccionado entre el grupo consistente en alúmina, tierra de diatomeas y piedra pómez.

10. 10ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceite, según la reivindicación 9ª, en el que el constitutivo metálico de dicho anhídrido de ácido metálico aniónico es seleccionado entre el grupo consistente en silicio, vanadio, fósforo, arsénico, selenio, molibdeno, boro, telurio y mezclas de ellos.

15. 11ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, según la reivindicación 10ª, en el que el compuesto poliamino tiene un peso molecular de 100 por lo menos.

20. 12ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, según la reivindicación 11ª, en el que dicho ácido sulfónico soluble en aceites deriva de un compuesto alquil-aromático, predominantemente un di-n-alkilbenceno dotado de un peso molecular de 420 aproximadamente, y dicho componente vehículo no volátil es aceite pálido.

25. 13ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, según la reivindicación 12ª, en el que dicho vehículo no volátil se diluye con un disolvente seleccionado entre el grupo consistente en nafta de petróleo, hexano, heptano, octano, benceno, tolueno y xileno.

30.



14ª.- Procedimiento de producción de sulfonatos metálicos aniónicos solubles en aceites, según la reivindicación 11ª, en el que dicho compuesto poliamino es 1,3-diaminopropano dotado de una mitad alquílica seleccionada entre el grupo consistente en N-coco, N-sebo, N-soja y N-oleílo.

15ª.- PROCEDIMIENTO DE PRODUCCION DE SULFONATOS METALICOS ANIONICOS SOLUBLES EN ACEITES.

Segun queda sustancialmente descrito en la presente memoria, que consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 17 de Marzo de 1973

CONTINENTAL OIL COMPANY  
P. P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO  
P. P.

Firmado: M.ª Dolores Jorquera