



ES	11	NUMERO	A I
	21	433.861	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		16-1-75	

PATENTE DE INVENCION

P.- 59.577

RGMS/MJP/
MP 192

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMEROS			
		2038/74	16-1-74		G. Bretaña

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			B 01 F		

63	TITULO DE LA INVENCION
	"UN METODO PARA LA PREPARACION DE ALCOHIL-SULFATO"

71	SOLICITANTE (S)
	ALBRIGHT & WILSON LIMITED

72	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	P.O. Box 3, Oldbury, Warley, West Midlads, Inglaterra

73	INVENTOR (ES)
	E. Messenger, D.E. Mather y B.M. Phillips

74	TITULAR (ES)

75	REPRESENTANTE
	D. FERNANDO DE ELLABURU MARQUEZ

La presente invención se refiere a la manufatura de alcohol-sulfatos en soluciones acuosas muy concentradas.

5 Hasta ahora, los alcohol-sulfatos para uso como tensioactivos se han preparado haciendo reaccionar un alcohol graso con un reactivo de sulfatación, tal como SO_3 o ClSO_3H , para formar un ácido (RSO_4H , donde R es un grupo alcohol), y neutralizando el ácido con una base acuosa diluída. Hasta ahora ha resultado ser esencial usar bases diluídas, debido a que se ha observado que la viscosidad de las soluciones acuosas de los alcohol-sulfatos aumenta acusadamente al aumentar las concentraciones, hasta que se alcanza una concentración para la que el producto se hace demasiado viscoso para manipularlo, y forma un gel que hace imposible la obtención de una mezcla adecuada de la base acuosa con el ácido. Esta concentración depende del material, y usualmente está en la región de 25-45%.

10 Por esta razón, los alcohol-sulfatos se han preparado hasta ahora solamente en soluciones diluídas, pese a las evidentes desventajas de tales soluciones para los fines de almacenamiento y transporte. Generalmente se ha considerado imposible preparar alcohol-sulfatos por encima de una concentración crítica que varía según el material, pero que en un caso típico (por ejem-

plo R = C₁₂ a 14) es aproximadamente 30 a 45% en peso. Los intentos de preparar soluciones más concentradas con ayuda de aditivos modificadores de la viscosidad solo han tenido un éxito muy limitado. Hasta ahora no ha
5 sido posible preparar soluciones significativamente más concentradas, a temperaturas elevadas, ya que se ha hallado que si la concentración es sustancialmente mayor que el límite crítico, el calentamiento no hace fluida a la solución, sino que simplemente tiende a causar hidrólisis.
10

Sorprendentemente, se ha descubierto ahora que si la concentración de alcohol-sulfatos se aumenta a la región de 60-80%, a una temperatura apropiada que depende de la naturaleza del tensioactivo, la viscosidad disminuye acusadamente hasta que se alcanza un punto en el que la solución es lo suficientemente fluida para verterse fácilmente.
15

Con un nuevo aumento de la concentración, la viscosidad pasa por un mínimo y aumenta acusadamente, de manera que la solución vuelve a curar a un gel, o a un estado similar que no permite el vertido. Sorprendentemente, se ha hallado que se pueden obtener productos fluidos a una concentración hasta ahora no preparada, sin ayuda de modificadores de la viscosidad. Estos productos descables se pueden producir mezclando el sulfa-
20
25

to ácido con una base acuosa de la concentración requerida, de manera tal que se mantenga la concentración del producto dentro de la región fluida.

5 La concentración a la que tiene lugar el mínimo varía según el alcohol-sulfato concreto y su pureza. La presencia de impurezas, por ejemplo alcohol sin sulfatar o exceso de ión sulfato, tiende a alterar la posición del mínimo. La posición del mínimo puede estar afectada también en alguna medida por la temperatura.

10 Muchos alcohol-sulfatos forman el estado fluido a temperatura ambiente, y otros solo a temperaturas elevadas. El fluido que se puede verter, que contiene alcohol-sulfatos a una concentración sustancialmente por encima del límite crítico en el que se observa por primera vez la formación de gel, se denomina aquí "estado líquido concentrado".

15 La presente invención proporciona un método para preparar alcohol-sulfatos, que comprende mezclar entre sí un ácido de fórmula RSO_4H (donde R es un grupo alcohol), y una base, en presencia de agua suficiente, y a una temperatura suficiente, por debajo de aquélla a la que se descompone el alcohol-sulfato, para mantener el producto en el estado líquido concentrado, según aquí se define.

25 El grupo R es típicamente un grupo alcohol

que tiene de 8 a 22 átomos de carbono, por ejemplo 12 a 18 átomos de carbono. En la invención se incluye el uso de mezclas de ácidos. Son ejemplos típicos de ácidos adecuados aquellos obtenidos por sulfatación de
5 alcoholes dodecíclicos, hexadecíclicos u octadecíclicos, o mezcla de ellos, tales como las que se pueden obtener del aceite de almendra de palma o aceite de coco. Típicamente, el grupo alcoholilo tiene cadena rectilínea, pero también se pueden usar alcoholilos de cadena
10 ramificada.

La base puede ser un álcali tal como hidróxido sódico o potásico, hidróxido amónico, o una base orgánica tal como una amina, por ejemplo etilamina, dimetilamina, trietilamina, etilendiamina, piridina, o especialmente una alcoholilamina, por ejemplo monoetanolamina, dietanolamina o trietanolamina.
15

Se pueden emplear mezclas de bases.

La base se emplea típicamente como solución acuosa cuya concentración depende de la cantidad de
20 agua requerida para formar el estado líquido concentrado. La concentración apropiada en cualquier caso concreto se puede determinar, por ejemplo, efectuando una serie de preparaciones de ensayo, y entonces se puede representar un gráfico de la viscosidad frente a la concentración, para localizar la posición del mínimo. En
25

el caso de que no se detecte fase líquida concentra-
da a temperatura ambiente, las viscosidades de las
muestras se pueden determinar de nuevo a temperatu-
ras sucesivamente elevadas, hasta que se haya loca-
5 lizado el mínimo de viscosidad. El mínimo tiene lu-
gar generalmente a una concentración entre 60 y 90%
en peso de ingrediente activo, usualmente entre 65
y 85%. Típicamente, se obtiene un estado líquido con-
centrado a concentraciones entre aproximadamente $\pm 5\%$
10 del valor correspondiente al mínimo de viscosidad. Es-
te intervalo varía en cierta medida según el material,
y a veces puede estar ligeramente aumentado a tempera-
turas elevadas.

La neutralización se efectúa preferiblemen-
15 te en un reactor en el que se recircule una proporción
sustancial del producto, según se ha empleado hasta
ahora para preparar alcohol-sulfatos relativamente di-
luídos usuales, salvo por la cantidad reducida de agua
presente y por la necesidad, en algunos casos, de em-
20 plear temperaturas elevadas para obtener el estado lí-
quido concentrado. Las proporciones relativas entre
ácido y base se ajustan usualmente para proporcionar
un producto del pH deseado. Típicamente, el pH busca-
do es por encima de 6,5, para evitar la descomposición
25 del producto por hidrólisis ácida, y hasta 8,5. Se pue-

den usar pH mayores, pero no son usualmente deseables comercialmente, ya que tienen como resultado productos que son demasiado cáusticos para muchos de los usos finales más comunes de los alcohol-sulfatos.

5 Se prefiere, aunque no es esencial, efectuar la reacción en un sistema de "lazo de neutralización", que implica un reactor de flujo continuo con recirculación de una proporción sustancial del producto al reactor. Preferiblemente se introducen por separado el ácido,
10 una solución acuosa de la base, y el producto recirculado, a un reactor provisto de medios de mezclado, tal como un agitador. La temperatura del reactor se puede controlar convenientemente por calentamiento o enfriamiento del producto recirculado.

15 La invención hace posible preparar alcohol-sulfatos como solución acuosa concentrada, aproximadamente el doble de concentrada que los alcohol-sulfatos comerciales correspondientes de la técnica anterior. En el caso de, por ejemplo, sales de amonio o alcoholamina de
20 alcohol-sulfatos C12 - 14, que tienen estado líquido concentrado a temperatura ambiente, los productos se pueden manipular como líquidos que fluyen libremente.

 En el caso de, por ejemplo, las sales sódicas o potásicas de alcohol-sulfatos C12 - 14, que no se
25 pueden verter a temperatura ambiente, el producto se pue-

de almacenar a temperatura ambiente y calentar antes de la manipulación, lo suficiente para formar la fase líquida.

5 La invención se ilustra mediante el siguiente ejemplo, en el que se empleó un neutralizador en lazo sustancialmente según se ha descrito antes. Todos los tantos por ciento son en peso, a no ser que se indique otra cosa.

Ejemplo 1

10 Se halló que una mezcla sulfatada de alcoholes C12 y C14, neutralizada con monoetanolamina, presentaba un estado que permitía el vertido a temperatura ambiente y concentraciones de aproximadamente 82%.

15 Se usó como alimentación ácida una mezcla sulfatada de alcoholes dodecílico y tetradecílico, y como alimentación básica una solución de 6l g de monoetanolamina por 48,3 g de agua. Los caudales de alimentación se ajustaron para proporcionar un pH de 7,5 y un caudal combinado de 11,5 g por minuto. La temperatura se mantuvo a
20 32°C.

El producto líquido, que se podía verter y bombear, contenía 82,8% de ingrediente activo que tenía un peso molecular de 335, 1,95% de materia grasa, y 0,83% de sulfato como ión $SO_4^{=}$.

25 Ejemplo 2

5 Para ilustrar el efecto de una alimentación ácida de menor pureza se repitió el Ejemplo 1, usando un ácido similar sulfatado hasta menor conversión. Se halló que el mínimo de viscosidad tenía lugar a concentración de aproximadamente 74%.

10 La alimentación básica contenía 61 g de monoetanolamina por 59 g de agua. Los caudales de alimentación se ajustaron para proporcionar un pH de 7,5 y un flujo combinado de 12 g por minuto. El producto contenía 73,7% de ingrediente activo que tenía un peso molecular de 335, 3,2% de material graso libre, y 2% de sulfato como ión $SO_4^{=}$. El producto era un líquido que se podía verter a temperatura ambiente, pero que solidificaba a 13°C.

15 Ejemplo 3

Se repitió el Ejemplo 1 usando amoníaco en vez de monoetanolamina. La sal amónica formó una fase líquida concentrada a temperatura ambiente.

20 La alimentación básica contenía 48,6 g de amoníaco acuoso concentrado (densidad relativa 0,880) en 66,7 g de agua. El pH del producto era 7,5, y el caudal de alimentación combinado era 52 g/min. La temperatura se mantuvo a 35°C. El producto líquido que se podía verter contenía 62% de ingrediente activo que tenía un peso molecular de 295, 3,2% de material graso

25

libre y 1,1% de sulfato como ión SO_4^- . El producto era líquido por encima de 18°C.

Ejemplo 4

5 Se repitió el Ejemplo 1 usando una alimentación básica mixta que contenía 12,5 gramos de monoetanolamina, 20,8 gramos de trietanolamina comercial y 32,4 gramos de amoniaco concentrado (densidad relativa 0,880) en 34 gramos de agua. La temperatura se mantuvo a 30°C, y el caudal combinado fué 10 g/min.

10 El producto contenía 73,1% de ingrediente activo que tenía un peso molecular de 321, 3,7% de material graso libre y 1,8% de sulfato como ión SO_4^- . Era un líquido que se podía verter a temperaturas por encima de 15°C.

15 El procedimiento de los ejemplos anteriores se repitió con éxito usando diversos ácido de alimentación, incluyendo diversos alcoholes sulfatados de hasta C_{20} , y diversas bases. En el caso del hidróxido sódico y la sal de C_{12} a C_{14} , la mezcla de reacción se mantuvo a una temperatura de 85°C, para mantener el producto en estado líquido. La sal sódica producida solidificó a aproximadamente 80°C.

20

25 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, el 16 de Enero de 1974, bajo el número 2038/74, se acoge a los beneficios del ar-

título 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

REIVINDICACIONES

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15

1ª.- Un método para la preparación de alcohol-sulfato, que comprende alimentar un alcohol-sulfato reciclado, un ácido alcohol-sulfúrico, una base y agua a una mezcla de reacción que contiene una proporción principal del alcohol-sulfato, una proporción secundaria del ácido alcohol-sulfúrico y al menos una proporción suficiente de la base para neutralizar el ácido alcohol-sulfúrico, manteniéndose la concentración del alcohol-sulfato por encima de 50% en peso de la mezcla y siendo suficiente esta concen

20

25

5 tración para mantener la mezcla en un estado líquido
concentrado, y mantener la mezcla a una temperatura
entre la de ambiente y la temperatura de descomposi-
ción del alcohol-sulfato, con lo que la base y el áci-
do alcohol-sulfúrico son hechos reaccionar para for-
mar alcohol-sulfato, recuperar una proporción secunda-
ria del producto constituido por alcohol-sulfato en
forma de una solución en estado líquido concentrado,
y reciclar una proporción principal del alcohol-sulfa-
10 to.

2ª.- Un método según la reivindicación 1ª,
en el que el grupo alcoholo tiene de 8 a 22 átomos de
carbono.

15 3ª.- Un método según la reivindicación 2ª,
en el que el grupo alcoholo tiene de 12 a 18 átomos
de carbono.

4ª.- Un método según cualquiera de las -
reivindicaciones precedentes, en el que la base es una
amina.

20 5ª.- Un método según cualquiera de las rei-
vindicaciones precedentes, en el que la base es una
alcohololamina.

25 6ª.- Un método según cualquiera de las rei-
vindicaciones 1ª a 3ª, en el que la base es un amoní-
co acuoso.

7ª.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que hay base suficiente para mantener el pH por encima de 6,5.

5 8ª.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el pH se mantiene por debajo de 8,5.

10 9ª.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la concentración de alcohol-sulfato en el medio de reacción se mantiene dentro de $\pm 5\%$ del valor correspondiente al mínimo de viscosidad representativo del estado líquido concentrado.

10ª.- Un método para la preparación de alcohol-sulfato.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

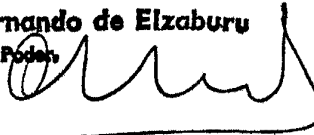
Esta Memoria consta de trece hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15. NOV. 1975

20

P.A.

Fernando de Elizaburu
Por Poder



-13-

15.11.76

JL