



ESPAÑA

19	ES	11	NUMERO	10	A 1
		21	460.237		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			29.6.77		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO			
		701.729	1 de julio de 1976		NORTEAMERICA

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C11D		

64	TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA DISIPAR ENERGIA TERMICA DE UNA MEZCLA ACUOSA DE SULFATO SODICO Y LA SAL SODICA DE UN ACIDO SULFURICO O SULFONICO ORGANICO O DE MEZCLAS DE AMBOS.	

71	SOLICITANTE (S)
THE PROCTER & GAMBLE COMPANY.	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE	
301 East Sixth Street, Cincinnati, Ohio 45202, EE.UU. de A.	

72	INVENTOR (ES)
Brandon Harris BARTON, John Albert SAGEL.	

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
GOMEZ-ACEBO	

20 JUL. 1978

UNE A-4 MOD. 3106 Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

UTILICESE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

La presente invención se refiere a un procedimiento para neutralizar mezclas ácidas de detergentes que contienen agente sulfatante no reaccionado tal como ácido sulfúrico con un componente alcalino tal como hidróxido de sodio. El procedimiento de neutralización es altamente exotérmico y contiene como productos secundarios grandes cantidades de sulfato de sodio. Debido a la naturaleza exotérmica de la reacción es necesario usar intercambiadores de calor para regular la temperatura de la masa de reacción después de la adición del componente alcalino. Cuando el sulfato de sodio está sobresaturado en la masa de reacción, se ha observado que sales de sulfato se depositan sobre las superficies del intercambiador de calor y eventualmente el sistema debe desconectarse para eliminar el depósito. Esta invención se dirige por tanto a una neutralización continua y a un procedimiento de intercambio de calor en el que el tiempo de desconexión requerido para eliminar las sales de sulfato de las superficies del intercambiador de calor queda totalmente eliminado.

La invención descrita a continuación describe un procedimiento para formar surfactantes para uso en composiciones detergentes en el que una etapa del procedimiento incluye el enfriamiento de la masa de reacción, después de la mezcla del componente alcalino, los ácidos detergentes y exceso de agente sulfatante.

El uso de surfactantes aniónicos particularmente aquellos en los que el carácter aniónico es provocado por un grupo sulfonado o un grupo sulfato es bien conocido en la industria de los detergentes. Además, la sulfatación o sulfonación de materiales precursores tales como alquilbenceno para formar ácido alquilbenceno sulfónico, que se neutraliza a con-

tinuación al sulfonato, es igualmente bien conocido en la industria. Por ejemplo, la patente U.S. 3.024.258, concedida a Brooks et al, el 6 de marzo de 1962, describe un procedimiento para sulfonar un reactante de forma continua y rápida así como la separación del reactante sulfonado resultante del exceso del agente de sulfonación y la neutralización continua de los ácidos detergentes resultantes. Durante la etapa de neutralización, la patente de Brooks et al describe el reciclo del producto neutralizado a través de un intercambiador de calor para mantener la temperatura en el margen de 29,4°C a 60°C. Los ejemplos de Brooks et al indican que el producto final contiene sulfato de sodio en agua en una proporción de aproximadamente 1:11. La patente de Brooks et al se incorpora aquí como referencia.

De forma similar, otras patentes que describen procedimientos de sulfonación y de sulfatación son la patente U.S. 3.259.645 concedida el 5 de julio de 1966, la patente U.S. 3.363.994 concedida el 16 de enero de 1968, la patente U.S. 3.350.428 concedida el 31 de octubre de 1967, y la patente U.S. 3.427.342 concedida el 11 de febrero de 1969, todas a Brooks et al, que se incorporan aquí como referencia. Las patentes anteriores describen procedimientos de sulfonación incluyendo la patente U.S. 2.129.826, de Rrilly concedida el 13 de septiembre de 1938 y patente U.S. 2.039.989, concedida a Gressner el 5 de mayo de 1936, siendo incorporadas ambas aquí como referencia.

En el procedimiento de formación de los surfactantes aniónicos que tienen una mitad sulfúrica o sulfónica es necesario reaccionar un precursor con un agente de sulfatación que es un material tal como trióxido de azufre para formar el ácido sulfúrico o sulfónico orgánico. Materiales que proporcionan

una fuente de trióxido de azufre para la formación de tales ácidos detergentes son conocidos como agentes sulfatantes y el término abarca agentes de sulfonación también. Agentes de sulfatación incluyen trióxido de azufre puro o trióxido de azufre diluido con un gas que es inerte en la reacción, tal como cloruro de hidrógeno o dióxido de azufre. El agente de sulfatación mas común, no obstante, es el oleum que es una mezcla de trióxido de azufre disuelto o suspendido en ácido sulfúrico. El método de formación de los ácidos detergentes, también conocidos como la mezcla ácida, no es material de la presente invención hasta el punto que un exceso del agente de sulfatación deba estar presente en adición a lo que es requerido para reaccionar el precursor del detergente al deseado grado de sulfatación.

La razón para usar un exceso del agente de sulfatación es básicamente para asegurar que el precursor detergente, que es un material relativamente costoso, reaccione completamente. Por razones ecológicas, de aprovechamiento del producto y de costos, es indeseable dejar sin reaccionar alquilbenceno en el producto detergente, que es relativamente volátil y puede ser eliminado, en caso de formulaciones secadas por pulverización, por sobrecalentamiento.

La etapa que sigue a la reacción del precursor del detergente y el agente sulfatante es la de neutralización de la mezcla que contiene el ácido sulfúrico o sulfónico orgánico. Esta mezcla contendrá también el exceso de agente sulfatante y agua que es introducida bien con los reactantes o bien se forma durante la reacción de sulfatación. Esta mezcla se neutraliza a continuación con un componente alcalino tal como hidróxido de sodio o carbonato de sodio o un material similar para

formar la sal sódica del ácido sulfúrico o sulfónico orgánico. La introducción del componente alcalino, no obstante, neutraliza también el exceso de agente de sulfatación para formar sulfato de sodio.

5

Esta segunda mezcla, denominada a continuación como masa de reacción, contiene entonces la sal de sodio del ácido sulfúrico o sulfónico orgánico, sulfato de sodio, agua, y pequeñas cantidades del exceso del componente alcalino. Puesto que la reacción de sulfatación y la reacción de neutralización son ambas muy exotérmicas, es necesario eliminar el calor de la reacción para evitar que la masa de reacción llegue a hervir así como para evitar reacciones secundarias indeseables que pueden tener lugar. El método más común para enfriar una reacción exotérmica es el de pasar el producto de la reacción a través de uno o más intercambiadores de calor donde el exceso de energía térmica es eliminado rebajando la temperatura del producto para procesamientos ulteriores. Se ha observado que la mezcla de reacción de sulfatación puede ser enfriada a través de un intercambiador de calor antes de la reacción de neutralización si se desea, aun cuando la presente invención solamente se refiere al intercambio de calor que sigue a la etapa de neutralización.

10

15

20

25

30

Los intercambiadores de calor más comúnmente usados para la preparación de detergentes son simplemente un conducto grande a través del cual pasa la masa de reacción y una serie de conductos pequeños dentro del conducto grande, a través de los cuales el medio de refrigeración fluye. Durante la operación el medio de refrigeración se mantiene naturalmente a una temperatura inferior a la de la masa de reacción con serpentines alrededor de los conductos pequeños. La energía térmica

fluye entonces a través de las paredes de los conductos pequeños donde la energía térmica es transferida al medio de refrigeración y retirada del sistema. Así, la masa de reacción se enfría a una temperatura deseable para ulterior procesamiento.

5 Sistemas conocidos para la etapa de neutralización comprenden procesar la masa de reacción en forma diluida en presencia de grandes volúmenes de agua. El agua está presente en la masa de reacción procedente de la neutralización y del componente alcalino, por ejemplo, una solución de sosa. Agua puede ser agregada también directamente a la masa de reacción para diluir de manera intencionada el calor generado por la reacción.

10 Razones económicas obvias dictan que la presencia de un gran volumen de agua en la masa de reacción es indeseable. Por ejemplo, el agua presente en la masa de reacción debe ser eliminada si el producto final debe ser sólido, tal como un granulado secado por pulverizado. Además, la presencia de agua en la masa de reacción requiere que las instalaciones de almacenaje o procesado deban ser de mayor volumen que las requeridas para una masa de reacción con bajo contenido en agua. Contrariamente, contenidos en agua inferiores en la masa de reacción permiten mayor producción de producto final con el equipo existente.

15 Se ha observado también, que además de las ventajas citadas anteriormente, pueden alcanzarse otras metas de procedimiento, disminuyendo el contenido en agua de la masa de reacción. Por ejemplo, sulfato sódico en forma seca es agregado usualmente a la masa de reacción después de la operación de intercambio de calor para ayudar a la preparación de composiciones detergentes granuladas. Si se desea, no obstante, en la presente invención el sulfato de sodio puede formarse in situ durante

la etapa de neutralización usando un exceso de agente sulfatante sobre el que es necesario para completar la sulfatación del precursor orgánico. El exceso de agente sulfatante se neutraliza a continuación por el componente alcalino para formar sulfato de sodio. En caso de que se utilice oleum como agente sulfatante contra sulfato de sodio, para generar una fuente de sulfato de sodio en el producto una ventaja de densidad y de costo/disponibilidad favorece el uso de oleum. Costo y disponibilidad es naturalmente una ventaja aparente apreciable mientras que el factor de densidad permite equipos de almacenajes equivalentes para tener un peso mayor de oleum como opuesto al sulfato sódico anhidro.

Una ventaja adicional para reducir el contenido en agua de la masa de reacción reside en la diferencia de humedad incorporada frente a los silicatos anhidros en las composiciones detergentes. La mayoría de los productos detergentes requieren la presencia de silicatos de metal alcalino para proporcionar un beneficio de anti-corrosión a las superficies de las máquinas de lavar expuestas así como para proporcionar granulados no-adherentes, por ejemplo granulados con terrones o que no fluyen libremente bajo condiciones de humedad.

Los silicatos, como se ha indicado anteriormente, pueden agregarse a la mezcla soportada que contiene la masa de reacción como un material húmedo o seco. Si el agua contenida en la mezcla soportada es poca, como se obtiene en la presente invención, entonces puede agregarse una lechada de silicato húmedo a la mezcla soportada. Si el agua contenida en el soporte es ya bastante, procedente de la masa de reacción acuosa, entonces es usualmente necesario agregar silicato anhidro para reducir el contenido en agua del soporte para disminuir la car-

ga a secar cuando se transforma la mezcla soportada en granu-
lados. Carga a secar tal como se ha usado anteriormente se de-
fine como la energía térmica necesaria para eliminar agua en
formulaciones granulares. También se ha observado que no opo-
niéndose al uso de costosa energía para secar la mezcla sopor-
5 tada, puede alcanzarse un punto en el que la mezcla soportada
es demasiado húmeda como para ser secada en torres convencio-
nales de secado por pulverización tal como se describe en las
patentes U.S. 3.629.951 y 3.629.955, ambas concedidas a R.P.
10 Davis et al el 28 de diciembre de 1971, que son incorporadas
aquí como referencia.

Se ha visto pues que reducir el contenido en agua de
la masa de reacción y subsecuentemente de la mezcla soportada
es muy deseable. Para reducir efectivamente el contenido en
15 agua de la masa de reacción es necesario que el sulfato de so-
dio esté sobresaturado en relación con el agua. Esto no es
indeseable ya que el sulfato de sodio no puede ser eliminado
económicamente en una operación continua para la fabricación
de detergente y en cualquier caso el sulfato de sodio es un
20 ingrediente muy deseable, especialmente por su cualidad de
actuar como estructurante para impedir la adherencia de los
gránulos, como se ha indicado anteriormente en la discusión
referente a la función del silicato.

Se ha observado, no obstante que, cuando la masa de
25 reacción se hace pasar a través de un intercambiador de calor
con el sulfato de sodio en una condición sobresaturada, el in-
tercambiador de calor sufre inmediatamente una reducción de ca-
pacidad de transferencia de energía térmica.

Esta pérdida de capacidad de transferencia de ener-
30 gía se ha determinado que es provocada por la deposición de

sulfato sódico anhidro en el intercambiador de calor. Además, la pérdida de capacidad de transferencia de energía continúa hasta que el intercambiador de calor está completamente taponado con la masa de reacción. Así, mientras que es extremadamente deseable operar el procedimiento de fabricación de detergente bajo condiciones en la que el sulfato de sodio esté sobresaturado en la masa de reacción, esto es impracticable, si no efectivamente imposible, de hacerse.

La dificultad, que la presente invención remedia, es provocada por el sulfato de sodio cuando está sobresaturado en la masa de reacción acuosa en las superficies de los conductos pequeños en el intercambiador de calor y continúa precipitando hasta que todo el intercambiador de calor está taponado con el sulfato de sodio precipitado. En este punto si existe únicamente un único intercambiador de calor, debe detenerse la reacción de neutralización así como la sulfatación previa y el intercambiador de calor debe ser retirado y limpiado o chorreado con agua para eliminar el sulfato de sodio precipitado.

Alternativamente, la reacción de sulfatación puede continuar para proceder a continuación con la reacción de neutralización, no obstante, en este caso es preciso un coste adicional de capital para proporcionar una serie paralela de intercambiadores de calor a través de los cuales la masa de reacción neutralizada puede pasar mientras que el primer intercambiador de calor se somete a eliminación del sulfato de sodio. Ambas alternativas son costosas y extremadamente indeseables.

Una segunda alternativa es la de efectuar el proceso de la masa de reacción con suficiente agua presente de modo que el sulfato de sodio no esté nunca saturado en la masa de reacción. No obstante, tal procedimiento requiere grandes can

tidades de agua que, como se ha indicado anteriormente, es indeseable.

5 Teniendo en cuenta el alto grado de interés en operar en los intercambiadores de calor con elevada capacidad cuando se elimina calor de la mezcla ácida de detergente neutralizada se desarrollan los siguientes objetos de la presente invención.

Es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para eliminar rápida y económicamente calor de una mezcla ácida de detergente neutralizada.

10 Otro objeto de la presente invención consiste en preparar una mezcla acuosa de sulfato de sodio sobresaturado y la sal de sodio de un ácido sulfúrico o sulfónico orgánico que tenga como una etapa de procedimiento el enfriamiento de la mezcla en un intercambiador de calor en el que el medio de refrigeración es mantenido a una temperatura inferior a la que el sulfato de sodio anhidro es formado.

15 A lo largo de la memoria descriptiva y reivindicaciones, los porcentajes y proporciones serán en peso y las temperaturas en grados centígrados a menos que se indique otra cosa.

20 El procedimiento para eliminar energía térmica de una mezcla acuosa de sulfato de sodio y de sal sódica de un ácido sulfúrico o sulfónico orgánico o sus mezclas comprende las etapas de:

25 (a) hacer reaccionar el ácido sulfúrico o sulfónico orgánico y un exceso de agente sulfatante con un componente alcalino con lo que se forma una solución sobresaturada con respecto al sulfato de sodio; y

30 (b) enfriar la masa de reacción formada en la etapa (a) en un intercambiador de calor mientras que se mantiene el

medio intercambiador de calor a una temperatura inferior al punto en el que se forma sulfato de sodio anhidro, con lo cual se disminuye la deposición de sulfato de sodio en el intercambiador de calor.

5 La presente invención, tal como se ha indicado anteriormente, describe un método para eliminar energía térmica de una mezcla acuosa de sulfato de sodio y de la sal sódica de un ácido sulfúrico o sulfónico orgánico, mientras que se evita la deposición de sulfato de sodio en el intercambiador
10 de calor por mantenimiento del medio refrigerador dentro del intercambiador de calor en un margen de temperatura estrechamente definido.

 De hecho, la presente invención se utiliza ventajosamente en todo momento en que sea necesario eliminar energía
15 térmica de una solución sobresaturada de sulfato de sodio. Normalmente el sulfato de sodio se prepara como un producto comercial en los procedimientos de fabricación de rayón en los que ácido sulfúrico en exceso se hace reaccionar con un componente alcalino. Así, la presente invención tiene utilidad fuera del
20 campo de los productos detergentes y los aspectos descritos no detergentes de la invención son empleados ventajosamente.

 Para los productos detergentes, la presencia del nivel deseado del sulfato de sodio en el producto final va acompañada por un uso excesivo de agente sulfatante que está presente al agregar la mitad aniónica al precursor detergente y
25 entonces se neutraliza el exceso de agente sulfatante.

 Para el propósito de esta invención el término "precursor detergente" incluye cualquier material cuya sulfatación subsiguiente sea capaz de neutralización para formar un agente
30 de superficie activa. Ejemplos de tales agentes de superficie

activa son alquilbenceno sulfonados, alquil éter sulfatos, alquil sulfatos, olefin sulfonatos, parafin sulfonatos, alfa-sulfocarboxilatos, alfa-sulfocarboxilato alquilatos y mezclas de los mismos. Tales surfactantes están indicados con propósitos de ejemplificación pero la presente invención no está limitada a tales agentes de superficie activa. Otros materiales que pueden ser sulfatados o sulfonados dentro del ámbito de la presente invención, y abarcados dentro del término de ácidos sulfúrico o sulfónico orgánicos, incluyen ácido tolueno y benceno sulfónico así como ácidos cumeno sulfónicos.

El término "agente sulfatante" es intercambiable por el de "agente sulfonante", y ejemplos de tales materiales son ácido sulfúrico, oleum, ácido clorosulfónico, y trióxido de azufre. El oleum se define como un material que es una mezcla de ácido sulfúrico y trióxido de azufre. El oleum es el agente sulfatante preferido de la presente invención.

En la práctica la cantidad de agente sulfatante precisa para sulfatar completamente el precursor detergente es mayor que la cantidad real de agente sulfatante que es precisa en una base estequiométrica. Convenientemente la cantidad real de agente sulfatante usada está relacionada con la fuerza del ácido gastado que se define por la ecuación siguiente:

$$\% \text{ de fuerza del ácido gastado} = \frac{100 (\text{moles en exceso de } SO_3) \times \text{mol.peso } H_2SO_4}{(\text{moles en exceso de } SO_3) \times \text{mol.peso } SO_3 + (H_2O)} \quad (I)$$

donde (exceso de SO_3) es el trióxido de azufre introducido a la reacción por encima de la usada en la sulfatación. Este exceso de trióxido de azufre y el ácido sulfúrico presente es subsecuentemente neutralizado para formar sulfato de sodio. La cantidad (H_2O) es el agua introducida en el sistema o que está pre

sente durante el proceso de sulfatación. El porcentaje de fuerza del ácido gastado es una medida de la disponibilidad de trióxido de azufre que puede ser usado para la sulfatación o sulfonación. En otras palabras, si el trióxido de azufre reacciona en una base molar de uno a uno con el precursor detergente para dar un producto sulfatado, la presencia de agua en el sistema disminuirá la cantidad de trióxido de azufre disponible para la sulfatación del precursor detergente. Así, es deseable minimizar la cantidad de agua presente durante la etapa de sulfatación. La fuerza del ácido gastado, tal como se describe más detalladamente a continuación, es preferentemente de aproximadamente 90 % a aproximadamente 103 %.

La segunda reacción química efectuada a continuación en la presente invención es la formación de la solución sobresaturada de sulfato de sodio. Esta reacción se efectúa por neutralización del precursor detergente sulfatado y el agente sulfatante no reaccionado con un componente alcalino.

El componente alcalino es cualquier material que funcione como una base de Lewis, es decir, un material que consume iones hidrógeno para formar agua. El componente alcalino más comúnmente utilizado en la presente invención será el hidróxido de sodio o el carbonato de sodio. Otros materiales convenientes, no obstante, incluyen hidróxido de potasio, carbonato de potasio, y sales parcialmente neutralizadas tales como bicarbonatos y sesquicarbonatos. El primer aspecto de la presente invención consiste en detalle en el sistema de sulfatación para formar el ácido sulfúrico o sulfónico orgánico a partir del precursor del detergente.

La sulfatación o la sulfonación de varios componentes orgánicos, cuando se efectúa con oleum o ácido sulfúrico, puede

efectuarse a escala continua tanto como en un sistema de cuba principal o en una base de una simple carga. Para los fines de la presente invención, las ventajas pueden obtenerse bien en una reacción de carga simple o en un proceso continuo.

5 A. Sistema discontinuo

El procedimiento discontinuo es una operación que comprende agregar el agente sulfatante y el precursor detergente orgánico con el que debe ser sulfatado o sulfonado en una cuba.

10 La reacción inicial en el procedimiento discontinuo se produce rápidamente hasta su completación debido a la elevada concentración de los reactantes. No obstante, la concentración final del producto orgánico sulfatado en la mezcla ácida será baja debido a la pobre mezcla que se encuentra en el
15 procedimiento discontinuo. El rendimiento en un procedimiento discontinuo puede ser, no obstante, incrementado por agitación del sistema mediante cualquier medio conveniente.

El producto obtenido a partir del procedimiento discontinuo comprende el producto de reacción sulfatado así como
20 cualquier exceso de agente de sulfatación y precursor detergente no reaccionado. La mezcla ácida resultante descrita anteriormente se procesa ulteriormente para eliminar el exceso de agente sulfatante, o la mezcla ácida puede ser neutralizada con el exceso de agente sulfatante presente. Preferentemente,
25 la mezcla ácida no tiene exceso de agente sulfatante, retirado antes de la neutralización, de modo que el sulfato de sodio estará presente bajo condiciones de sobre-saturación en la masa de reacción. La masa de reacción conocida también como pasta es transportada por medios convencionales al intercambiador
30 de calor.

B. Cuba principal

La cuba principal es la más comúnmente usada en procesos de sulfatación con oleum o ácido sulfúrico. La cuba principal proporciona una producción continua de una mezcla ácida.

5 En contraste con el procedimiento discontinuo, la cuba principal permite la preparación de una mezcla ácida bajo condiciones de reacción mucho más controladas.

10 En el procedimiento de cuba principal los reactantes son inyectados en una corriente de recirculación de los productos de reacción. El calor de reacción que es considerable en un proceso de sulfatación o sulfonación se disipa de este modo en la mezcla ácida de recirculación lo cual facilita la eliminación del calor y el mezclado. En una cuba principal ideal los reactantes son completamente distribuidos en el sistema de modo que todas las partes de la cuba tienen una composición
15 idéntica, cuyo tiempo medio de reacción es igual al volumen del sistema dividido por la velocidad de paso del efluente. A este respecto, efluente se define como la mezcla ácida que se extrae del sistema para ser procesada ulteriormente, tal como una formación de pasta. En el sistema de cuba principal la proporción de recirculación determinará el grado de aproximación al sistema ideal. Proporciones de recirculación típicas que estarían muy de acuerdo con el material a ser sulfatado están comprendidas entre 15:1 a 40:1 con una media de 25:1. Así, una proporción de recirculación de 25:1 indica que por cada parte de
20 efluente, son recirculadas 25 partes de mezcla ácida al sistema. La proporción de recirculación indica pues la cantidad máxima de nuevos reactantes que puede entrar en el sistema; así la proporción en que el efluente abandona el sistema es igual
25 a la velocidad con que los nuevos reactantes entran en el sistema
30

ma.

En contraste con un sistema discontinuo en el que la reacción es inicialmente constante mientras los reactantes tienen una concentración elevada cuya velocidad disminuye cuando los reactantes se han consumido, la cuba principal proporciona un sistema en el que los reactantes están a su concentración final y por esto la reacción es relativamente lenta. El largo tiempo de reacción para completar la reacción de sulfatación es el inconveniente más notable del sistema de cuba principal. El inconveniente anteriormente citado no obstante se compensa de forma notable por la capacidad de eliminación de calor en la cuba principal dando por resultado un material menos carbonizado.

Para evitar usar una cuba principal con un volumen demasiado grande o aumentos notables de la proporción de recirculación, se ha sugerido eliminar la mezcla ácida efluente del sistema antes de que la reacción de sulfatación sea completa. El efluente que ha sido sustancialmente reaccionado se hace pasar entonces a través de un serpentín de longitud suficiente como para permitir que continúe la reacción de sulfatación hasta completación a pesar de la ausencia de mezclado. El uso del serpentín es posible debido a que el efluente ha sido sustancialmente reaccionado en la cuba principal, así requiere poco o nada de transferencia de calor en el serpentín de reacción. La longitud del serpentín y la proporción de recirculación pueden variarse entonces de modo que varios materiales sulfatables puedan alcanzar un máximo de completación de la reacción con los cortos periodos de tiempo en la cuba principal y en el serpentín.

Si deben sulfatarse dos componentes que requieren di

ferentes fuerzas de ácido gastado para completación y calidad, pueden emplearse series de sulfatación en la cuba principal.

Series de sulfatación es un sistema en el que un componente se sulfata en primer lugar tal como se ha indicado anteriormente, y a continuación la mezcla ácida se usa como diluyente para la sulfatación del segundo material. Una práctica común es la de sulfonar un alquilbenceno primero y a continuación combinar la mezcla ácida con un alcohol graso o un alcohol etoxilado antes de la sulfatación de los últimos materiales.

La mezcla ácida que sigue el procedimiento descrito anteriormente se convierte entonces bien en pasta o en masa de reacción tal como se ha indicado bajo la discusión de la neutralización anterior.

C. Sulfonación en película

Muchos precursores detergentes pueden ser sulfonados usando métodos de sulfonación en película. Básicamente los procedimientos en un reactor de película comprenden introducir el precursor detergente por la cabeza de un recipiente de reacción tal que se forme una delgada película en las paredes del recipiente. La película está continuamente expuesta a un agente de sulfatación gaseoso mientras la película se mueve a lo largo de la superficie del recipiente de reacción. El agente sulfatante puede ser trióxido de azufre o trióxido de azufre diluido con un gas que sea inerte en el procedimiento tal como dióxido de azufre.

Ejemplos de precursores detergentes convenientes que pueden ser sulfatados en el procedimiento de película son alcoholes etoxilados, alfa-olefinas y ácidos alifáticos carboxílicos. Además técnicas de reactor de película están descritas en las patentes U.S. 3.346.505; 3.309.392; 3.531.518 y 3.535.339

incorporadas aquí como referencia.

D. Agente sulfatante

5 Tal como se ha indicado anteriormente en esta solicitud el término "agente sulfatante" debe usarse en su sentido genérico indicando un material que es capaz de sulfatar o sulfonar otro compuesto. Los agentes de sulfatación con los que la presente invención está relacionada en primer lugar son ácido sulfúrico, oleum, ácido clorosulfónico y trióxido de azufre. El uso práctico de ácido sulfúrico como agente sulfatante está limitado a aquellos casos en que se usa el 100 % del ácido sulfúrico, como la fuerza de ácido gastado es, por otra parte, demasiado baja para asegurar la sulfatación del precursor detergente. El ácido clorosulfónico se emplea normalmente en una reacción discontinua mientras que el trióxido de azufre diluido con un gas inerte es empleado en un reactor de película.

10 El oleum, que es una mezcla de ácido sulfúrico y trióxido de azufre, es el agente sulfatante preferido en la presente invención cuando la sulfatación se efectúa en un procedimiento discontinuo o en un sistema de cuba principal. La fuerza de ácido del oleum usado puede ser de hasta 65 %; no obstante, el margen preferido de la fuerza ácida del oleum está comprendida entre 10 % y 40 %. La fuerza ácida se define como el porcentaje de una mezcla de trióxido de azufre y ácido sulfúrico que es trióxido de azufre. Así, una fuerza ácida del 10 % es 10 partes de trióxido de azufre y 90 partes de ácido sulfúrico.

20 La elección de la fuerza del oleum usado depende de factores tales como del grado deseado de completación de la sulfatación en la cuba principal, de las limitaciones de la capa-

cidad de intercambio de calor con lo cual, concentraciones elevadas de oleum dan por resultado temperaturas de reacción sustancialmente elevadas, del grado de carbonación que puede ser tolerado y de la elección del material a ser sulfatado.

5 Los materiales particulares de interés en la presente invención son alquilbencenos, alcoholes grasos y alcoholes etoxilados, aun cuando otros precursores detergentes son utilizados en la presente invención tales como alfaolefinas, ácidos grasos y ésteres de ácidos grasos u otros compuestos orgánicos sulfatables.

10 Tal como se usa aquí el término "compuesto sulfatable", es el material con el que reacciona el agente sulfatante para formar el ácido sulfúrico o sulfónico orgánico.

15 Un alquilbenceno que puede incluir algo de material de cadena ramificada en el grupo alquilo se sulfona preferentemente con ácido sulfúrico u oleum en la posición para, con cantidades menores de sulfonación en otras posiciones en el anillo bencénico. La sulfonación del alquilbenceno es una reacción irreversible; no obstante, la presencia de agua en el sistema puede reducir la fuerza del ácido gastado hasta un punto en el que la reacción de sulfonación no se produzca. Por debajo de una fuerza de ácido gastado de aproximadamente 20 90 %, la reacción de sulfonación no se produce mientras que a concentraciones de ácido gastado por encima del 100 %, se hacen molestas reacciones secundarias que afectan al color de la 25 pasta neutralizada y al olor. Concentraciones de ácido gastado pueden estar comprendidas entre 95 % y 103 %, preferentemente entre 98,0 % y 101 % para la completación mejor posible de la sulfonación del alquilbenceno con carbonación aceptable. 30 Las reacciones secundarias a las que se ha aludido anteriormen

te pueden incluir oxidación, deshidratación y reagrupamiento del radical alquilo del alquilbenceno. La fuerza de ácido aparente del oleum usado con un alquilbenceno debe estar comprendida entre aproximadamente 100 % y aproximadamente 122,5 %, preferentemente entre 102 % y 122,5 % aproximadamente. La fuerza de ácido aparente se define como la cantidad de ácido sulfúrico que puede formarse a partir del oleum si todo el trióxido de azufre se convirtiese en ácido sulfúrico. Así, por convención, una mezcla de 30 partes de trióxido de azufre y 70 partes de ácido sulfúrico tiene una fuerza de ácido aparente de 106,75 %.

La sulfonación de un alquilbenceno se efectúa preferentemente en una cuba principal con una temperatura mantenida entre 29°C y 65°C, preferentemente entre 43°C y 55°C, con una proporción de recirculación mayor que 15:1 y preferentemente superior a 25:1. La proporción en peso de alquilbenceno a agente sulfatante está comprendida entre 1:8 y 7:1 aproximadamente, preferentemente entre 1:4 y 10:3. Cadenas alquilo en el alquilbenceno contienen de 9 a 15 átomos de carbono, preferentemente entre 11 y 12 átomos de carbono.

La reacción de sulfatación de un alcohol graso, que tiene preferentemente de 10 a 20 átomos de carbono, se efectúa rápidamente pero es reversible en presencia de agua. Alcoholes grasos cuando son sometidos a sulfatación están también inclinados a dar reacciones resultantes en la formación de alquenos, éteres, ésteres y aldehidos. Una fuerza de ácido gastado elevada minimiza la hidrólisis reversible pero aumenta las reacciones de deshidratación y de oxidación citadas anteriormente.

El margen de temperatura en el que la sulfatación de un alcohol se efectúa de modo más favorable en un sistema de

5 cuba principal está comprendida entre 29°C y 65°C, y preferen-
temente entre 38°C y 52°C con una proporción de recirculación
superior a 15:1 y preferentemente superior a 25:1. La fuerza
de ácido aparente usado en la sulfatación de un alcohol graso
debe estar comprendida entre 100 % y 122,5 % aproximadamente,
preferentemente entre 102 % y 122,5 % aproximadamente. La
fuerza del ácido gastado se mantiene preferentemente en el mar-
gen de 90 % a 103 % aproximadamente y preferentemente entre
95 % y 101 % aproximadamente. La relación en peso del agente
10 sulfatante al alcohol graso está comprendida entre 3:1 y 1:4
aproximadamente, preferentemente entre 2:1 y 1:2 aproxima-
damente. Preferentemente el alcohol graso contiene de 8 a 24
átomos de carbono siendo especialmente adecuados materiales de
fracciones de sebo.

15 La sulfatación de un alcohol etoxilado puede efec-
tuarse por oleum o ácido sulfúrico bien en un procedimiento
discontinuo, bien en un proceso de cuba principal, o bien la
sulfatación en película.

20 La fuerza de ácido aparente usada en la sulfatación
de un alcohol etoxilado debe estar comprendida entre 100 % y
122,5 % aproximadamente, preferentemente entre 102 % y 122,5 %
aproximadamente. La sulfatación del alcohol etoxilado puede
efectuarse a una temperatura comprendida entre 29°C y 65°C
aproximadamente y preferentemente entre 40°C y 55°C aproxima-
25 damente. El porcentaje de fuerza de ácido gastado que resulta
de la preparación de un alquil éter ácido sulfúrico debe mante-
nerse entre 90 % y 103 % aproximadamente, y preferentemente en-
tre 95 % y 101 % aproximadamente con una proporción de recircu-
lación superior a 15:1, preferentemente superior a 25:1. La
30 proporción en peso del agente sulfatante al alcohol etoxilado

está comprendida entre 7:1 y 1:10, preferentemente entre 3:1 y 1:3 aproximadamente.

5 El alcohol etoxilado tiene preferentemente un radical alquilo con 8 a 24 átomos de carbono y 1 a 30 grupos etoxi. Un precursor detergente preferido es el alcohol etoxilado con una cadena alquilo con una longitud de cadena media que varía entre 12 y 16 átomos de carbono y el grado medio de etoxilación de dicha mezcla variando entre 1 y 4 moles de óxido de etileno, comprendiendo dicha mezcla:

10 (a) de 0 % a 10 % aproximadamente en peso de dicha mezcla de alcohol etoxilado de compuestos que contienen 12 ó 13 átomos de carbono en el radical alquilo;

(b) de 50 % a 100 % aproximadamente en peso de dicha mezcla de alcohol etoxilado de compuestos que contengan de 14 ó 15 átomos de carbono en el radical alquilo;

(c) de 0 % a 45 % en peso aproximadamente de dicha mezcla de alcohol etoxilado de compuestos que contengan 16 ó 17 átomos de carbono en el radical alquilo;

20 (d) de 0 % a 10 % en peso aproximadamente de dicha mezcla de alcohol etoxilado de compuestos que contengan 18 ó 19 átomos de carbono en el radical alquilo;

(e) de 0 % a 30 % en peso aproximadamente de dicha mezcla de alcohol etoxilado de compuestos que tengan un grado de etoxilación cero;

25 (f) de 45 % a 95 % en peso aproximadamente de dicha mezcla de alcohol etoxilado de compuestos que tengan un grado de etoxilación comprendido entre 1 y 4;

(g) de 5 % a 25 % en peso aproximadamente de dicha mezcla de alcohol etoxilado de compuestos que tengan un grado de etoxilación de 5 a 8; y

30

(h) de 0 % a 15 % en peso aproximadamente de dicha mezcla de alcohol etoxilado de compuestos que tengan un grado de etoxilación superior a 8.

5 Un componente deseable en una mezcla ácida que contenga un alquil éter ácido sulfúrico u otro ácido sulfúrico o sulfónico orgánico es un auxiliar de reducción de viscosidad tal como ácido benzoico. El uso de ácido benzoico para reducir la viscosidad está descrito en la patente U.S. 3.957.671, concedida el 18 de mayo de 1976 a Sagel et al incorporada aquí como referencia. Preferentemente la proporción en peso del ácido benzoico al ácido sulfúrico o sulfónico orgánico es de 10 1:1 a 1:100 aproximadamente.

15 Alfa-olefinas que tengan de 10 a 24 átomos de carbono y ácidos grasos que tengan de 8 a 20 átomos de carbono y los ésteres de ácidos grasos con 1 a 14 átomos de carbono en el radical alcohol pueden ser convertidos en ácidos sulfúrico o sulfónico orgánicos y neutralizados dentro del ámbito de la presente invención. Las mezclas ácidas anteriores dan respectivamente, tras sulfatación, sulfonatos de alfa-olefinas, ácidos 20 alfa-sulfocarboxílicos y sus ésteres.

Tal como se ha usado anteriormente, los ésteres de ácidos alfa-sulfocarboxílicos son conocidos también como alquilatos de alfa-sulfocarboxilato. Un material adicional que puede ser sulfonado y neutralizado en el ámbito de la presente invención son parafinas sulfonadas que tengan de 10 a 24 átomos 25 de carbono.

Un sistema surfactante preferido y por tanto una masa de reacción preferida comprende alquilbenceno sulfonato, alquil sulfato, y alquil éter sulfato en una proporción en peso 30 respectiva de 0,5:1:2,0 aproximadamente a 2,0:1:0,5 aproxima-

damente. La proporción en peso del ácido sulfúrico o sulfónico orgánico al agua en la masa de reacción es de 2:1 a 1:2 aproximadamente, preferentemente de 10:16 a 1:1 aproximadamente.

5 E. Etapa de neutralización

Las composiciones detergentes se venden ordinariamente como materiales sólidos y por tanto es necesario convertir el ácido sulfúrico o sulfónico orgánico, que es un líquido viscoso, en una sal total o parcialmente neutralizada. La neutralización puede efectuarse por componentes alcalinos adecuados tal como se ha indicado anteriormente, que incluyen carbonato de sodio, hidróxido de sodio, y las sales ácidas de carbonatos tales como bicarbonatos y sesquicarbonatos. Los componentes anteriormente citados son únicamente aquellos que son usados convenientemente, y de hecho, cualquier base de Lewis que contenga sodio puede ser usada. Debe observarse además que otras bases de Lewis no sódicas pueden emplearse con la base de Lewis que contiene sodio. Es preferible, tal como se ha indicado anteriormente, que la masa de reacción en el procedimiento reivindicado debe contener el sulfato de sodio en sobresaturación después de la etapa de neutralización. Esto, naturalmente, significa que durante la eliminación de la energía térmica, después de la neutralización, el sulfato de sodio estará sobresaturado dentro del o de los intercambiador(es) de calor. El pH de la masa de reacción está comprendido convenientemente entre 6 y 12 aproximadamente.

Después del procedimiento de neutralización, la mezcla acuosa que contiene el ácido sulfúrico o sulfónico orgánico neutralizado, el sulfato de sodio, pequeñas cantidades del componente alcalino, se hace pasar a través de uno o mas inter

cambiadores de calor para disminuir la temperatura de la masa de reacción también conocida como la pasta.

5 Es pues deseable frecuentemente recircular una porción de la pasta neutralizada. La mezcla ácida no neutralizada se agrega a la corriente de la pasta de recirculación para diluir la mezcla ácida y control ulterior de la temperatura antes de la neutralización. Esta operación es conocida como recirculación de pasta y evita diluir la mezcla ácida con componentes que son indeseables en el producto final, es decir, 10 agua. La proporción de recirculación de pasta es mas preferentemente superior a 5:1, y mas preferentemente superior a 10:1 de partes de pasta por parte de mezcla ácida. La porción de pasta neutralizada, que no se recicla, se extrae para ulterior procesado en la composición detergente.

15 Se ha observado anteriormente que cualquiera de los diferentes intercambiadores de calor convencionales puede usarse en la presente invención. Mas comúnmente, no obstante, el tipo de intercambiador de calor que será usado en la presente invención, es un conducto grande a través del cual pasa la mezcla acuosa que contiene sulfato de sodio sobresaturado, preferentemente con turbulencia para facilitar la mezcla. En la parte interna del conducto grande hay uno o más conductos pequeños a través de los cuales fluye el medio refrigerante. Intercambiadores de calor adecuados como anteriormente se ha indicado 20 son manufacturados por American Standard of Buffalo, N.Y. 14240. Tales dispositivos están descritos en detalle en el American Standard Bulletin 104-24 5 M 7-72KC, incorporado aquí como referencia.

30 El medio de refrigeración más conveniente será naturalmente el agua a la temperatura requerida. No obstante, cual-

quier medio de refrigeración puede usarse a condición de que pueda eliminar rápidamente el calor de la corriente de pasta que fluye a través del conductor grande. Es preferible pero no necesario, que la velocidad de flujo del medio de refrigeración cuando pase a través de los conductos pequeños sea suficiente como para efectuar flujo turbulento que minimice la cantidad de refrigerante requerido para una cantidad de pasta dada. Esto minimiza no solamente la cantidad de medio de refrigeración que debe ser usado, sino también la cantidad de espacio que debe ocuparse dentro del conducto grande por los conductos pequeños que contienen el medio de refrigeración. Las paredes del conducto pequeño por convención están construidas para transferir rápidamente el calor de la masa de reacción al medio de refrigeración.

Tal como se ha indicado anteriormente, la temperatura del medio de refrigeración debe mantenerse por debajo de la temperatura a la cual se forma sulfato de sodio anhidro. Preferentemente el intercambiador de calor trabajará de modo que el medio de refrigeración esté mantenido por debajo de $37,7^{\circ}\text{C}$, preferentemente entre 15°C y $37,7^{\circ}\text{C}$ aproximadamente, más preferiblemente entre 20°C y 36°C aproximadamente. Puesto que el objeto de utilizar el o los intercambiador(es) de calor es el de eliminar energía térmica de la masa de reacción, es preferible que la temperatura de la masa de reacción, cuando sale del último intercambiador de calor en las series esté comprendida en un margen de 100°C a 50°C aproximadamente, preferentemente entre 95°C y 60°C aproximadamente.

Sin querer comprometerse con ninguna teoría particular, se piensa que el descubrimiento de la propiedad de crecimiento de cristales controlado explica la presente invención.

5 Esto es, como el sulfato de sodio está sobresaturado, casi ninguna perturbación produce dentro de la masa de reacción la precipitación del sulfato de sodio. Infelizmente, el sulfato de sodio en su forma anhidra se deposita sobre las superficies dentro del intercambiador de calor. Eventualmente si no se hace nada para contrarrestar el depósito, el sistema se taponará completamente con el sulfato de sodio. Tal como se ha mencionado anteriormente, naturalmente, esto requiere que el sistema sea retirado, o que el sistema no sea operado bajo condiciones de sobresaturación, ninguna de cuyas alternativas es deseable. Se ha descubierto, no obstante, que si el medio de refrigeración dentro del intercambiador de calor se mantiene por debajo de la temperatura a la que se forma el sulfato de sodio anhidro, el sistema puede operarse continuamente sin que sea preciso retirar el intercambiador de calor.

10 Se piensa que, en el presente sistema, por control de la temperatura del medio de refrigeración, los hidratos de sulfato de sodio tales como el heptahidrato o decahidrato se depositarán sobre el conducto que contiene el medio de refrigeración. En teoría se forma una capa delgada de los hidratos en el conducto que contiene el medio de refrigeración y crece muy lentamente en la corriente de pasta que fluye alrededor del conducto pequeño. El hidrato de sulfato de sodio tiene un calor de formación inferior que la forma anhidra. Esta propiedad térmica de los sulfatos es importante cuando se considera que la sal hidratada estará expuesta a temperatura extrema durante el paso de la corriente de pasta en el intercambiador de calor. Puesto que la sal hidratada en el conducto que contiene el medio de refrigeración continúa creciendo dentro de la corriente de pasta, se alcanza un punto en el que el hidrato no es ya térmica-

mente estable y el sulfato de sodio anhidro comienza a depositarse en el sulfato de sodio hidratado. Lo que es mas interesante, la sal hidratada y la sal anhidra no forman una interfase estable. Debido a la falta de estabilidad la sal anhidra se desprende en forma de costra en la corriente de pasta flu-
yente y es extraida fuera del intercambiador de calor. De esta forma las sales hidratadas no pueden continuar creciendo dentro de la corriente de pasta cuando la temperatura de la pasta es superior al calor de formación del hidrato.

Asi mientras que algo de la capacidad de intercambio térmico es perdida debido al depósito de sales hidratadas, la naturaleza auto-limitadora del crecimiento de cristales asegura que el intercambio de calor se efectúa eficazmente sin la necesidad de retirar para eliminar el tapón de sulfato de sodio hidratado o anhidro. Por tanto, debido a las propiedades térmicas únicas del sistema como un todo es posible refrigerar una mezcla de sulfato de sodio sobresaturado.

Para mantener el máximo de eficacia del presente sistema, así como para asegurar que la máxima cantidad de sulfato de sodio esté en el producto final, es deseable que la proporción en peso del sulfato de sodio a la de agua en la pasta o masa de reacción dentro del intercambiador de calor debe estar comprendida entre 100:60 a 42:100 aproximadamente, más preferentemente entre 40:30 y 45:1000 aproximadamente. El agua contenida es más completamente definida como el total de agua libre o combinada dentro del sistema.

Los siguientes son ejemplos de la presente invención.

EJEMPLO 1

Se prepara una mezcla ácida detergente con oleum que tiene una fuerza de ácido de 106,75 %. La mezcla ácida con

ácido sulfúrico en exceso presente se neutraliza entonces con solución de hidróxido de sodio acuosa para dar una pasta (masa de reacción) que comprende en partes:

- 5 7,0 de dodecil benceno sulfonato sódico
- 5,5 de hexadecil trietoxi sulfato sódico
- 5,5 de sebo sulfato de sodio
- 12,0 de sulfato de sodio
- 23,0 de agua
- trazas de trióxido de azufre libre
- 10 trazas de sosa libre.

15 La pasta que está a una temperatura de aproximadamen-
te 65^o C se introduce entonces en un intercambiador de calor,
American Standard SSCF de dos pasos, modelo número 06800. La
pasta fluye a través del intercambiador de calor bajo condicio-
nes de flujo turbulento. El medio de refrigeración en el in-
tercambiador de calor es agua que entra en el intercambiador de
calor a aproximadamente 29^oC y sale a aproximadamente 34^oC. La
velocidad del agua es tal que se produzca un flujo turbulento
en el intercambiador de calor.

20 Cuando se opera bajo las condiciones dadas anterior-
mente el intercambiador de calor requiere solamente un entrete-
nimiento de rutina. Por el contrario, un sistema idéntico que
opere a una temperatura del medio de refrigeración de 50^oC per-
derá sustancialmente la capacidad de transferencia del calor y
25 flujo de la pasta en aproximadamente 1/2 hora y requerirá una
retirada para eliminar el sulfato de sodio acumulado después
de 3 horas aproximadamente.

EJEMPLO 2

30 Se repite el ejemplo 1 usando como partes de pasta
a ser refrigerada:

17 de dodecil benceno sulfonato de sodio, o
17 de sebo alcohol sulfato de sodio
14 de sulfato de sodio
22 de agua

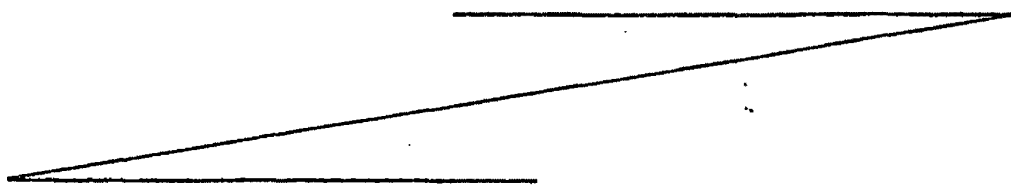
5 trazas de trióxido de azufre libre
trazas de sosa libre.

Se obtienen resultados sustancialmente similares a los del ejemplo 1. Se obtienen también resultados similares cuando el ejemplo anterior se modifica a un sistema surfactante que contenga 18 partes, 16 de las cuales son hexadecil trietoxi sulfato de sodio y 2 partes de sebo alcohol sulfato.

EJEMPLO 3

15 Se neutraliza completamente ácido sulfúrico que es 85 % activo (15 % H₂O) con hidróxido de sodio anhidro. La masa de reacción se hace pasar a continuación a través de un intercambiador de calor como el definido en el ejemplo 1. El medio de refrigeración (agua) en el intercambiador de calor se mantiene a 30°C y la masa de reacción se enfría de 95°C a 90°C. Como ejemplo comparativo el mismo sistema con el medio de refrigeración mantenido a 40°C se tapona con sulfato de sodio como oposición a la operación según la presente invención.

25 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

5
10
15
20

1ª.- Procedimiento para disipar energía térmica de una mezcla acuosa de sulfato sódico y la sal sódica de un ácido sulfúrico o sulfónico orgánico o de mezclas de ambos, caracterizado porque comprende las etapas de: (a) reaccionar el ácido sulfúrico o sulfónico orgánico y agente sulfatante en exceso con un componente alcalino, para formar una solución supersaturada con respecto al sulfato sódico; y (b) enfriar la masa de reacción formada en la etapa (a) en un intercambiador de calor mientras se mantiene el medio de enfriamiento del intercambiador de calor a una temperatura por debajo del punto en el cual se forma sulfato sódico anhidro; con lo cual se disminuye la deposición de sulfato sódico en el intercambiador de calor.


2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el medio de enfriamiento se mantiene a menos de 37,7°C.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la relación en peso del sulfato sódico al agua en la masa de reacción es de 100:60 a 42:100 aproximadamente.

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ácido sulfúrico o sulfónico orgánico se elige entre ácido alquilbencenosulfónico, ácido alquilsulfúrico, ácido alquiletersulfúrico, ácido olefinsulfónico, ácido alquilsulfónico, ácido alfa-sulfocarboxílico, alquilatos de ácido alfa-sulfocarboxílico y mezclas de los anteriores.

5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el pH de la masa de reacción es de 6 a 12 aproximadamente.

30
6ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-



terizado porque la masa de reacción se enfría adicionalmente por uno o más intercambiadores de calor adicionales.

5 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el medio de enfriamiento es agua mantenida a una temperatura de 20 a 36°C aproximadamente.

8ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla acuosa contiene ácido benzoico en una cantidad suficiente para reducir la viscosidad de la mezcla acuosa.

10 9ª.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el ácido benzoico está presente en una relación en peso al ácido sulfúrico o sulfónico orgánico de 1:1 a 1:100 aproximadamente.

15 10ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la masa de reacción formada en la etapa (a) se enfría a unos 100 - 50°C por el intercambiador de calor.

20 11ª.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el ácido sulfúrico o sulfónico orgánico se elige entre ácido alquilbencenosulfúrico, ácido alquilsulfúrico y ácido alquiletersulfúrico y mezclas de los mismos.

12ª.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque el ácido sulfúrico o sulfónico orgánico es un ácido alquilbencenosulfónico.

25 13ª.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque el ácido sulfúrico o sulfónico orgánico es un ácido alquilsulfúrico.

14ª.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque el ácido sulfúrico o sulfónico es un ácido alquiletersulfúrico.

30 15ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caract

Rg

terizado porque el componente alcalino se elige entre hidróxi-
do sódico, carbonato sódico, sesquicarbonato sódico y mezclas
de los anteriores.

5 16ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-
terizado porque la sal sódica del ácido sulfúrico o sulfónico
orgánico es una mezcla que comprende las sales sódicas de un
ácido alquilbencenosulfónico, un ácido alquilsulfúrico y un
ácido alquiletersulfúrico, en una relación en peso de 0,5:1:2
a 2:1:0,5 aproximadamente, estando presente la sal sódica del
10 ácido sulfúrico o sulfónico orgánico en una relación en peso
al agua de la masa de reacción, del orden de 10:16 a 1:1 en pe-
so aproximadamente.

15 17ª.- Procedimiento para disipar energía térmica de
una mezcla acuosa de sulfato sódico y la sal sódica de un ácido
sulfúrico o sulfónico orgánico o de mezclas de ambos, tal y co-
mo queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 33 hojas, escritas a máquina
por una sola cara.

Madrid 12 MAYO 1978

20 THE PROCTER & GAMBLE COMPANY

J. M. GONZÁLEZ PONS

p. p. Firmado: J. M. GONZÁLEZ PONS



129