

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la memoria adjunta.

(10) ES	(11) NUMERO 460.438	(10) A1
(21)	(22) FECHA DE PRESENTACION 5 julio 1.977	

20 OCT. 1978

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO 80181/76	(32) FECHA 6 julio 1.976	(33) PAIS Japón
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C11D	(52) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
(54) TITULO DE LA INVENCION MEJORAS EN UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA SUSPENSION O SOLUCION ACUOSA DE UN AGENTE TENSOACTIVO.		
(71) SOLICITANTE (S) KAO SOAP CO., LTD.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE 1, 1-chome, Nihonbashi-Kayabacho, Chuo-ku, Tokyo - Japón.		
(72) INVENTOR (ES) Sigeyuki Miyamoto; Kanji Majima y Tomokatsu Nakagawa, todos de nacionalidad japonesa.		
(73) TITULAR (ES) El mismo solicitante.		
(74) REPRESENTANTE DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU.		

1

RESUMEN DE LA INVENCION

5

Las viscosidades de las soluciones o suspensiones acuosas que contienen alquilsulfatos, alquilpolioxietilensulfatos o mezclas de dichos sulfatos, como ingredientes tensoactivos aniónicos activos, se reducen incorporándoles sulfato sódico de manera que la cantidad de sulfato sódico es de 4,0 a 14,0 % en peso y el resto es el agente tensoactivo aniónico y agua en una relación ponderal de 1/2,4 a 1/1.

10

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la invención

15

Esta invención se refiere a una solución o suspensión acuosa de un agente tensoactivo de elevada concentración y baja viscosidad. Más especialmente, la invención se refiere a un procedimiento para la preparación de una solución o suspensión acuosa con fluidez y baja viscosidad y que contiene una sal de un éster de alcohol superior/ácido sulfúrico, una sal de un éster de etoxilato de alcohol superior/ácido sulfúrico o una mezcla de las mismas como ingrediente tensoactivo aniónico activo, a una concentración de hasta 25 a 50 % en peso aproximadamente.

20

Descripción de la técnica anterior

25

En general, los agentes tensoactivos aniónicos que contienen un sulfato tal como una sal de un éster de alcohol superior/ácido sulfúrico, una sal de un éster de etoxilato de alcohol superior/ácido sulfúrico o una mezcla de las mismas, se preparan en forma de solución acuosa que contiene una gran cantidad de agua por razones de conveniencia en las operaciones de preparación, v.g. de 65 a 75 % en peso. La solución o suspensión de agente tensoactivo debe presentar cierta fluidez y tener una viscosidad suficientemente

30

1 baja para no interferir con la manipulación en las operacio-
nes de preparación, con la eficacia del aparato de prepara-
ción y con el transporte del producto. Para la producción
5 en masa del agente tensoactivo aniónico, se ha empleado un
llamado procedimiento de neutralización continuo donde una
gran cantidad de la solución o suspensión acuosa del éster
de ácido sulfúrico se hace circular por una tubería, por
ejemplo mediante una bomba centrífuga de turbulencia y es
10 neutralizado por adición en el conducto de una sustancia
alcalina tal como una solución acuosa de hidróxido sódico.
Para emplear eficazmente este procedimiento, la solución o
suspensión acuosa debe tener una fluidez suficiente y una
viscosidad baja.

15 Para satisfacer las condiciones antes mencionadas,
la suspensión o solución acuosa debe tener una viscosidad
(viscosidad aparente determinada con un viscosímetro del ti-
po Brookfield) inferior a 10.000 cps aproximadamente, prefe-
riblemente de 5000 cps. A medida que aumenta la viscosidad
por encima de unos 10.000 cps, disminuye la fluidez y even-
20 tualmente resulta imposible la manipulación de la mezcla co-
mo fluido. Para mantener la fluidez y la viscosidad baja de
la solución o suspensión de agente tensoactivo aniónico, el
límite superior de la concentración del agente activo es de
30 a 33 % en peso para una sal de un éster de ácido sulfúri-
25 co de un alcohol superior, es decir, un alquilsulfato
(ROSO_3M) (denominado en lo que sigue AS) y de 28 a 30 % en
peso de una sal de un éster de ácido sulfúrico de un etoxi-
lato de alcohol superior, es decir, un alquilpolioxietilen-
30 sulfato ($\text{R}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OSO}_3\text{M}$) (denominado en lo que sigue ES).

1 A medida que la concentración aumenta todavía más, la solu-
ción de agente tensoactivo aniónico se convierte en una pas-
ta o papilla de gran viscosidad prácticamente sin ninguna
5 fluidez, que no puede ser manipulada como fluido. La visco-
sidad de la solución o suspensión no puede ser reducida efi-
cazmente aumentando su temperatura debido a que una eleva-
ción excesiva de la temperatura para reducir la viscosidad
de la pasta o papilla ejerce un efecto desfavorable sobre las
propiedades físicas de la misma y/o se produce una hidrólisis
10 excesiva del agente tensoactivo a temperatura elevada.

Por otra parte, teniendo en cuenta la capacidad del
tanque de almacenamiento o tanque de reacción, la eficiencia
de producción y el coste del transporte, es conveniente que
la concentración de la solución acuosa o suspensión de agen-
15 te tensoactivo sea lo más alta posible. Además, cuando ha de
obtenerse un polvo detergente por secado por atomización,
cuanto mayor sea la concentración de la solución o suspensión
de partida, menor es la cantidad de combustible requerido pa-
ra el secado. Por lo tanto, cuanto mayor es la concentración,
20 menor es el coste de producción.

Para obtener una solución o suspensión acuosa de AS o
de ES con viscosidad baja y alta concentración, se han pro-
puerto varios procedimientos tales como un proceso donde se
25 agrega un alcohol inferior, como metanol o etanol para redu-
cir la viscosidad (véase, por ejemplo, la solicitud de paten-
te japonesa publicada nº 15.706/1974) y un proceso en el que
se utiliza polietilenglicol (solicitud de patente japonesa
publicada nº 116.383/1975). Sin embargo, no siempre son inte-
resantes estos procedimientos, debido a que el aditivo es un
30 ingrediente innecesario de la composición detergente final o

1 algunas veces el aditivo interfiere con las aplicaciones y propiedades del detergente. Además, el primer proceso es peligroso porque se utiliza un disolvente de gran inflamabilidad.

5 BREVE DESCRIPCION DE LAS FIGURAS

La Figura 1 es un diagrama triangular que representa composiciones ternarias de acuerdo con el Ejemplo 1, donde las composiciones de la invención caen dentro del área rayada del dibujo.

10 La Figura 2 es un diagrama triangular para el Ejemplo 2.

15 Hemos descubierto un procedimiento de obtención de una solución o suspensión acuosa de un agente tensoactivo AS, ES o mezcla de AS y ES, con elevada concentración y una fluidez inferior a la obtenida por los procedimientos convencionales.

COMPENDIO DE LA INVENCION

20 De acuerdo con la invención, se proporciona un procedimiento para la preparación de una solución o suspensión acuosa de agentes tensoactivos de gran concentración, constituidos por una sal de un éster de ácido sulfúrico de un alcohol superior, una sal de un éster de ácido sulfúrico de un etoxilato de alcohol superior o una mezcla de los mismos, cuyo procedimiento consiste en sulfatar el alcohol superior o el etoxilato de alcohol superior con trióxido de azufre o ácido clorosulfónico y después neutralizar el sulfato resultante con una solución acuosa de un hidróxido de metal alcalino, caracterizado por la operación de efectuar la neutralización mediante una nueva adición de ácido sulfúrico, sulfato sódico o una solución acuosa de los mismos, en canti-

25

30

1 dad tal que la relación ponderal de la sal del éster de áci-
do sulfúrico a agua, después de la neutralización, está com-
prendida entre 1:2,4 y 1:1 y la cantidad de sulfato sódico
5 está comprendida entre 4,0 y 14,0 % en peso, calculada so-
bre el peso total de la solución o suspensión.

 Los alcoholes superiores utilizados en esta invención
son alcoholes primarios de cadena lineal o ramificada, de
10 10 a 18 átomos de carbono (12 a 15 átomos de carbono por tér-
mino medio) en el grupo alquilo (R), preferiblemente alcoho-
les primarios que contienen más del 40 % en peso de alcoholes
de cadena lineal. Puede utilizarse cualquier alcohol supe-
rior y mezclas de los mismos dentro de los límites del núme-
ro de átomos de carbono antes citados, tales como los alcoho-
les obtenidos por reducción de las grasas de aceites natura-
15 les como aceite de coco y los alcoholes sintéticos prepara-
dos por el proceso oxo o el proceso Ziegler. Los etoxilatos
son aductos de óxido de etileno de dichos alcoholes superio-
res o de alcoholes secundarios de igual número de átomos de
carbono, preparados por el procedimiento de oxidación de pa-
20 rafinas. El número medio de moles de unidades de óxido de
etileno adicionadas es hasta de 5 moles (n es de 0 a 5).

 De acuerdo con esta invención, los alcoholes superio-
res o sus etoxilatos son sulfatados con trióxido de azufre o
ácido clorosulfónico. Los productos de sulfatación resultan-
25 tes son después neutralizados con una solución acuosa de un
hidróxido metálico alcalino, como hidróxido sódico o hidróxi-
do potásico, preferiblemente hidróxido sódico. En la etapa de
neutralización, se añade ácido sulfúrico, sulfato sódico o
30 una solución acuosa de los mismos en una proporción especial-
mente limitada, de manera que la solución neutralizada con-

1 tenga de 4,0 a 14,0 % en peso de sulfato sódico, calculado
 como sulfato sódico puro, sobre el peso total de la solución
 o suspensión acuosa final del agente tensoactivo, con objeto
5 de reducir notablemente la viscosidad de la solución o sus-
 pensión acuosa. Encontrándose en la solución o suspensión
 final la cantidad especialmente limitada de sulfato sódico,
 una suspensión muy concentrada de agente tensoactivo que de
 otra manera tendría una viscosidad muy elevada de varias de-
 cenas de miles de centipoises (v.g. 20.000 cps o más) pero
10 ninguna fluidez, puede convertirse en una suspensión fluida
 con una viscosidad incluso inferior a 10.000 cps, preferi-
 blemente de 5000 cps. Por el término "solución o suspensión
 acuosa muy concentrada" de agente tensoactivo, se entiende
 aquí una solución o suspensión que contiene de 86 a 96 % en
15 peso, calculado sobre el peso total de la solución o suspen-
 sión final, de una mezcla de la sal del éster de ácido sul-
 fúrico (AS, ES o mezcla de ambos) y agua, en una relación
 ponderal comprendida entre 1:2,4 y 1:1. En cuanto a la sal
 de éster de ácido sulfúrico, su cantidad está comprendida co-
20 mo mínimo entre 25 y 50 % en peso. Con una concentración de
 agente tensoactivo dentro de esos límites, la solución o sus-
 pensión propiamente dicha tiene una gran viscosidad y ningun-
 na fluidez pero la viscosidad es reducida notablemente me-
 diante el procedimiento de esta invención. Este efecto puede
25 ser mejorado todavía más regulando la relación ponderal de la
 sal de éster de ácido sulfúrico a agua, de manera que esté
 comprendido entre 1:1,8 y 1:1, a saber, empleando una gran
 concentración del orden del 30 al 50 % en peso de la sal del
 éster de ácido sulfúrico. El notable efecto de reducción de
30 la viscosidad no se obtiene en el grado adecuado si el sul-

1 fato sódico se encuentra en una proporción inferior al 4 %
en peso, calculada sobre el peso total de la solución o sus-
pensión. Por otra parte, si hay presente más del 14 % en pe-
so de sulfato sódico, la viscosidad aumenta. El efecto se
5 consigue cuando la sal del éster de ácido sulfúrico se en-
cuentra a una concentración comprendida entre 30 y 50 % en
peso. Cuando la concentración de la sal del éster de ácido
sulfúrico es superior al 50 % en peso, no puede obtenerse
una viscosidad suficientemente baja. Cuando la concentra-
10 ción de sulfato es inferior al 25 % en peso, puede obtenerse
una solución o suspensión fluida de baja viscosidad por téc-
nicas convencionales y, por lo tanto, esta concentración
baja está excluida de la presente invención. Los límites
de las proporciones de los tres componentes, es decir, sal
15 del éster de ácido sulfúrico (ingrediente activo), agua y
sulfato sódico, dentro de los cuales puede obtenerse una so-
lución o suspensión acuosa de agente tensoactivo de baja
viscosidad, de acuerdo con esta invención, se encuentran ge-
neralmente dentro de las áreas rayadas de los dibujos que
20 acompañan a esta memoria, con la condición de que, dentro
de estas áreas rayadas, solamente están incluidas las solu-
ciones con una viscosidad inferior a 10.000 cps aproximada-
mente a 40°C, dentro del alcance de la invención. La canti-
dad de sulfato sódico que ejerce el efecto de reducción de
25 la viscosidad más notable difiere ligeramente con la sal
específica de éster de ácido sulfúrico empleada, siendo esta
cantidad de 5 a 10 % en peso en el caso del AS, del 5 al
12 % en peso en el caso del ES (número medio de unidades de
óxido de etileno que forman el aducto = 1 a 5) y alrededor
30 de 5 a 12 % en peso en el caso de una mezcla de AS y ES.

1 De acuerdo con esta invención, el sulfato sódico se
agrega durante la etapa de neutralización del sulfato. Al-
ternativamente, puede añadirse ácido sulfúrico que puede
5 ser transformado en sulfato sódico en la solución neutrali-
zada mediante reacción con el hidróxido sódico empleado co-
mo agente neutralizante. Para la neutralización continua,
se prefiere agregar el sulfato sódico en forma de solución
acuosa. Una característica de esta invención es que puede
10 obtenerse una solución o suspensión acuosa fluida con una
gran concentración de AS, ES o una mezcla de los mismos y
una baja viscosidad cuando se agrega sulfato sódico en la
cantidad establecida. Este aditivo no interfiere con la
aplicación de la solución acuosa de agente tensoactivo,
15 mientras que las soluciones acuosas convencionales de agen-
te tensoactivo que contienen un alcohol inferior o similar
como aditivo pueden interferir con su empleo. Especialmente
cuando la solución acuosa ha de ser utilizada como deter-
gente, es muy ventajosa esta invención donde se utiliza sul-
fato sódico como aditivo para obtener la solución acuosa de
20 agente tensoactivo de gran concentración y baja viscosidad,
porque habitualmente se incorpora sulfato sódico a las compo-
siciones detergentes como ingrediente reforzante o de relleno
indispensable. Este hecho constituye una ventaja especial
de la invención.

25 De acuerdo con la práctica convencional, el AS o el
ES puede ser obtenido por sulfatación con trióxido de azu-
fre gaseoso o ácido clorosulfónico o sulfatación con ácido
sulfúrico fumante con una concentración de SO_3 libre del
30 23 % en peso aproximadamente. Sin embargo, de acuerdo con
el último procedimiento, para obtener una conversión supe-

1 rior al 90 % en la sulfatación, la relación molar de ácido
sulfúrico fumante a alcohol de partida debe ser de 2,2 a
2,6:1. La solución acuosa de agente tensoactivo con una con-
5 centración de ingrediente activo del 25 al 30 % que se obtie-
ne por neutralización también del ácido sulfúrico en exceso
ya contiene una gran cantidad (15 a 20 % en peso) de sulfato
sódico y, por lo tanto, este procedimiento no puede ser apli-
cado a esta invención. Por lo tanto, esta invención se limi-
ta a realizar la sulfatación con SO_3 o ácido clorosulfónico,
10 que son procedimientos conocidos en este campo y no es nece-
sario describir aquí.

Los siguientes ejemplos ilustrativos describen mejor
la presente invención.

EJEMPLO 1

15 Una mezcla de alcoholes (número medio de carbono:
13,0), producido por reducción de aceite de coco y un aducto
de los mismos alcoholes con 3 moles de óxido de etileno en
cantidades iguales se somete a una reacción de sulfatación
con SO_3 gaseoso en un dispositivo de reacción de sulfata-
20 ción de película fina, para obtener una mezcla de alquilsul-
fatos y alquilpolioxietilensulfatos (AS-ES). El contenido en
éster de ácido sulfúrico del sulfato resultante en ese momen-
to es del 96 % en peso.

25 Después el sulfato se neutraliza con soluciones alcali-
nas de concentraciones variables, que contienen sulfato só-
dico mezclado con una solución acuosa de hidróxido sódico en
una proporción calculada para obtener la composición deseada
después de la neutralización. Las soluciones neutralizadas
30 se utilizan como muestras para la determinación de la visco-
sidad.

1 Las condiciones de determinación de la viscosidad son las indicadas a continuación:

Viscosímetro : Tipo Brookfield (tipo BM, rotor nº 4).

5 Velocidad de rotación del rotor : 30 rpm, 60 rpm.

Temperatura : 40 a 41°C.

Los resultados de las medidas de viscosidad de las composiciones y el grado de fluidez de las mismas se encuentran en la Tabla I.

10 Evaluación de la fluidez:

O : Muy buena fluidez.

Δ : Fluidez normal

X : Fluidez nula

15

20

25

30

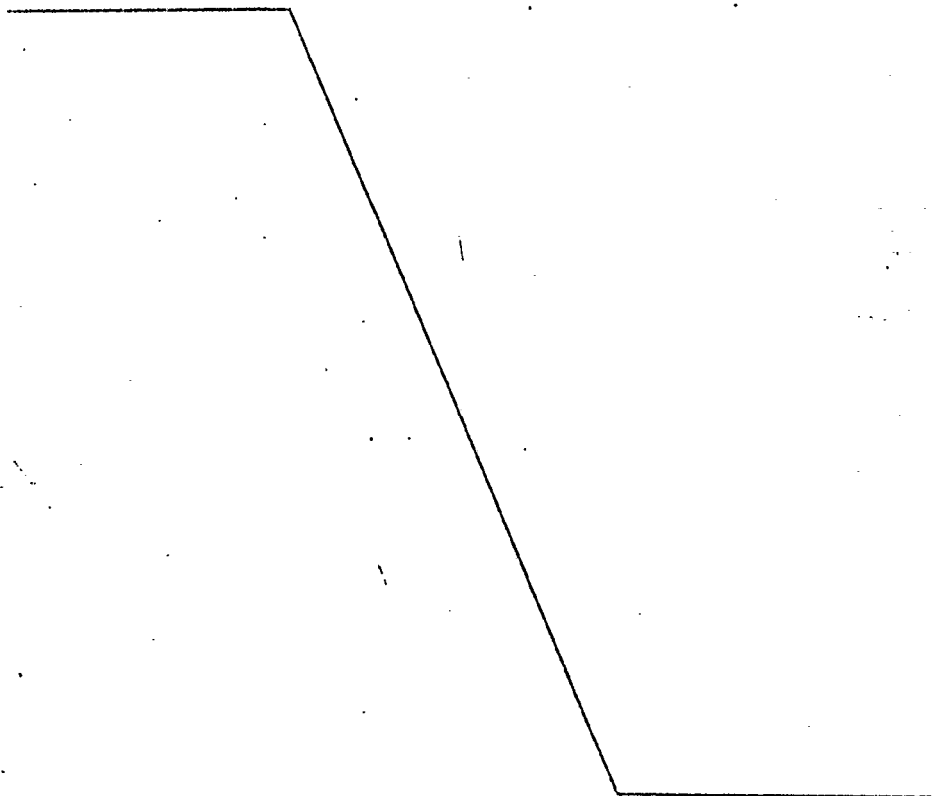


TABLA I

Número	Ingrediente activo, AS-ES (% en peso)	H ₂ O (% en peso)	Na ₂ SO ₄ (% en peso)	Viscosidad, (cps)		Fluidez
				Rotor, 30 rpm	Rotor, 60 rpm	
1	50,0	48,7	1,30	> 20.000	> 20.000	X
2	41,25	57,7	1,05	> 20.000	> 20.000	X
3	35,20	63,9	0,90	> 20.000	> 20.000	X
4	30,10	69,2	0,70	4.000	2.600	0
5	35,90	58,0	4,70	2.120	1.500	0
6	45,0	50,0	5,0	2.200	-	0
7	48,1	47,5	4,6	11.600	> 10.000	X
8	35,0	57,6	7,4	2.700	2.630	0
9	41,2	51,3	6,97	2.260	2.200	0
10	40,0	50,0	10,0	1.820	-	0
11	41,0	50,7	8,2	2.800	1.550	0
12	37,0	53,1	9,9	1.520	1.150	0
13	38,3	51,7	10,0	1.820	1.180	0
14	30,0	56,6	13,5	400	360	0
15	34,5	53,9	11,7	1.320	960	0
16	36,4	50,3	13,3	8.200	> 10.000	Δ
17	31,6	54,1	14,3	8.420	7.500	Δ
18	35,4	49,1	15,5	14.000	8.450	X
19	38,5	47,2	14,3	18.500	> 10.000	X
20	40,9	44,7	14,4	> 20.000	> 10.000	X

Nota: i) Las muestras números 1 a 4 eran sulfatos neutralizados con solución acuosa de hidróxido sódico sólo, a la que no se había agregado especialmente sulfato sódico.

1

TABLA I

	Número	Ingrediente activo, AS-ES (% en peso)	H ₂ O (% en peso)	Na ₂ SO ₄ (% en peso)	Vi Rotor, 30 s
	1	50,0	48,7	1,30	> 20.000
5	2	41,25	57,7	1,05	> 20.000
	3	35,20	63,9	0,90	> 20.000
	4	30,10	69,2	0,70	4.000
	5	35,90	58,0	4,70	2.120
	6	45,0	50,0	5,0	2,200
10	7	48,1	47,5	4,6	11.600
	8	35,0	57,6	7,4	2.700
	9	41,2	51,3	6,97	2.260
	10	40,0	50,0	10,0	1.820
	11	41,0	50,7	8,2	2.800
15	12	37,0	53,1	9,9	1.520
	13	38,3	51,7	10,0	1.820
	14	30,0	56,6	13,5	400
	15	34,5	53,9	11,7	1.320
	16	36,4	50,3	13,3	8.200
20	17	31,6	54,1	14,3	8,420
	18	35,4	49,1	15,5	14.000
	19	38,5	47,2	14,3	18.500
	20	40,9	44,7	14,4	> 20.000

25

Nota: i) Las muestras números 1 a 4 eran sulfatos neutralizados con sodio a la que no se había agregado especialmente sulfato sódico.

30

TABLA I

0 ₄ peso)	Viscosidad, (cps)		Fluidez
	Rotor, 30 rpm	Rotor, 60 rpm	
30	> 20.000	≥ 20.000	X
05	> 20.000	>> 20.000	X
90	> 20.000	> 20.000	X
70	4.000	2.600	0
70	2.120	1.500	0
0	2,200	-	0
6	11.600	> 10.000	X
4	2.700	2.630	0
97	2.260	2.200	0
0	1.820	-	0
2	2.800	1.550	0
9	1.520	1.150	0
0	1.820	1.180	0
5	400	360	0
7	1.320	960	0
3	8.200	> 10.000	Δ
3	8,420	7.500	Δ
5	14.000	8.450	X
3	18.500	> 10.000	X
4	> 20.000	> 10.000	X

neutralizados con solución acuosa de hidróxido sódico sólo,
 nte sulfato sódico.

1 Las viscosidades medidas a 40°C y 30 rpm están repre-
sentadas en el diagrama triangular de la Fig. 1, donde las
viscosidades inferiores a 5000 cps están indicadas con el
símbolo O, las viscosidades entre 5000 y 10.000 cps están
5 indicadas con el símbolo Δ y las viscosidades superiores a
10.000 cps están indicadas por el símbolo X. En la figura,
el área dentro de las líneas rayadas indica los límites ge-
nerales de esta invención. Las muestras dentro de esta in-
vención (indicadas por O y Δ) tienen una viscosidad infe-
rior a 10.000 cps y presentan una fluidez excelente a 40°C.
10 Fuera de los límites de la invención, la viscosidad es muy
elevada y con una viscosidad superior a 10.000 cps (indicada
por X), la fluidez es extraordinariamente baja y es difícil
manejar la muestra como un fluido. Especialmente, con una
15 viscosidad superior a 20.000 cps, apenas se observan propie-
dades de fluidez.

EJEMPLO 2

Se prepara un sulfato de alcohol superior (AS) en la
forma descrita en el Ejemplo 1 a partir de un alcohol sinté-
tico preparado por el procedimiento oxo (número de átomos de
20 carbono: 14 a 15, contenido en cadenas lineales: alrededor
del 60 % en peso, nombre comercial: Oxocol 1415). Se midieron
las viscosidades de las muestras con diversas concentraciones
de AS y sulfato sódico y se determinó la fluidez de las mis-
25 mas. Los resultados se encuentran en la Tabla II. Las visco-
sidades medidas a 40°C y 30 rpm están representadas en la
Fig. 2.

En dicha Fig. 2, O indica una viscosidad inferior a
5000 cps, Δ indica una viscosidad comprendida entre 5000 y
30 10.000 cps y X indica una viscosidad superior a 10.000 cps.

1 En la figura, la zona rayada indica los límites eficaces para el AS de acuerdo con esta invención. Los valores de la fluidez indicados en la Tabla II fueron evaluados de la misma forma que en el Ejemplo 1.

5 Los resultados indican que, dentro de los límites de esta invención, pueden obtenerse muestras de baja viscosidad y excelente fluidez pero, fuera de los límites de la invención, la viscosidad aumenta notablemente y apenas se obtiene fluidez.

10

15

20

25

30

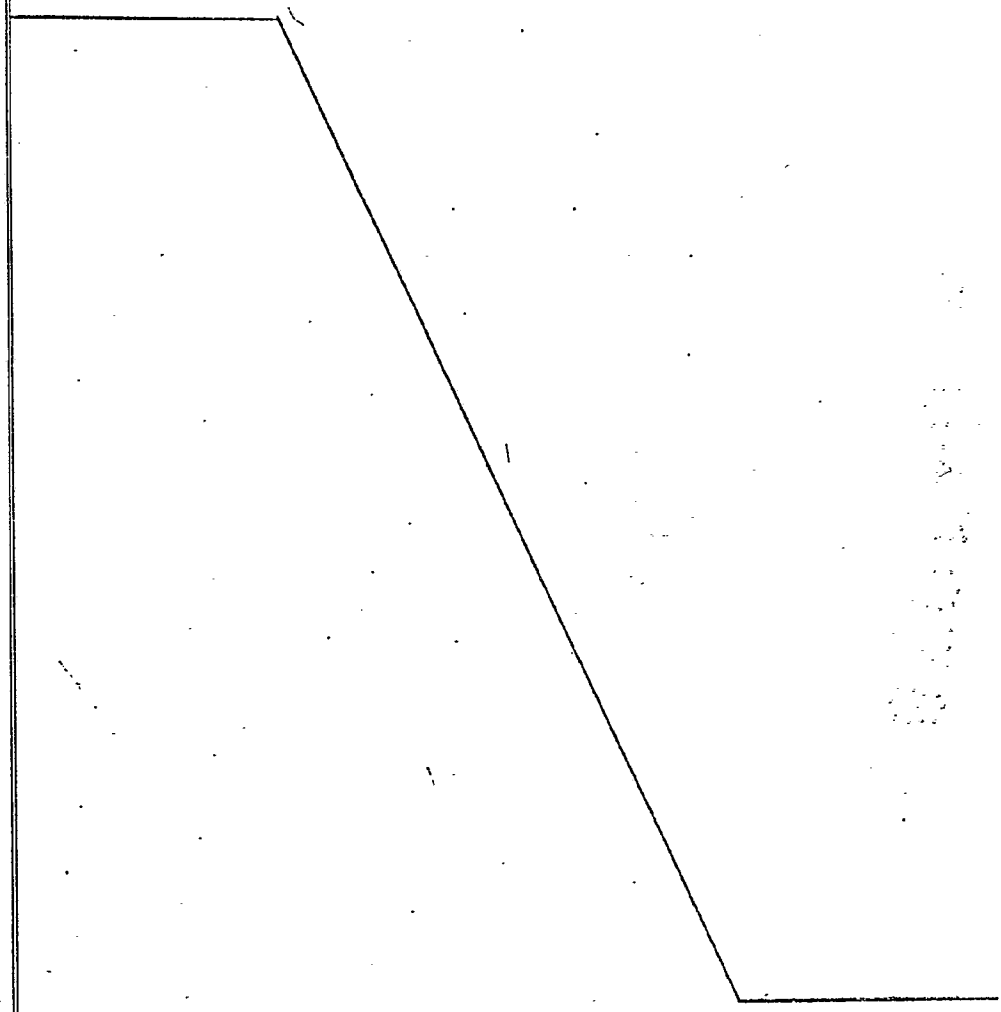


TABLA II

Número	Ingrediente activo, AS (% en peso)	H ₂ O (% en peso)	Na ₂ SO ₄ (% en peso)	Viscosidad (cps)		Fluidez
				Rotor, 30 rpm	Rotor, 60 rpm	
1	40,0	58,9	1,1	> 20.000	> 10.000	X
2	35,2	63,8	1,0	> 20.000	> 10.000	X
3	30,2	69,0	0,8	5.400	3.600	0
4	25,1	74,2	0,7	1.900	1.900	0
5	51,5	44,2	4,3	10.300	4.400	Δ
6	46,3	48,8	4,9	5.000	3.400	0
7	41,2	54,4	4,4	8.400	7.950	Δ
8	36,0	59,0	5,0	9.300	9.000	Δ
9	50,1	44,4	5,5	7.000	5.850	Δ
10	45,5	48,5	6,0	4.500	2.050	0
11	38,4	55,0	6,6	2.000	1.830	0
12	48,1	42,9	9,0	16.800	> 10.000	X
13	41,5	48,7	9,8	5.600	2.740	0
14	35,4	54,0	10,6	5.000	3.150	0
15	31,4	57,5	11,1	7.500	5.700	Δ
16	47,9	43,8	8,3	> 20.000	> 10.000	X
17	33,2	54,8	12,0	18.000	> 10.000	X
18	45,1	43,4	11,5	> 20.000	> 10.000	X
19	36,2	49,7	14,1	18.200	> 10.000	X
20	32,4	52,8	14,8	> 20.000	> 10.000	X

1

5

10

15

20

25

30

TABLA II

	Número	Ingrediente activo, AS (% en peso)	H ₂ O (% en peso)	Na ₂ SO ₄ (% en peso)	V: Rotor, 30
1	1	40,0	58,9	1,1	> 20.00
5	2	35,2	63,8	1,0	> 20.00
	3	30,2	69,0	0,8	5.40
	4	25,1	74,2	0,7	1.90
	5	51,5	44,2	4,3	10.30
	6	46,3	48,8	4,9	5.00
10	7	41,2	54,4	4,4	8.40
	8	36,0	59,0	5,0	9.30
	9	50,1	44,4	5,5	7.00
	10	45,5	48,5	6,0	4.50
	11	38,4	55,0	6,6	2.00
15	12	48,1	42,9	9,0	16.80
	13	41,5	48,7	9,8	5.60
	14	35,4	54,0	10,6	5.00
	15	31,4	57,5	11,1	7.50
	16	47,9	43,8	8,3	> 20.00
20	17	33,2	54,8	12,0	18.00
	18	45,1	43,4	11,5	> 20.00
	19	36,2	49,7	14,1	18.20
	20	32,4	52,8	14,8	> 20.00
25					
30					

TABLA II

Na ₂ SO ₄ (% en peso)	Viscosidad (cps)		Fluidez
	Rotor, 30 rpm	Rotor, 60 rpm	
1,1	> 20.000	> 10.000	X
1,0	> 20.000	> 10.000	X
0,8	5.400	3.600	0
0,7	1.900	1.900	0
4,3	10.300	4.400	Δ
4,9	5.000	3.400	0
4,4	8.400	7.950	Δ
5,0	9.300	9.000	Δ
5,5	7.000	5.850	Δ
6,0	4.500	2.050	0
6,6	2.000	1.830	0
9,0	16.800	>10.000	X
9,8	5.600	2.740	0
10,6	5.000	3.150	0
11,1	7.500	5.700	Δ
8,3	> 20.000	> 10.000	X
12,0	18.000	> 10.000	X
11,5	> 20.000	> 10.000	X
14,1	18.200	> 10.000	X
14,8	> 20.000	> 10.000	X

1

EJEMPLO 3

5

Se prepara un sulfato de etoxilato de alcohol superior (ES) en la forma descrita en el Ejemplo 1 a partir de un aducto de un alcohol sintético preparado por el procedimiento oxo (número de átomos de carbono: 12 a 13, nombre comercial: Oxocol 1213) y 3,0 moles de óxido de etileno. Se midieron las viscosidades de las muestras de diversas concentraciones a 40°C y se determinó la fluidez de las mismas. Los resultados se encuentran en la Tabla III.

10

Los resultados indicados en la Tabla III demuestran que, también para el ES, debe obtenerse una viscosidad baja y una fluidez excelente dentro de esta invención.

15

20

25

30

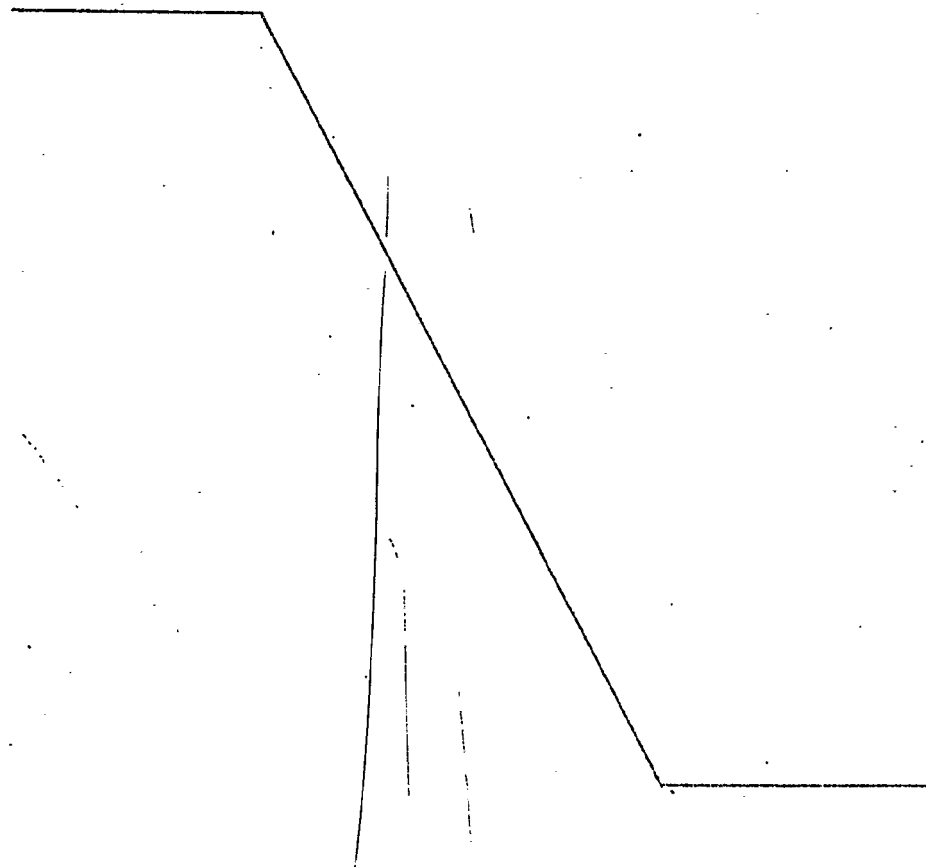


TABLA III

Número	Ingrediente activo, ES (% en peso)	H ₂ O (% en peso)	Na ₂ SO ₄ (% en peso)	Viscosidad (cps)		Fluidez
				Rotor, 30 rpm	Rotor, 60 rpm	
1	30	69,5	0,5	460	334	0
2	32,3	67,1	0,6	> 20.000	> 10.000	X
3	50,0	45,0	5,0	8.650	5.580	Δ
4	42,0	55,0	3,0	14.240	> 10.000	X
5	40,0	52,5	7,5	516	670	0
6	40,0	50,0	10,0	496	296	0
7	45,0	50,0	5,0	1.356	1.366	0
8	45,0	47,5	7,5	1.992	1.380	0
9	45,0	45,0	10,0	4.800	3.930	0

1

5

10

15

20

25

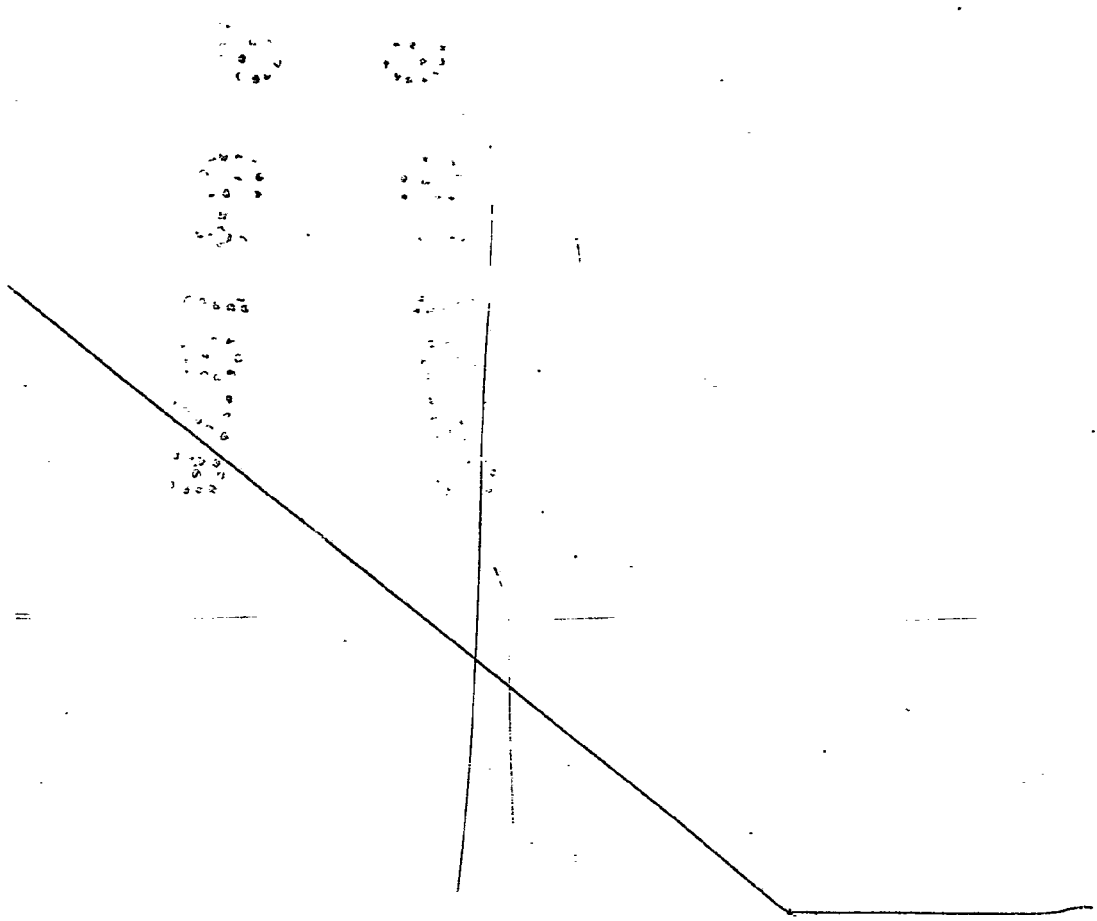
30

TABLA III

	<u>Número</u>	<u>Ingrediente activo, ES (% en peso)</u>	<u>H₂O (% en peso)</u>	<u>Na₂SO₄ (% en peso)</u>	<u>Vis Rotor, 30 r</u>
1					
5	1	30	69,5	0,5	460
	2	32,3	67,1	0,6	> 20.000
	3	50,0	45,0	5,0	8.650
	4	42,0	55,0	3,0	14.240
	5	40,0	52,5	7,5	516
10	6	40,0	50,0	10,0	496
	7	45,0	50,0	5,0	1.356
	8	45,0	47,5	7,5	1.992
	9	45,0	45,0	10,0	4.800
15					
20					
25					
30					

TABLA III

Na ₂ SO ₄ % en peso)	Viscosidad (cps)		Fluidez
	Rotor, 30 rpm	Rotor, 60 rpm	
0,5	460	334	0
0,6	> 20.000	> 10.000	X
5,0	8.650	5.580	Δ
3,0	14.240	> 10.000	X
7,5	516	670	0
10,0	496	296	0
5,0	1.356	1.366	0
7,5	1.992	1.380	0
10,0	4.800	3.930	0



1 En resumen, la Patente de Invención que se solici-
ta deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

5 1. Mejoras en un procedimiento para la prepara-
ción de una solución o suspensión acuosa de un agente ten-
soactivo de fórmula $R(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n \text{OSO}_3\text{M}$, donde R es alquilo
de 10 a 18 átomos de carbono y el número medio de átomos de
carbono de R es de 12 a 15, n es un número de 0 a 5 y M es
sodio o potasio, o mezclas de dichos agentes tensoactivos,
10 cuyo procedimiento se caracteriza porque comprende hacer
reaccionar un compuesto de fórmula $R(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n \text{OH}$ con un de-
rivado de azufre seleccionado del grupo formado por trióxido
de azufre y ácido clorosulfónico para producir la correspon-
diente reacción de sulfatación y obtener un compuesto de
15 fórmula $R(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n \text{OSO}_3\text{M}$ y, después, someter a reacción de
neutralización el producto obtenido con una solución acuosa
alcalina, cuya mejora consiste en efectuar la neutralización
con adición de ácido sulfúrico, sulfato sódico o una solu-
ción ponderal de $R(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n \text{OSO}_3\text{M}$ a agua en la solución o
20 suspensión acuosa neutralizada es de 1:2,4 a 1:1 y la canti-
dad de sulfato sódico es de 4,0 a 14,0 % en peso, calculada
sobre el peso total de dicha solución o suspensión acuosa,
teniendo la solución o suspensión una viscosidad no superior
a 10.000 cps, medida con un viscosímetro de tipo Brookfield
25 a 40°C y 30 rpm.

2. Mejoras según la reivindicación 1, donde el
álcali es hidróxido sódico.

3. Mejoras según la reivindicación 1, donde la
relación ponderal de $R(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n \text{OSO}_3\text{M}$ a agua es de 1:1,8 a
30 1:1.

1 4. Mejoras según la reivindicación 1, donde n es 0 y la cantidad de sulfato sódico añadida en la solución alcalina es de 5 a 10 % en peso, calculada sobre el peso total de la solución o suspensión.

5 5. Mejoras según la reivindicación 1, donde n es de 1 a 5 y la cantidad de sulfato sódico añadida en la solución alcalina es de 5 a 12 % en peso, calculada sobre el peso total de la solución o suspensión.

10 6. Mejoras según la reivindicación 1, donde el agente tensoactivo es una mezcla de sustancias donde n es 0 y n es 1 a 5 y la cantidad de sulfato sódico añadido en la solución alcalina es de 5 a 12 % en peso, calculada sobre el peso total de la solución o suspensión.

15 7. Mejoras según la reivindicación 1, donde M es sodio.

8. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
MEJORAS EN UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA SOLUCION O SUSPENSION ACUOSA DE UN AGENTE TENSOACTIVO.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de diecinueve páginas mecanografiadas.

Madrid, 5 julio 1.977

BERNARDO UNGRIA

P.F.



25

30

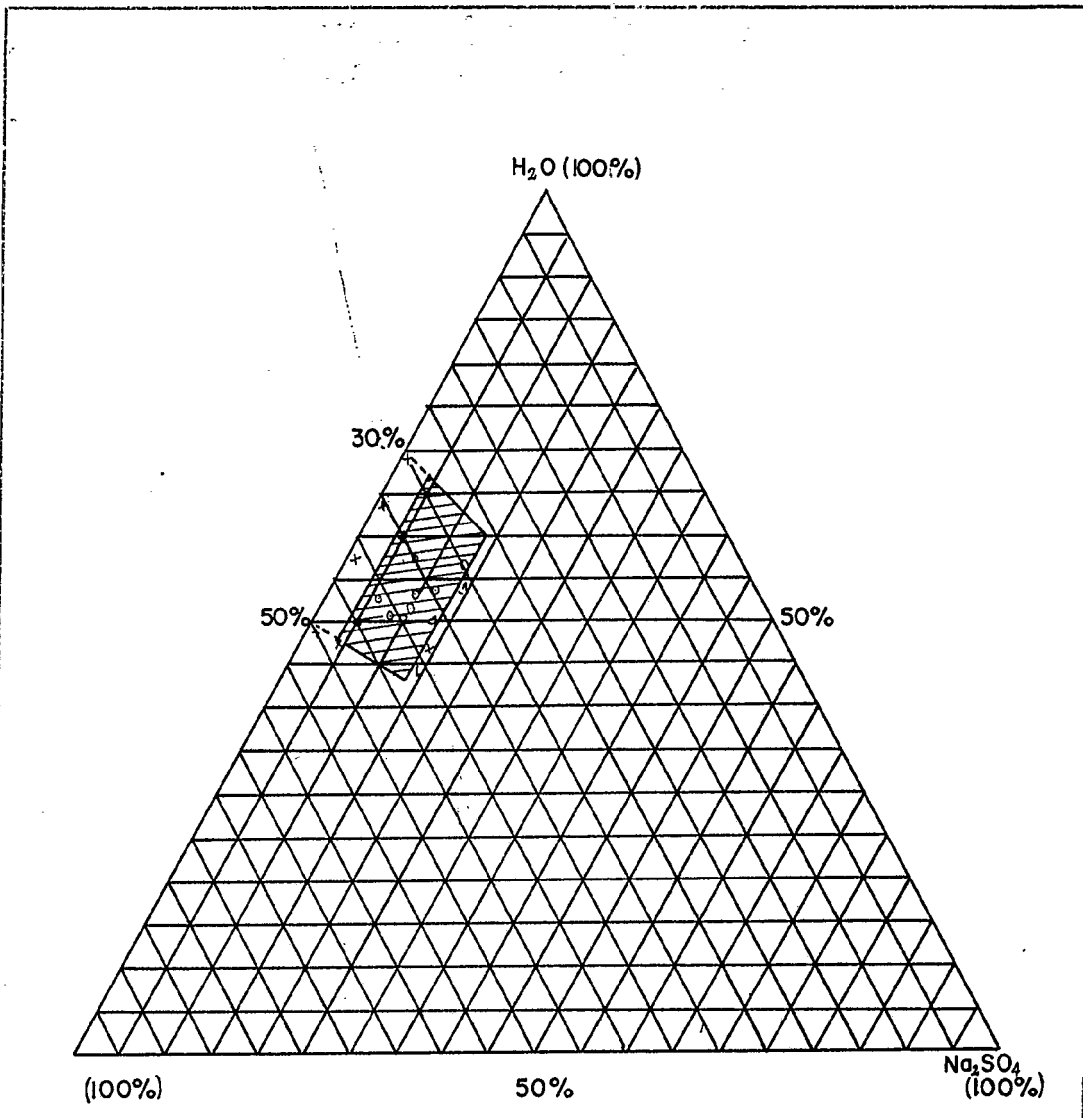


FIG-1

ESCALA VARIABLE

Madrid, 5 de Julio de 1977

BERNARDO UNGRIA

P. P.

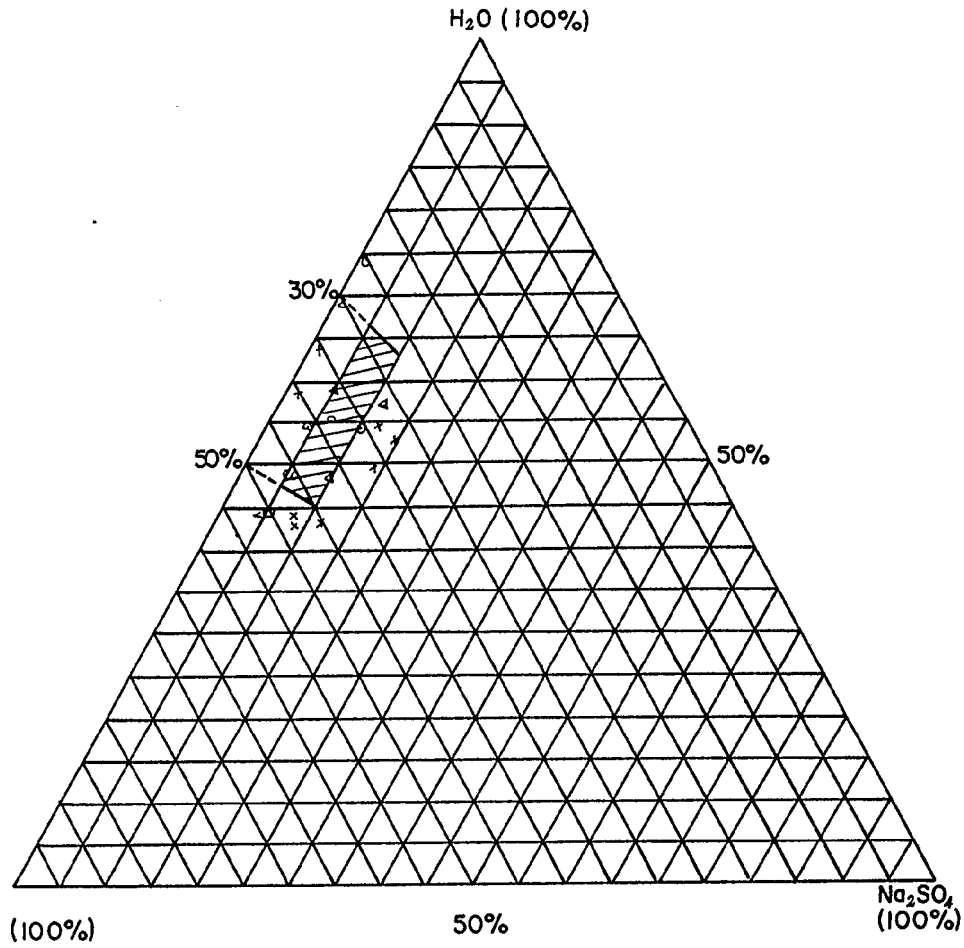


FIG - 2

ESCALA VARIABLE

Madrid, 5 de Julio de 1977

BERNARDO UNGRIA

P. P.