

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



20 JUL. 1978
Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la pre-
sente descripción y según el con-
tenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

(10) ES	(11) NUMERO	(19) A 1
(21)	464.544	
(22)	FECHA DE PRESENTACION	
	28-11-1977	

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
49832/76	30-11-1976	G.Bretaña

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C//C11D	

(54) TITULO DE LA INVENCION

"UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA SAL DE UN ACIDO MONOALCOHIL
(SECUNDARIO)-SULFURICO"

(71) SOLICITANTE (S)

SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ B.V. (Case No
K 282 JPA)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Carel van Bylandtlaan 30, La Haya, Holanda

(72) INVENTOR (ES)

Pieter Mattheus BAKKER, Volker Gerhard AURICH y
Cornelis Elbertus KIND

(73) TITULAR (ES)

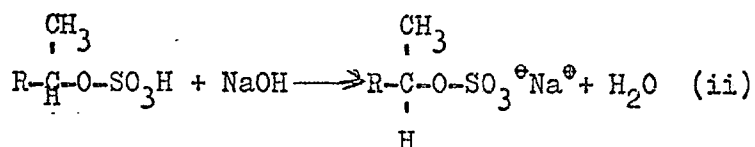
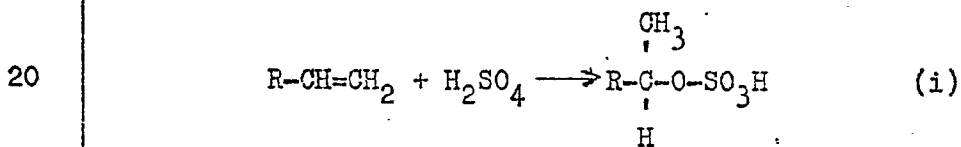
(74) REPRESENTANTE

DON ALBERTO DE MIRABURO MARQUEZ (P.-67.223)

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar sales de ácidos monoalcohol-(secundario)-sulfúricos (MAS) y a las sales así preparadas.

Los MAS, en particular las sales de sodio de ácidos monoalcohol-(secundario de C₈ a C₂₂)-sulfúricos, son productos bien conocidos, útiles como detergentes. Se conoce la preparación de MAS haciendo reaccionar una o más olefinas de C₈ a C₂₂, que pueden ser alfa-olefinas u olefinas internas, con ácido sulfúrico, que puede tener una concentración comprendida entre 75 y 100% en peso, seguido de neutralización de los ácidos así formados con bases adecuadas, tales como aminas, o hidróxidos, carbonatos o bicarbonatos de amonio, metales alcalinos o alcalino térreos, para preparar sus sales.

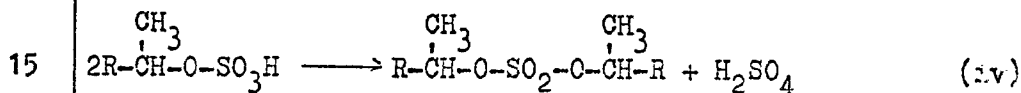
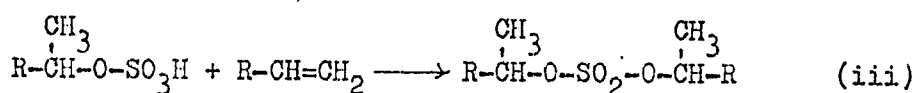
Estas dos reacciones principales pueden ser representadas mediante las ecuaciones siguientes, en lo que se refiere a la preparación de las sales de sodio de alfa-olefinas secundarias de C₈ a C₂₂:



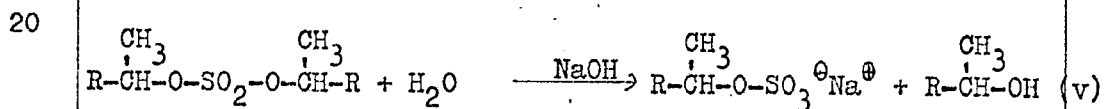
en las que R es un grupo alcoholo de C₆ a C₂₀.

También se conoce, según la Patente del Reino Unido 691.929 que ciertos compuestos oxigenados, en cantidades hasta de 10% en peso sobre la cantidad de olefinas, tales como alcoholes alifáticos, aldehidos, cetonas, éteres, éteres-alcoholes, ácidos carboxílicos, ésteres sulfurosos y

aductos de alcoholifenol/óxido de alcoholeno, tienen un efecto beneficioso sobre la velocidad de la reacción o rendimiento del producto. Sin embargo, el uso de esta cantidad de algunos de estos compuestos, en particular los alcoholes alifáticos, adolece de ciertas desventajas. Una de las desventajas es que se forman sulfatos de dialcoholo secundario (SDA) en cantidades que exceden habitualmente de 40 por ciento en moles de SDA sobre el ácido monoalcohol(secundario)sulfúrico. Los SDA pueden formarse según las ecuaciones siguientes:



Este problema es superado en parte por hidrólisis o saponificación del SDA, adecuadamente durante la reacción de neutralización, según la ecuación:



Sin embargo, puede verse que ésta es sólo una solución parcial al problema ya que la hidrólisis produce también un mol de alcohol secundario, lo que representa una pérdida de olefina.

Otra desventaja de este procedimiento conocido es que se forma una cantidad de alcohol secundario que es superior a la que puede ser explicada como resultado de la hidrólisis del SDA. Se considera que esta cantidad en exceso

resulta de la hidratación de olefinas durante la reacción de sulfatación.

Los alcoholes, según la Patente del Reino Unido 691.929, pueden ser recuperados y usados en la reacción de sulfatación, pero aun cuando su cantidad en la reacción de sulfatación se mantiene por debajo del 10% en peso, siempre existe en último lugar un exceso de alcohol que ha de ser desechado. Un método de desecho (véase Patente de Estados Unidos 656.064) consiste en deshidratar los alcoholes recuperados para formar olefinas y usar estas olefinas en reacciones de sulfatación efectuadas posteriormente; sin embargo este método necesita un reactor de deshidratación separado.

La firma solicitante ha encontrado en la actualidad que sulfatando olefinas en presencia de cantidades grandes de un alcohol secundario de C_8 a C_{22} , se obtiene una velocidad de reacción muy grande y todavía, la proporción de formación de SDA disminuye considerablemente. La firma solicitante ha encontrado asimismo que usando cantidades grandes de tal alcohol, es posible llevar a cabo el procedimiento de tal modo que la cantidad de alcohol recuperada es siempre sustancialmente igual a la cantidad de alcohol añadida y por tanto devolviendo tales alcoholes recuperados a la reacción de sulfatación, el procedimiento puede ser llevado a cabo bajo condiciones que evitan la necesidad de desechar alcohol.

Según la presente invención un procedimiento para preparar sales de ácidos monoalcohol(secundario)-sulfúricos comprende sulfatar con ácido sulfúrico, en una zona de reacción de sulfatación, una o más olefinas de C_8 a C_{22} en presencia de por lo menos, 15 por ciento en moles, basado

en la olefina, de uno o más alcoholes secundarios de C_8 a C_{22} añadidos, neutralizar con una base los ácidos formados de este modo para preparar las sales de los mismos, recuperar uno o más alcoholes de C_8 a C_{22} partiendo del producto de la reacción de neutralización, y devolver el alcohol recuperado a la zona de reacción de sulfatación.

Las olefinas de C_8 a C_{20} que pueden ser usadas en el procedimiento de la presente invención, pueden ser alfa-olefinas u olefinas internas y pueden ser lineales o ramificadas. Pueden usarse olefinas de una sola fracción o mezclas de olefinas. Las olefinas de C_{12} a C_{18} son las olefinas preferidas.

Las condiciones de reacción usadas en la reacción de sulfatación pueden variar entre límites amplios. Las temperaturas de reacción adecuadas están comprendidas entre $-20^{\circ}C$ y $50^{\circ}C$, preferiblemente entre $0^{\circ}C$ y $40^{\circ}C$, y los tiempos de permanencia adecuados están comprendidos entre unos cuantos minutos y varias horas, por ejemplo entre 2 minutos y 10 horas, preferiblemente entre 5 minutos y 2 horas.

El ácido sulfúrico usado en el procedimiento de la presente invención puede tener cualquier concentración adecuada, por ejemplo comprendida entre 75 y 100% en peso, y habitualmente se usa un exceso, sobre la olefina, de ácido sulfúrico. Las cantidades adecuadas están comprendidas entre 1,5 y 15 moles basado en la olefina más el alcohol.

Sin embargo, otra ventaja adicional de la presente invención es que el procedimiento puede llevarse a cabo con ácido sulfúrico de concentración medianamente baja, por ejemplo comprendida entre 75 y 90% en peso, de preferencia entre 78 y 88% en peso. Esto es ventajoso ya que facilita la se-

paración de ácido sulfúrico sin convertir. Las dos formas principales de separar el ácido sulfúrico sin convertir son mediante desacidificación, es decir, separación del propio ácido sin convertir, o por desalificación, es decir separación del ácido en forma de una sal inorgánica. La desalificación se lleva a cabo habitualmente usando un exceso de base en la reacción de neutralización lo que neutraliza el ácido sulfúrico sin convertir formando las sales inorgánicas del mismo además de neutralizar los ácidos alcohol-sulfúricos. Estas sales inorgánicas pueden ser retiradas como una fase separada mediante la adición al producto de la reacción de neutralización de diversos disolventes solubles en agua tales como alcoholes y cetonas inferiores. Sin embargo, la separación de ácido sulfúrico sin convertir de este modo da como resultado una pérdida de ácido sulfúrico, ya que las sales inorgánicas del mismo son habitualmente desechadas y por esta razón se prefiere la separación mediante desacidificación. La desacidificación puede llevarse a cabo añadiendo agua, en una o más etapas, al producto de la reacción de sulfatación para formar una o más fases de ácido sulfúrico separables. Sin embargo, la adición de agua crea también condiciones favorables para la descomposición de ácidos alcohol-sulfúricos y asimismo necesita la separación de grandes cantidades de agua de la fase de ácido sulfúrico separada antes de que el ácido sulfúrico pueda volver a ser usado en la reacción de sulfatación. Este problema puede ser superado usando en la reacción de sulfatación, ácido sulfúrico de concentración medianamente baja, por ejemplo inferior al 90% en peso, ya que esto da como resultado una fase de ácido sulfúrico separable, que contiene la mayor parte del ácido sulfúrico, sin la adición de agua. Cualquier ácido

sulfúrico que todavía se encuentre presente en la fase de ácido alcohol-sulfúrico restante puede ser extraída entonces mediante la adición de pequeñas cantidades de agua a la misma. Así pues, ya que estos medios preferidos de desacidificación están restringidos al uso de ácido sulfúrico de concentración moderadamente baja, es ventajoso que el procedimiento de la presente invención pueda ser llevado a cabo usando ácido sulfúrico de concentración comprendida entre el 75 y el 90% en peso. Ambas, la primera fase de ácido sulfúrico separada y la segunda fase de ácido sulfúrico separada, la última después de concentración si es necesario, pueden volver a utilizarse en la reacción de sulfatación. Sin embargo, el presente procedimiento puede ser llevado a cabo con ácido sulfúrico de mayor concentración y/o sin una etapa de desacidificación, en cuyo caso puede ser llevada a cabo una etapa de desalificación.

Adecuadamente, los alcoholes secundarios de C_8 a C_{22} usados en la presente invención tienen la misma longitud de la cadena carbonada o una longitud de cadena carbonada que no difiere de uno, dos o tres átomos de carbono de la longitud de la cadena carbonada de la(s) olefina(s) que ha(n) de ser sulfatadas, ya que ésto proporciona la ventaja de que si tiene lugar alguna sulfatación del alcohol ello produce ácidos sustancialmente de la misma longitud de cadena carbonada que los producidos a partir de las olefinas. Adecuadamente los alcoholes son originados por la sulfatación e hidratación de las olefinas que han de ser sulfatadas. El uso de por lo menos 15 por ciento en moles, preferiblemente de por lo menos 20 por ciento en moles, de alcohol, basado en la olefina, reduce considerablemente la formación

de SDA y habitualmente reduce ésta a una cantidad inferior a 25 por ciento en moles de ácido monoalcohol(secundario)sulfúrico y aumenta considerablemente el rendimiento de la reacción. No parece haber ventaja, en cuanto se refiere a la formación de SDA o al aumento del rendimiento de la reacción, en usar más de 400 por ciento en moles de alcohol basado en las olefinas.

Una característica de la presente invención es que sulfatando la olefina en presencia de por lo menos 15 por ciento en moles basado en la olefina, de tal alcohol, es posible recuperar del producto de la reacción de neutralización una cantidad sustancialmente igual de un alcohol tal, al tiempo que se consigue una conversión aceptable, es decir superior a 30 por ciento en moles, de olefina. Así pues el procedimiento se lleva a cabo preferiblemente de tal modo que el balance alcohólico, que se define como la relación molar del alcohol secundario de C_8 a C_{22} recuperado del producto de la reacción de neutralización respecto al alcohol secundario de C_8 a C_{22} añadido a la zona de la reacción de sulfatación, es sustancialmente 1.

En la práctica puede ser aceptable un balance alcohólico comprendido entre 0,75 y 1,25. La cantidad óptima de alcohol añadida a la zona de la reacción de sulfatación depende de varios factores tales como la conversión deseada de olefina y la longitud de cadena de la olefina que ha de sulfatarse. En general se ha encontrado que cuanto más alta es la conversión de olefina más alta es la cantidad de alcohol que debe ser añadida a la zona de la reacción de sulfatación. Por ejemplo, si la conversión de olefina está comprendida entre 50 y 90 por ciento en moles, la cantidad pre-

ferida de alcohol está comprendida entre 40 y 150% y más pre-
feriblemente entre 45 y 100 por ciento en moles, basada en
la olefina; sin embargo si la conversión deseada de la ole-
fina está comprendida entre 35 y 50 por ciento en moles, la
5 cantidad preferida de alcohol puede ser inferior a 40 por
ciento en moles, basada en la olefina. El descubrimiento de
que sulfatando la olefina en presencia de por lo menos 15
por ciento en moles de alcohol, basado en la olefina, es po-
sible conseguir un balance alcohólico sustancialmente igual
10 a 1, al tiempo que se consigue una conversión de olefina sa-
tisfactoria, se considera ventajoso sobre los procedimientos
conocidos ya que evita el problema de desechar continua-
mente el alcohol que no se desea. Además, no es necesario aña-
dir a la zona de reacción de sulfatación, alcohol adicional
15 al recuperado del producto de la reacción de neutralización,
lo que quiere decir que no es necesario preparar continua-
mente alcohol adicional para usar en la presente invención.

Otra ventaja de la presente invención es que es
posible poner en marcha el procedimiento de la presente in-
20 vención sin añadir alcohol alguno a la reacción de sulfata-
ción o añadiendo un alcohol secundario de C_8 a C_{22} en una
proporción inferior a 15 por ciento en moles basado en la
olefina, o añadiendo a la reacción de sulfatación una canti-
dad de un alcohol distinto de un alcohol de C_8 a C_{20} , por
25 ejemplo uno o más alcoholes primarios. Tal flexibilidad en
las condiciones de puesta en marcha es posible debido a que
el procedimiento es auto-regulable, es decir, devolviendo
sustancialmente la cantidad total de alcoholes recuperados
se alcanza eventualmente una situación en la que esta canti-
30 dad de alcohol recuperado permanece constante. Esta cantidad

constante de alcohol recuperable siempre es superior a 15 por ciento en moles, basada en la olefina, a conversiones aceptables de olefina.

5 Se considera sorprendente que el procedimiento de la presente invención, usando cantidades de alcohol dentro del intervalo preferido antes citado, pueda ser llevado a cabo de este modo, y sin unirse a una teoría en particular, se considera que resulta de que cualquier producción de alcohol por hidratación de la olefina y la hidrólisis de SDA
10 es compensada por una pérdida equivalente de alcohol por sulfatación.

15 Los ácidos monoalcohol(secundario)sulfúricos producidos en la reacción de sulfatación son neutralizados opcionalmente después de desacidificación del producto de la reacción de sulfatación, para formar las sales correspondientes. Adecuadamente, tales ácidos son neutralizados por adición a los mismos de soluciones acuosas de bases tales como aminas o hidróxidos, carbonatos o bicarbonatos de amonio o metales alcalinos o alcalino térreos. La base preferida es
20 el hidróxido de sodio. La cantidad de base añadida depende en gran manera de si el producto de la reacción de sulfatación ha sido o no desacidificado. Son cantidades adecuadas las comprendidas entre el 5 y el 100% en peso, basadas en las olefinas usadas en la reacción de sulfatación, de solu-
25 ciones acuosas de 0,5 a 50% en peso. La neutralización del ácido se lleva a cabo adecuadamente bajo condiciones tales que el SDA presente es hidrolizado. De modo adecuado se emplean una temperatura de la reacción de neutralización comprendida entre 50 y 100°C y un tiempo de la reacción de neu-
30 tralización comprendido entre 0,5 y 2,0 horas. Es posible

neutralizar los ácidos a una temperatura más baja en cuyo caso es deseable calentar el producto a una temperatura superior con objeto de hidrolizar cualquier SDA presente, añadiéndose base suficiente para neutralizar los ácidos formados por tal hidrólisis. Después de la reacción de neutralización el producto puede ser desalificado. Puede usarse un tratamiento de desalificación además del tratamiento de desacidificación antes descrito, dependiendo de la extensión de la desacidificación. Habitualmente se prefiere que se encuentre presente en el producto final menos de 20% en peso de sulfatos inorgánicos basado en MAS.

Una característica adicional de la presente invención es que el alcohol se recupera y se devuelve a la zona de reacción de sulfatación. Preferiblemente el procedimiento se lleva a cabo de modo continuo, en cuyo caso el alcohol recuperado se devuelve continuamente a la zona de reacción de sulfatación. Sin embargo, el procedimiento puede ser llevado a cabo de modo discontinuo en cuyo caso el alcohol recuperado se almacena antes de devolverlo a la siguiente zona de reacción de sulfatación. La zona de reacción de sulfatación puede estar constituida por dos o más reactores de sulfatación.

El alcohol puede ser recuperado del producto de la reacción de neutralización mediante destilación, pero se recupera preferiblemente mediante extracción usando disolventes tales como una mezcla de IPA/gasolina o ciertas cetonas o acetatos (véase la Solicitud de Patente española Nº 464.545). El extracto así obtenido puede ser separado en una fracción de disolvente y una fracción de alcohol, por destilación. La última fracción puede contener también cual-

quier otra sustancia no tensioactiva, por ejemplo olefinas que no han sido sulfatadas, y la totalidad de la materia orgánica sin convertir puede ser devuelta a la zona de la reacción de sulfatación.

5 El producto obtenido después de la extracción es una solución acuosa de MAS conteniendo cantidades diversas del disolvente usado en la etapa de extracción. Este producto puede ser usado tal como, por ejemplo, un detergente. Sin embargo, la cantidad de disolvente restante, juntamente con
10 algo de agua puede ser separada, por ejemplo mediante destilación o evaporación para formar un producto final que comprende una solución acuosa que contiene entre 30 y 60% en peso de MAS. Según se ha indicado anteriormente se prefiere que el producto final comprenda no más de 20% en peso de sulfatos inorgánicos, basado en MAS.
15

La invención será ilustrada seguidamente con referencia a los Ejemplos siguientes.

EJEMPLOS 1 a 9

Se sulfataron diversas mezclas de n-tetradeceno-1 y sec.tetradecanol o sec.pentadecanol (preparadas por sulfatación e hidrólisis de n-tetradeceno-1 ó n-pentadeceno-1). Las cantidades de alcohol usadas y los tiempos de reacción se indican en la Tabla I. En todos los casos la reacción se continuó hasta obtener una conversión de olefina de 80 por
20 ciento en moles.
25

Las condiciones de reacción usadas fueron:

H_2SO_4 : olefina+alcohol, 4 moles/mol

Concentración de H_2SO_4 , 84% en peso

Temperatura, 10°C.

30 Una parte del producto de la reacción de sulfata-

ción se retiró para analizar el contenido de ácido monoalcohol-sulfúrico y de dialcohol-sulfato del mismo.

5 El resto del producto de la reacción de sulfatación se desacidificó dejando sedimentar y aspirando la fase inferior que contenía el ácido sulfúrico. El producto fue desacidificado después añadiendo 1,8 moles de agua por mol de ácido sulfúrico residual, seguido de separación de la fase de ácido sulfúrico formada. La segunda fase separada puede ser concentrada y combinada con la primera fase separada.

10 Las fases combinadas, juntamente con una pequeña cantidad de ácido sulfúrico de 100% en peso, si se desea, para compensar el ácido consumido, pueden ser devueltas a la zona de reacción de sulfatación.

15 El producto desacidificado fue neutralizado por reacción con NaOH (al 20% en peso), a 80°C durante 1 hora.

El producto de reacción neutralizado se sometió entonces a extracción líquido/líquido con una mezcla disolvente de IPA y gasolina que contenía 5% en peso de IPA.

20 El extracto obtenido que contenía alcoholes secundarios, n-tetradecenos sin reaccionar y diversos polímeros, se destiló para separar los disolventes del mismo y se determinó la cantidad y tipo de alcohol secundario. Se calcularon la cantidad de alcoholes secundarios formados por mol de alcohol secundario convertido (en el caso de sec.pentadecanol)

25 y la cantidad de alcohol secundario recuperado por mol de alcohol secundario en la carga, y los resultados se indican en la Tabla I. El alcohol secundario, juntamente con n-tetradecenos sin reaccionar y polímeros, fue devuelto a la zona de reacción de sulfatación. El refinado obtenido se evaporó

30 para separar del mismo el disolvente residual y algo de agua.

para producir una solución acuosa que contenía 40% en peso de la sal de sodio del ácido monoalcohol(secundario)sulfúrico.

Tabla I

Ejemplo	Cantidad de alcohol en la carga (% en moles respecto a la olefina)	Tiempo de reacción (2) (min.)	Dialcohol-sulfato formado(% en moles respecto al ácido monoalcohol-sulfúrico).	Cantidad de alcoholes secundarios formados (mol por mol de alcohol secundario convertido) (3)	Cantidad de alcoholes secundarios recuperados (moles por mol de alcohol secundario en la carga) (4)
c (1)	11,1	180	33	3,2	1,35
1	25	72	23	2,4	1,23
2	33,3	50	19,1	1,8	1,16
3	48	36	14,0	1,28	1,08
4	54	33	12,1	1,18	1,06
5	60	30	10,5	1,0	1,03
6	66,6	28	9,2	0,9	0,98
7	74	26	8	0,8	0,98
8	82	25	7	0,7	0,97
9	100	24	5,5	0,6	0,93
10	300	45	2,0	0,1	0,80
11	400	54	1,5	0,04	0,78

(1) = Comparativo

(2) = Tiempo requerido para obtener una conversión de olefina de 80 por ciento en moles

(3) = Obtenida mediante CGL calibrada con hexadecanol-2

(4) = Obtenida mediante CGL calibrada con el alcohol de partida.

Ejemplos 12 y 13

5 Se repitió el procedimiento de los Ejemplos 1 a 11 usando una mezcla de n-tetradeceno-1 y sec.pentadecanol que comprendía 100 por ciento en moles del alcohol respecto a olefina. Las condiciones de reacción fueron las mismas excepto que se usaron H_2SO_4 de 79,6% en peso (Ejemplo 12) u 84,8% en peso (Ejemplo 13). Los resultados se indican en la Tabla II.

Ejemplo 14

10 Se repitió el procedimiento de los Ejemplos 1 a 11 usando una mezcla de tetradecenos internos y pentadecanoles secundarios (obtenidos por sulfatación e hidrolizando pentadecenos internos) que comprendía 100 por ciento en moles del alcohol con respecto a la olefina. Las condiciones
15 de reacción fueron las mismas, excepto que se usó H_2SO_4 de 84,8% en peso. Los resultados se indican en la Tabla II.

Ejemplo 15

20 Se repitió el procedimiento de los Ejemplos 1 a 11 usando una mezcla de n-tetradeceno-1 y sec.pentadecanol que comprendía 100 por ciento en moles de alcohol con respecto a olefina. Las condiciones de reacción fueron las mismas excepto que la relación molar de H_2SO_4 : olefina + alcohol, era 8.

Los resultados se indican en la Tabla II.

Tabla II

Ejemplo	Tiempo de reacción (1) (min.)	Dialcohol-sulfato formado(% en moles so- bre ácido monoalcohol- sulfúrico)	Cantidad de alcoholes secundarios recupera- dos(moles por mol de alcohol secundario en la carga)(2)
12	450	4	0,79
13	6	7	0,93
14	90	6	0,78
15	10	3	0,97

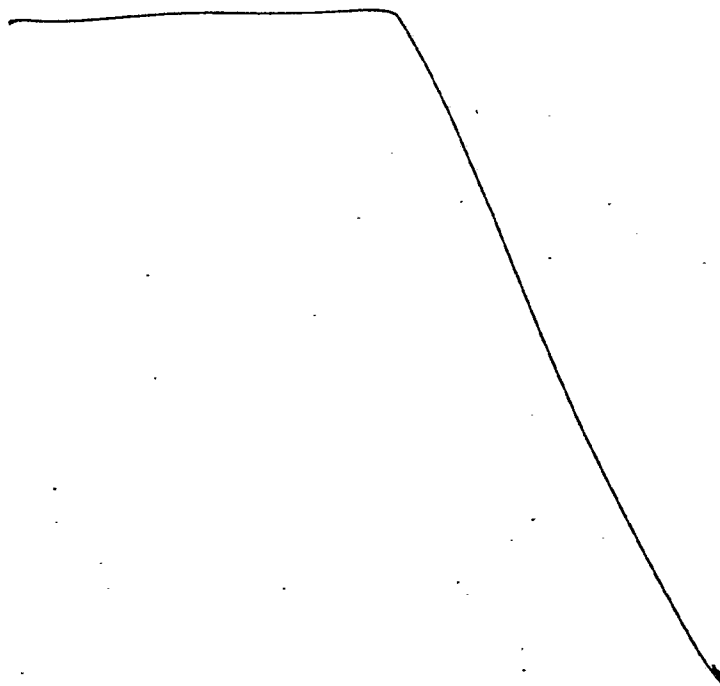
=====

(1) = Tiempo requerido para obtener una conversión de 80 por ciento en moles de la olefina.

(2) = Obtenido por GGL calibrada con alcohol de partida.

Ejemplo 16

Se sulfató una mezcla de n-hexadeceno y n-octadeceno (1:1), se neutralizó y se extrajo en un procedimiento continuo integrado, usando las condiciones de reacción de los Ejemplos 1 a 11, con la diferencia de que el tiempo de permanencia en la zona de reacción de sulfatación fue 30 minutos. Después de conseguir condiciones de estado estacionario el extracto, después de separar del mismo los disolventes, fue devuelto de modo continuo a la zona de reacción de sulfatación. Después de otras 1,5 horas de operación la cantidad de alcoholes devueltos (alcoholes secundarios de C_{16}/C_{18}) permanecía sustancialmente constante (26 por ciento en moles sobre la carga de olefina). La cantidad de dialcohol-sulfato formado era de 10 por ciento en moles sobre el ácido monoalcohol-sulfúrico, y la conversión de olefina fue 47 por ciento en moles.



REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva que se pre-
sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de
Invención en España, por VEINTE años, son los que se reco-
gen en las reivindicaciones siguientes.

10 1ª.- Un procedimiento para preparar una sal de un
ácido monoalcohol(secundario)-sulfúrico, que comprende sul-
fatar, en una zona de reacción de sulfatación, una o más ole-
finas de C_8 a C_{22} , con ácido sulfúrico, en presencia de por
lo menos 15 por ciento en moles, basado en la olefina, de
uno o más alcoholes secundarios de C_8 a C_{22} añadidos, neu-
15 tralizar el ácido monoalcohol(secundario)sulfúrico así for-
mado para preparar la sal del mismo, recuperar uno o más
alcoholes secundarios de C_8 a C_{22} del producto de reacción
de neutralización y devolver el alcohol recuperado a la zona
de reacción de sulfatación.

20 2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª,
en el que la cantidad de alcohol añadido está comprendida
entre 20 y 400 por ciento en moles, basada en la olefina.

25 3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª ó
la reivindicación 2ª, en el que las condiciones del procedi-
miento son tales que la cantidad de alcohol recuperada es
sustancialmente la misma que la cantidad de alcohol añadida.

4ª.- Un procedimiento según una cualquiera de las
reivindicaciones 1ª a 3ª, en el que la cantidad de ácido
sulfúrico está comprendida entre 1,5 y 15 moles calculada
sobre la olefina más alcohol.

30 5ª.- Un procedimiento según una cualquiera de las

reivindicaciones 1ª a 4ª, en el que la concentración del ácido sulfúrico está comprendida entre 75 y 90% en peso.

5 6ª.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, en el que la temperatura de la reacción de sulfatación está comprendida entre -20°C y 50°C.

7ª.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 6ª, en el que el tiempo de reacción de sulfatación está comprendido entre 2 minutos y 10 horas.

10 8ª.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 7ª, en el que se separa el ácido sulfúrico sin convertir del producto de la reacción de sulfatación mediante desacidificación.

15 9ª.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 8ª, en el que la temperatura de neutralización está comprendida entre 50 y 100°C.

10ª.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, en el que uno o más alcoholes secundarios de C₈ a C₂₂ son recuperados del producto de la reacción de neutralización mediante extracción.

20 11ª.- "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA SAL DE UN ACIDO MONOALCOHIL(SECUNDARIO)-SULFURICO".

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 01.31.1977

P.A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder

