



ESPAÑA

PATENTE DE INVENCION

Fl. 16-7-79

19 ES	477477	10 A1
21	FECHA DE PRESENTACION	
22	6-Febrero-1.979	

477477

A1 477477 790716 C10M 1/38

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
78/07464	8-2-78	Francia

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C10M / C11D	

54 TITULO DE LA INVENCION

"PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE DETERGENTES-DISPERSANTES"

71 SOLICITANTE (S)

Société OROGIL (R 2574)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

25, quai Paul Doumer, 92408-COURBEVOIE, Francia

72 INVENTOR (ES)

Jean-Louis le Coent y Bernard Demoures

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-70.761)

MCS/.

El presente invento tiene por objeto nuevos detergentes-dispersantes de alta alcalinidad para aceites lubricantes.

Se conoce, según la patente inglesa N°1.015.759, como preparar detergentes-dispersantes de alta alcalinidad por:

- sulfuración de una mezcla que contiene un alcoholifenol, un alcoholbenceno-sulfonato metálico, según una relación molar sulfonato/alcoholifenol comprendida entre 0,01 y 1, preferiblemente entre 0,01 y 0,05, un monoalcohol de C₈-C₁₈, un óxido o hidróxido de metal alcalino-térreo y glicol,

- precarbonatación de la mezcla sulfurada,
- adición de óxido o hidróxido de metal alcalino-térreo,
- carbonatación de la mezcla obtenida,
- y luego eliminación del glicol y recuperación del detergente-dispersante obtenido.

Se ha comprobado que si dicho procedimiento permitía preparar de una forma satisfactoria detergentes-dispersantes que contenían fuertes porcentajes en peso de alcoholifenatos de metales alcalino-térreos, no permitía preparar detergentes-dispersantes que contenían fuertes porcentajes en peso de alcoholbenceno-sulfonatos de metales alcalino-térreos. En efecto, si era empleada una cantidad importante de alcoholbenceno-sulfonato de partida con relación a la de alcoholifenol, la mezcla a sulfurar y carbonatar presentaría tal viscosidad que cualquier operación de sulfurización y carbonatación sería imposible; este problema había podido resolverse eventualmente añadiendo grandes cantidades de mo-

noalcohol de C_8-C_{18} , lo que presentaría entonces graves inconvenientes en el plano industrial en cuanto a la recirculación de este monoalcohol en forma prácticamente anhidra.

La sociedad solicitante ha encontrado un procedimiento que no presenta estos inconvenientes y permite preparar detergentes-dispersantes a base de alcoholbenceno-sulfonatos y alcoholfenatos metálicos de N.B.T. (Número Básico Total- Norma A.S.T.M. D 2896) superior a 250.

El procedimiento de preparación de detergentes-dispersantes a partir de alcoholbenceno-sulfonatos de metales alcalino-térreos, de alcoholen-glicol, de azufre y de gas carbónico, que constituye el objeto del invento, se caracteriza:

- porque se hace reaccionar, a una temperatura comprendida entre 100 y 190°C, azufre con un alcoholfenol que lleva uno o varios sustituyentes alcoholos de C_6-C_{60} en presencia de un aceite de dilución, un alcoholbenceno-sulfonato de metal alcalino-térreo de peso molecular superior a 300 y de N.B.T. inferior o igual a 170, una base derivada del metal alcalino-térreo y de un alcoholen-glicol, estando comprendida la cantidad de alcoholfenol empleada entre 5 y 35 partes en peso por 100 partes en peso de la mezcla de alcoholfenol-alcoholbenceno-sulfonato, y estando comprendida la cantidad de alcoholbenceno-sulfonato entre 95 y 65 partes en peso por 100 partes en peso de la mezcla de alcoholfenol-alcoholbenceno-sulfonato;

- porque se precarbonata la mezcla obtenida a una temperatura comprendida entre 100 y 250°C con ayuda de gas carbónico;

- porque se sobrealcaliniza y carbonata la mezcla

precarbonatada obtenida con ayuda de una base elegida entre los óxidos e hidróxidos de metales alcalino-térreos y gas carbónico en presencia de un alcoholen-glicol a una temperatura comprendida entre 100 y 250°C;

- 5 - porque se elimina el alcoholen-glicol en exceso y porque se recupera el detergente-dispersante de alta alcalinidad así obtenido.

10 Se designa por "alcoholbenceno-sulfonato" toda solución que contiene de 40 a 90% en peso, preferiblemente de 55 a 80% en peso de un alcoholbenceno-sulfonato en un aceite de dilución que puede ser o puede no ser el mismo que el empleado para realizar el procedimiento objeto del invento.

De una forma preferible, se realizará:

- 15 - la etapa de sulfuración a partir de un alcoholbenceno-sulfonato de N.B.T. inferior o igual a 50 a una temperatura comprendida entre 120 y 180°C, a una presión inferior o igual a la presión atmosférica; pudiendo estar seguida eventualmente esta etapa de un estado de deshidratación a una temperatura superior comprendida entre 130 y 185°C, preferiblemente entre 150 y 185°C, a una presión inferior o igual a la presión atmosférica,

20 - la etapa de precarbonatación a presión atmosférica, a una temperatura comprendida entre 160 y 185°C,

- 25 - la etapa de sobrealcalinización-carbonatación al menos de una vez a una temperatura comprendida entre 120 y 180°C a una presión inferior o igual a la presión atmosférica.

30 Las cantidades de reactivos que pueden emplearse para realizar el procedimiento del invento son las siguientes:

12019

- para la etapa de sulfuración:

- preferiblemente de 10 a 30 partes de alcoholifenol por 100 partes de mezcla de alcoholifenol-alcoholibenceno-sulfonato,

5 - preferiblemente de 70 a 90 partes de alcoholibenceno-sulfonato por 100 partes de mezcla de alcoholifenol-alcoholibenceno-sulfonato,

10 - de 1 a 8 partes, preferiblemente de 2 a 5 partes de azufre por 100 partes de mezcla de alcoholifenol-alcoholibenceno-sulfonato,

- de 7 a 20 partes, preferiblemente de 10 a 15 partes de base alcalino-térrea por 100 partes de mezcla de alcoholifenol-alcoholibenceno-sulfonato,

15 - de 7 a 20 partes, preferiblemente de 7 a 17 partes de alcoholen-glicol por 100 partes de mezcla de alcoholifenol-alcoholibenceno-sulfonato;

- para la etapa de carbonatación:

20 la cantidad de CO_2 corresponde, más o menos al 30%, en peso cerca, de la que puede ser completamente absorbida por la mezcla sulfurada; preferiblemente esta cantidad de CO_2 corresponderá sensiblemente a la que pueda ser completamente absorbida;

- para la etapa de sobrealcalinización-carbonatación:

25 de 5 a 15 partes, preferiblemente de 8 a 12 partes de base alcalino-térrea por 100 partes de mezcla precarbonatada,

de 5 a 50 partes, preferiblemente 20 a 40 partes de alcoholen-glicol por 100 partes de mezcla precarbonatada,

30 la cantidad de CO_2 puede variar entre la cantidad

que puede ser completamente absorbida y un exceso del 40% en peso de esta cantidad; preferiblemente la cantidad de CO₂ corresponderá sensiblemente a la que pueda ser absorbida.

5 La etapa de sobrealcalinización-carbonatación se realiza preferiblemente en dos dos etapas.

Entre los alcoholifenoles que pueden emplearse para realizar el procedimiento objeto del invento, se pueden citar preferiblemente los que llevan uno o varios sustituyentes alcoholos de C₉-C₁₅, y más particularmente los nonil, decil, dodecil o tetradecilfenoles.

Entre los alcoholbenceno-sulfonatos que pueden emplearse, se pueden citar las sales de ácidos sulfónicos obtenidos por sulfonación de alcoholbencenos que derivan de olefinas o de polímeros de olefinas de C₁₅-C₃₀, y de metales alcalino-térreos tales como calcio, bario, magnesio....

Entre las bases alcalino-térreas que pueden emplearse, se pueden citar los óxidos o hidróxidos de calcio, bario, magnesio....; el metal alcalino-térreo del cual se deriva la base alcalino-térrea puede ser o puede no ser el mismo que del que se deriva el alcoholbenceno-sulfonato alcalino-térreo empleado.

Entre los aceites de dilución que pueden emplearse, se pueden citar preferiblemente los aceites parafínicos tales como el aceite 100 Neutral.....: los aceites nafténicos o mezclas pueden convenir igualmente. La cantidad de aceite de dilución que puede emplearse es tal que la cantidad de aceite contenida en el producto final (comprendiendo la que proviene del alcoholbenceno-sulfonato de partida) representa de 20 a 60% en peso de dicho producto, preferi-

blemente de 25 a 55% y más particularmente de 30 a 40% en peso de dicho producto.

5 Entre los alcoholenglicoles que pueden emplearse, se pueden citar más particularmente el glicol. Eventualmente se puede añadir a la etapa de sulfurización hasta 15 partes en peso por 100 partes en peso de mezcla de alcoholfenol-alcoholbenceno-sulfonato, un monoalcohol tal como etilhexanol, alcohol tridecílico, los alcoholes oxo de C_8-C_{14} y de una manera general un alcohol que tenga un punto de ebullición superior a $120^{\circ}C$ y preferiblemente superior a $150^{\circ}C$.

10 Una de las ventajas del procedimiento del invento es que la presencia de un monoalcohol en la etapa de sulfuración no es indispensable.

15 Una de las características de dicho procedimiento es que la adición de alcoholen-glicol a la vez en la etapa de sulfuración y en la etapa de sobrealcalinización-carbonatación es esencial.

20 Otra característica de dicho procedimiento es que el peso de alcoholfenol empleado con relación al peso de solución de detergente-dispersante obtenido está comprendido entre aproximadamente 8 y 18%.

25 El presente invento tiene igualmente por objeto los detergentes-dispersantes de alta alcalinidad obtenidos por el procedimiento antes descrito. Estos pueden añadirse a los aceites lubricantes según cantidades en función del N.B.T. de dichos detergentes-dispersantes, y en función de la utilización futura de dichos aceites; así para un aceite para motor de gasolina, la cantidad de detergente-dispersante de N.B.T. 300 por ejemplo que hay que añadir está comprendida generalmente entre 1 y 2,5%; para un aceite para

motor diésel está comprendida generalmente entre 1,8 y 4%; para un aceite para motor marino dicha cantidad puede llegar hasta el 25%.

Los aceites lubricantes que se pueden así mejorar pueden elegirse entre aceites lubricantes muy variados, como los aceites lubricantes de base nafténica, de base parafínica y de base mixta, otros lubricantes hidrocarbonados, por ejemplo aceites lubricantes derivados de productos de la hulla, y aceites sintéticos, por ejemplo polímeros de alcoholeno, polímero del tipo óxido de alcoholeno y sus derivados, comprendiendo los polímeros de óxido de alcoholeno preparados polimerizando óxido de alcoholeno en presencia de agua o de alcoholes, por ejemplo alcohol etílico, ésteres de ácidos dicarboxílicos, ésteres líquidos de ácidos líquidos de ácidos del fósforo, alcoholbencenos y dialcoholbencenos, polifenilos, alcohol-bifenil-éteres, polímeros de silicio.

Igualmente pueden estar presentes aditivos suplementarios en dichos aceites lubricantes al lado de los detergentes-dispersantes obtenidos según el procedimiento del invento; se pueden citar por ejemplo aditivos anti-oxidantes, anti-corrosión, aditivos dispersantes sin cenizas.....

Los ejemplos siguientes se dan como indicativos y no pueden considerarse como un límite del campo y el espíritu del invento.

Ejemplos 1 a 3:

A continuación se da el modo general de preparación (5 fases) de los detergentes-dispersantes sobrealcalinizados que constituye el objeto de los ejemplos 1 a 3, y en la Tabla 1, las cantidades de reactivos necesarios para su preparación.

Primera fase (sulfuración).

Se introduce en un reactor de 4 bocas y 4 litros provisto de un sistema de agitación y de un dispositivo de calentamiento:

- 5
- dodecilfenol (DDF),
 - aceite 100 N,
 - una solución de aproximadamente 60% en el aceite de dilución 100 N de un alcoholbenceno-sulfonato de calcio (sulfonato de Ca abreviadamente) de peso molecular alrededor de 470 (peso de la sal de sodio), solución que contiene 2,7% de calcio y que presenta un N.B.T. de alrededor de 25,
 - un antiespumante comercializado por Rhône-Poulenc con la denominación SI 200.

15

También se introduce con agitación cal y azufre; se lleva el medio a 145°C bajo 260 mm de mercurio, y luego se añade glicol durante 1 hora; se calienta a 165°C y se mantiene esta temperatura durante 1 hora bajo 260mm de mercurio para eliminar completamente el agua de reacción que

20

proviene de la neutralización de la cal.

El agua eliminada arrastra siempre con ella un poco de glicol.

- Segunda fase (precarbonatación):

25

Después de haber cesado el vacío y calentado a 180°C, se realiza una operación de precarbonatación a 180°C con ayuda de gas carbónico a presión atmosférica hasta el final de la absorción de CO₂ (esta fase dura alrededor de 2 horas). El agua se elimina arrastrando como antes una pequeña cantidad de glicol. La mezcla precarbonatada así obtenida se analiza; el resultado de este análisis figura en

30

la Tabla 1.

- Tercera fase (Sobrealcalinización-carbonatación):

La mezcla precarbonatada se pone bajo presión de 260 mm de mercurio; se introduce una mezcla de cal y glicol

5 El medio se deshidrata durante 10 minutos a 145°C bajo 260 mm de mercurio, y luego se carbonata a 145°C con ayuda de gas carbónico durante 25 minutos bajo 260 mm de mercurio y luego 35 minutos bajo presión atmosférica.

- Cuarta fase (Sobrealcalinización-carbonatación):

10 La operación de la tercera fase se realiza por segunda vez.

- Quinta fase (Separación):

15 Se lleva el medio sobrealcalinizado y carbonatado a una temperatura de 184°C bajo 300 mm de mercurio; el glicol se destila; se filtra para eliminar los sedimentos y se recupera una solución en el aceite 100 N de detergente-dispersante sobrealcalinizado cuyas características Figuran en la Tabla 1'.

Ejemplos 4 a 6:

20 Las operaciones descritas en los Ejemplos 1 a 3, se realizan en las mismas condiciones a partir de una solución al 60% en aceite 100 N de un alcoholbenceno-sulfonato de calcio, de peso molecular alrededor de 470, conteniendo la solución 3,4% de calcio y presentando un N.B.T. alrededor de 45.

25 Las cantidades de reactivos empleadas figuran en la Tabla II, las características del producto obtenido figuran en la Tabla II'.

Ejemplos 7 a 9:

30 Las operaciones descritas en los Ejemplos 1 a 3

se realizan en las mismas condiciones a partir de una solución al 60% en el aceite 100 N de un alcoholbenceno-sulfonato de calcio de peso molecular alrededor de 470, conteniendo la solución 1,8% de calcio y presentando un N.B.T. nulo.

5 Las cantidades de reactivos empleadas Figuran en la Tabla III; las características del producto obtenido figuran en la Tabla III'.

Ejemplos 10 a 12:

10 Las operaciones descritas en los ejemplos 1 a 3 se realizan en las mismas condiciones a partir de una solución al 80% en aceite 100 N de un alcoholbenceno-sulfonato de calcio, de peso molecular alrededor de 470, conteniendo la solución 3,37% de calcio y presentando un N.B.T. de 33.

15 Las cantidades de reactivos empleadas figuran en la Tabla IV; las características del producto obtenido figuran en la Tabla IV'.

Ejemplo 13:

20 La operación descrita en el Ejemplo 1 se realiza sustituyendo la solución de sulfonato de calcio por una solución a aproximadamente 60% en el aceite 100 N de un alcoholbenceno-sulfonato de magnesio (sulfonato de Mg abreviadamente) de peso molecular alrededor de 470, conteniendo la solución 1,5% de magnesio y presentando un N.B.T. alrededor de 20, con el fin de obtener un detergente-dispersante que
25 contiene calcio y magnesio.

Las cantidades de reactivos empleadas figuran en la Tabla V; las características del producto figuran en la Tabla V'.

Ejemplo 14:

30 Se realiza la operación descrita en el Ejemplo 4

efectuando la etapa de sulfuración a 165°C a presión atmosférica durante 1 hora; el estado subsiguiente de deshidratación es entonces superfluo.

Las características del producto obtenido se parecen a las del Ejemplo 4.

Ejemplo 15:

La operación descrita en el Ejemplo 1 se realiza reduciendo:

- la cantidad de glicol empleada en la etapa de sulfuración al 7,5%,

- y la empleada en el conjunto de las etapas de sobrealcalinización-carbonatación al 10%,

- y aumentando la cantidad de CO₂ de 20% en peso en la etapa de sobrealcalinización-carbonatación.

Las características del producto obtenido figuran en las Tablas VI y VI'.

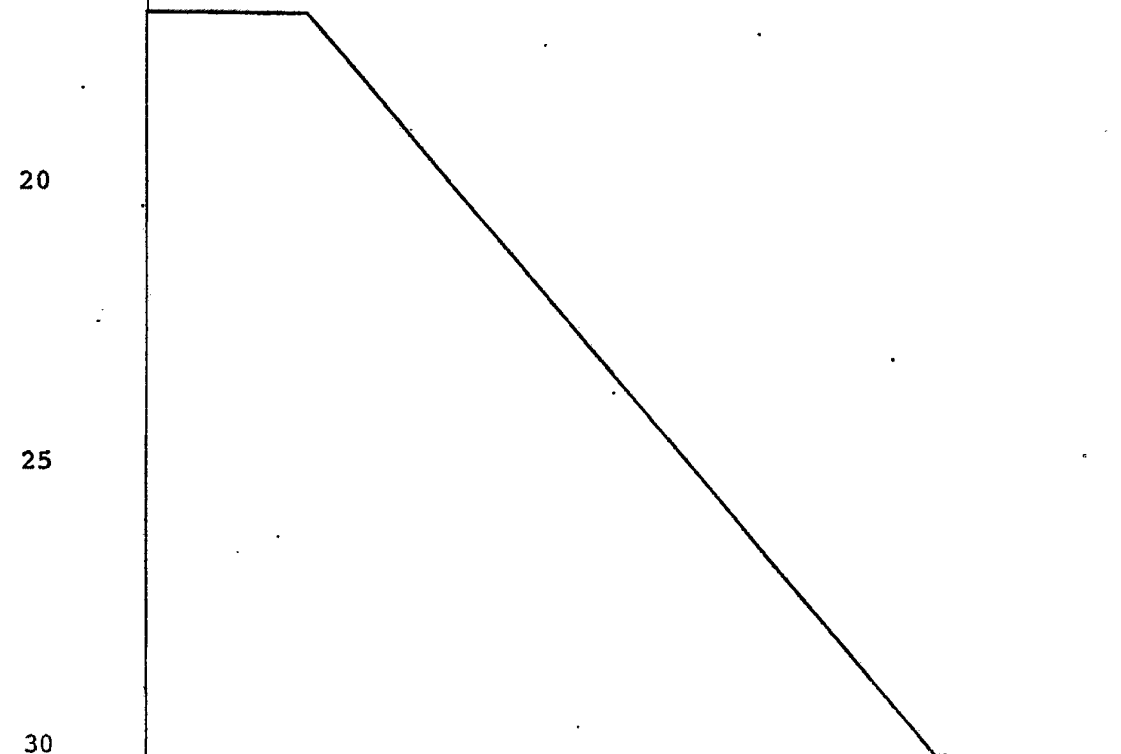


TABLA I

Ejemplos	1	2	3
<u>1ª fase:</u>			
DDF en g	339	254	169,5
Sulfonato Ca en g	929	1073	1216,5
DDP/sulfonato en peso	27/73	19/81	12/88
Aceite en g	253	190	126,5
Cal en g	191	176,5	172,5
Azufre en g	59,5	44,5	29,5
SI 200 en CM3	0,4	0,4	0,4
Glicol en g	206	196	192
<u>2ª fase:</u>			
CO ₂ en g	85	94	95,5
Peso de la mezcla precarbonatada (comprendiendo aceite + glicol residual)	1894	1875	1860
<u>Análisis</u>			
% Ca	5,4	5,1	5,0
% Glicol en el medio	5,96	5,76	5,70
% Sedimentos	0,4	0,6	0,8
Peso de destilado recogido (agua + glicol)	113	108	106
<u>3ª fase:</u>			
Cal en g	92	98,5	99
Glicol en g	320	341	345
CO ₂ en g	50	51,5	56,5

TABLA I'

Ejemplos	1	2	3
<u>4ª fase:</u>			
Cal en g	92	98,5	99
Glicol en g	320	341	345
CO ₂ en g	50	51,5	56,5
Peso de destilado recogido en la 3ª y 4ª fase	360	375	375
<u>5ª fase:</u>			
Glicol destilado en g	381	396	400
% de sedimentos	0,8	1	2
Peso de solución de detergente-dispersante	2020	2020	1997
<u>Análisis de la solución:</u>			
% de Ca	10,7	11,0	10,8
N.B.T.	269	272	270
Aspecto	brillante	brillante	ligeramente turbia
Compatibilidad al 10% en un aceite mineral (aspecto de la solución)	nítida	nítida	ligeramente turbia
Peso de DDF/peso de solución de detergente-dispersante en %	16,7	12,5	8,5

TABLA II

Ejemplos	4	5	6
<u>1ª fase:</u>			
DDF en g	339	254	169,5
Sulfonato Ca en g	929	1073	1216,5
DDP/Sulfonato en peso	27/73	19/81	12/88
Aceite en g	253	190	126,5
Cal en g	179	162,5	156,5
Azufre en g	59,5	44,5	29,5
SI 200 en CM ₃	0,4	0,4	0,4
Glicol en g	194	182	178
<u>2ª fase:</u>			
CO ₂ en g	79	87	87,5
Peso de la mezcla precarbonatada	1890	1869	1852
<u>Análisis:</u>			
% Ca	5,5	5,2	5,1
% Glicol	5,9	5,8	5,9
% Sedimentos	0,4	0,6	0,8
Peso del destilado	109	102	98
<u>3ª fase:</u>			
Cal en g	92	98,5	99
Glicol en g	320	341	345
CO ₂ en g	50	51,5	56,5

TABLA II'

Ejemplos	4	5	6
<u>4ª fase:</u>			
Cal en g	92	98,5	99
Glicol en g	320	341	345
CO ₂ en g	50	51,5	56,5
Peso del destilado recogido en las 3ª y 4ª fases en g	360	375	375
<u>5ª fase:</u>			
Glicol destilado en g	381	396	400
% de sedimentos	0,8	1	2
Peso de solución de detergente-dispersante	2016	2014	1989
<u>Análisis de la solución:</u>			
% Ca	10,8	11,0	10,8
N.B.T.	269	272	270
Aspecto	brillante	brillante	ligeramente turbio
Compatibilidad al 10% en un aceite mineral (aspecto de la solución)	nítido	nítido	ligeramente turbio
Peso de DDF/peso de solución de detergente-dispersante en %	16,8	12,6	8,5

TABLA III

Ejemplos	7	8	9
<u>1ª fase:</u>			
DDF en g	339	254	169,5
Sulfonato Ca en g	929	1073	1216,5
DDP/Sulfonato en peso	27/73	19/81	12/88
Aceite en g	253	140	126,5
Cal en g	206	195	192,5
Azufre en g	59,5	44,5	29,5
SI 200 en cm ³	0,4	0,4	0,4
Glicol en g	221	214,5	212
<u>2ª fase:</u>			
CO ₂ en g	92,5	113,2	105,5
Peso de la mezcla precarbonatada	1924	1911	1900
<u>Análisis</u>			
% Ca	5,3	5	4,9
% Glicol	6	5,7	5,7
% Sedimentos	0,4	0,6	0,8
Peso del destilado	115	112	110
<u>3ª fase:</u>			
Cal en g	92	98,5	99
Glicol en g	320	341	345
CO ₂ en g	50	51,5	56,5

TABLA III'

Ejemplos	7	8	9
<u>4ª fase:</u>			
Cal en g	92	98,5	99
Glicol en g	320	341	345
CO ₂ en g	50	51,5	56,5
Peso del destilado recogido en las 3ª y 4ª fases	360	375	375
<u>5ª fase:</u>			
Glicol destilado en g	381	396	400
% de sedimentos	0,8	1	2
Peso de solución de detergente-dispersante	2016	2014	2007
<u>Análisis de la solución</u>			
% Ca	10,7	11,0	10,8
N.B.T.	269	272	272
Aspecto	brillante	brillante	ligera- mente turbio
Compatibilidad al 10% en un aceite mineral (aspecto de la solución)	nítido	nítido	ligera- mente turbio
Peso de DDF/peso de solución de detergente-dispersante en %	16,8	12,6	8,5

TABLA IV

Ejemplos	10	11	12
<u>1ª fase:</u>			
DDF en g	339	254	169,5
Sulfonato Ca en g	743	858	973
DDP/Sulfonato en peso	31/69	23/77	15/85
Aceite en g	389	355	319,5
Cal en g	191	176,5	172,5
Azufre en g	59,5	44,5	29,5
SI 200 en cm ³	0,4	0,4	0,4
Glicol en g	206	196	192
<u>2ª fase:</u>			
CO ₂ en g	85	94	95,
Peso de la mezcla pre-carbonatada	1829	1805	1787
<u>Análisis</u>			
% Ca	5,5	5,2	5,1
% Glicol	5,9	5,7	5,7
% Sedimentos	0,4	0,6	0,8
Peso del destilado	106	106	107
<u>3ª fase:</u>			
Cal en g	92	98,5	99
Glicol en g	320	341	345
CO ₂ en g	50	51,5	56,5

TABLA IV'

Ejemplos	10	11	12
<u>4ª fase:</u>			
Cal en g	92	98,5	99
Glicol en g	320	341	345
CO ₂ en g	50	51,5	56,5
Peso de destilado recogido en las 3ª y 4ª fases	360	375	375
<u>5ª fase:</u>			
Glicol destilado en g	381	396	400
% de sedimentos	0,8	1	2
Peso de solución del detergente-dispersante	2018	2017	1995
<u>Análisis de la solución</u>			
% Ca	11	11,3	11,1
N.B.T.	273	278	277
Aspecto	brillante	brillante	ligeramente turbio
Compatibilidad al 10% en un aceite mineral (aspecto de la solución)	nítido	nítido	ligeramente turbio
Peso de DDF/peso de solución de detergente-dispersante en %	16,8	12,6	8,5

TABLA V

Ejemplo	13
<u>1ª fase:</u>	
DDF en g	339
Sulfonato Mg en g	929
DDF/Sulfonato en peso	27/73
Aceite en g	253
Cal en g	191
Azufre en g	59,4
SI 200 en cm ³	0,4
Glicol en g	206
<u>2ª fase:</u>	
CO ₂ en g	85
Peso de la mezcla precarbonatada	1894
<u>Análisis</u>	
% Ca	5,4
% Glicol	5,9
% Sedimentos	0,4
Peso de destilado	113
<u>3ª fase:</u>	
Cal en g	92
Glicol en g	320
CO ₂ en g	50

TABLA V'

Ejemplo	13
<u>4^a fase:</u>	
Cal en g	92
Glicol en g	320
CO ₂ en g	50
Peso de destilado recogido en las 3 ^a y 4 ^a fases	360
<u>5^a fase:</u>	
Glicol destilado en g	381
% de sedimentos	1
Peso de solución de detergente-dispersante	2020
<u>Análisis de la solución</u>	
% Ca	9,5
% Mg	0,68
N.B.T.	267
Aspecto	brillante
Compatibilidad al 10% en un aceite mineral (aspecto de la solución)	nítida
Peso de DDF/peso de solución de detergente-dispersante en %	16,8

TABLA VI

Ejemplo	15
<u>1ª fase:</u>	
DDF en g	339
Sulfonato Ca en g	929
DDF/sulfonato en peso	27/73
Aceite en g	253
Cal en g	191
Azufre en g	59,4
SI 200 en cm ³	0,4
Glicol en g	95
<u>2ª fase:</u>	
CO ₂ en g	85
Peso de la mezcla precarbonatada	1870
<u>Análisis</u>	
% Ca	5,5
% Glicol	4,2
% Sedimentos	0,4
Peso del destilado	40
<u>3ª fase:</u>	
Cal en g	92
Glicol en g	94
CO ₂ en g	65

TABLA VI'

Ejemplo	15
<u>4ª fase:</u>	
Cal en g	92
Glicol en g	94
CO ₂ en g	65
Peso del destilado recogido en las 3ª y 4ª fases en g	60
<u>5ª fase:</u>	
Glicol destilado en g	232
% de sedimentos	1
Peso de solución de detergente-dispersante	2000
<u>Análisis de la Solución</u>	
% Ca	10,6
N.B.T.	268
Aspecto	brillante
Compatibilidad al 10% en un aceite mineral (aspecto de la solución)	nítido
Peso de DDF/peso de solución de detergente-dispersante en %	16,95

REIVINDICACIONES

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

10 1^a.- Procedimiento de preparación de detergentes-dispersantes a partir de alcohilbenceno-sulfonatos de metales alcalino-térreos, alcohilfenoles, bases alcalino-térreas, alcohilen-glicol, azufre y gas carbónico, caracterizado: por que se hace reaccionar a una temperatura comprendida entre 100 y 190°C azufre con un alcohilfenol que lleva uno o varios sustituyentes alcohilo de C₆-C₆₀ en presencia de un aceite de dilución, un alcohilbenceno-sulfonato de metal alcalino-térreo de peso molecular superior a 300 y de N.B.T. inferior o igual a 170, una base derivada del metal alcalino-térreo y un alcohilenglicol, estando comprendida la cantidad de alcohilfenol empleada entre 5 y 35 partes en peso por 100 partes en peso de la mezcla de alcohilfenol-alcohilbencenosulfonato, y estando comprendida la cantidad de alcohilbenceno-sulfonato entre 95 y 65% en peso por 100 partes en peso de la mezcla de alcohilfenol-alcohilbencenosulfonato; porque se precarbonata la mezcla obtenida a una temperatura comprendida entre 100 y 250°C con ayuda de gas carbónico; porque se sobrealcaliniza y carbonata la mezcla precarbonatada obtenida con ayuda de una base elegida entre los óxidos y los hidróxidos de metales alcalino-térreos y de gas carbónico en presencia de un alcohilen-glicol a una temperatura

comprendida entre 100 y 250°C; porque se elimina el alcoholen-glicol en exceso y porque se recupera el detergente-dispersante de alta alcalinidad así obtenido.

5 2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la etapa de sulfuración se realiza en presencia de : 10 a 30 partes de alcoholifenol por 100 partes de mezcla de alcoholifenol-alcoholibencenosulfonato, 90 a 70 partes de alcoholibenceno-sulfonato por 100 partes de la mezcla de alcoholifenol-alcoholibenceno-sulfonato.

10 3^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a o la reivindicación 2^a, caracterizado porque: la etapa de sulfuración se realiza a una temperatura comprendida entre 120 y 180°C, a una presión inferior o igual a la presión atmosférica, la etapa de precarbonatación se realiza a una temperatura comprendida entre 160 y 185°C a presión atmosférica, la
15 etapa de sobrealcalinización-carbonatación se realiza a una temperatura comprendida entre 120 y 180°C a una presión inferior o igual a la presión atmosférica.

20 4^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 3^a, caracterizado porque la etapa de sulfuración viene seguida por una fase de deshidratación a una temperatura superior comprendida entre 130 y 185°C y a una presión inferior o igual a la presión atmosférica.

25 5^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 3^a, caracterizado porque la etapa de sobrealcalinización-carbonatación se realiza en al menos una fase.

30 6^a.- Procedimiento según la reivindicación 5^a, caracterizado porque la etapa de sobrealcalinización-carbonatación se realiza en dos fases.

7^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 4^a, caracterizado porque la etapa de sulfuración se realiza en presencia: de 1 a 8 partes de azufre por 100 partes de mezcla de alcoholfenol-alcoholbenceno-sulfonato, de 7 a 20 partes de base alcalino-térrea por 100 partes de mezcla de alcoholfenol-alcoholbenceno-sulfonato, de 7 a 20 partes de alcoholenglicol por 100 partes de la mezcla de alcoholfenol-alcoholbenceno-sulfonato.

8^a.- Procedimiento según la reivindicación 7^a, caracterizado porque la etapa de sulfuración se realiza en presencia de: 2 a 5 partes de azufre por 100 partes de la mezcla de alcoholfenol-alcoholbenceno-sulfonato, 10 a 15 partes de base alcalino-térrea por 100 partes de la mezcla de alcoholfenol-alcoholbenceno-sulfonato, 7 a 17 partes de alcoholenglicol por 100 partes de la mezcla de alcoholfenol-alcoholbenceno-sulfonato.

9^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 3^a, caracterizado porque la etapa de precarbonatación se realiza con ayuda de una cantidad de CO₂ que corresponde más o menos al 30% en peso, casi la que puede ser completamente absorbida por la mezcla sulfurada.

10^a.- Procedimiento según la reivindicación 9^a, caracterizado porque la etapa de precarbonatación se realiza con ayuda de la cantidad de CO₂ que pueda ser completamente absorbida por la mezcla sulfurada.

11^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a, 2^a, 3^a y 5^a, caracterizado porque la etapa de sobrealcalinización-carbonatación se realiza en presencia: de 5 a 15 partes en peso de base alcalino-térrea por 100 partes de mezcla precarbonatada, de 5 a 50 partes

de alcoholen-glicol por 100 partes de mezcla precarbonatada, de una cantidad de CO₂ que varía entre la cantidad que pueda ser completamente absorbida y un exceso del 40% en peso de este valor.

5 12^a.- Procedimiento según la reivindicación 11^a, caracterizado porque la etapa de sobrealcalinización-carbonatación se realiza en presencia: de 8 a 12 partes de base alcalino-térrea por 100 partes de mezcla precarbonatada, de 20 a 40 partes de alcoholen-glicol por 100 partes de mezcla precarbonatada, de una cantidad de CO₂ que corresponde a la que pueda ser completamente absorbida.

10 13^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a y 3^a, caracterizado porque la cantidad de aceite de dilución es tal que la cantidad de aceite contenida en el producto detergente-dispersante final esté comprendida entre 20 y 60% de dicho producto.

15 14^a.- Procedimiento según la reivindicación 13^a, caracterizado porque dicha cantidad de aceite es tal que la cantidad de aceite en el producto final esté comprendida entre 25 y 55% de dicho producto.

20 15^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a y 2^a, caracterizado porque el peso de alcoholifenol empleado con relación al peso del producto de detergente-dispersante final está comprendido entre 8 y 18%.

25 16^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 4^a, 7^a y 8^a, caracterizado porque el alcoholifenol empleado contiene al menos un sustituyente alcohol de C₉-C₁₅.

30 17^a.- Procedimiento según la reivindicación 16^a, caracterizado porque el alcoholifenol se elige entre los no-

nil, decil, dodecil o tetradecilfenoles.

18^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 4^a, 7^a y 8^a, caracterizado porque el alcoholbenceno-sulfonato de metal alcalino-térreo presenta un N.B.T. inferior o igual a 50.

19^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 4^a, 7^a, 8^a y 18^a, caracterizado porque el alcoholbenceno-sulfonato es una sal de calcio, bario o magnesio de un ácido sulfónico obtenido por sulfonación de un alcoholbenceno derivado de una olefina o de un polímero de olefina de C₁₅-C₃₀.

20^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 8^a, 11^a y 12^a, caracterizado porque la base derivada del metal alcalino-térreo es un óxido o un hidróxido de calcio, de bario o de magnesio.

21^a.- Procedimiento según la reivindicación 20^a, caracterizado porque el metal alcalino-térreo del que se deriva la base es el mismo que aquel del que se deriva el alcoholbenceno-sulfonato.

22^a.- Procedimiento según la reivindicación 20^a, caracterizado porque el metal alcalino-térreo del que se deriva la base no es el mismo que aquel del que se deriva el alcoholbenceno-sulfonato.

23^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 8^a, 11^a y 12^a, caracterizado porque el alcoholen-glicol es glicol.

24^a.- PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE DETERGENTES -DISPERSANTES.

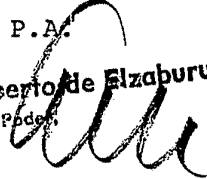
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 06. FEB. 1979

P.A.

Alberio de Elzaburu
Por Poder.



5

10

15

20

25

30

12019

LMN.-