

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

Concedido el Registro de ⁽¹⁸⁾ ES ⁽¹¹⁾ con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

NUMERO	488933
FECHA DE PRESENTACION	26-2-80

⁽¹⁰⁾ AI

PATENTE DE INVENCION

⁽³⁰⁾ PRIORIDADES:		
⁽³¹⁾ NUMERO	⁽³²⁾ FECHA	⁽³³⁾ PAIS
P 29 08 265.3	2-3-79	Rep. Fed. Alemana
⁽⁴⁷⁾ FECHA DE PUBLICIDAD	⁽⁵¹⁾ CLASIFICACION INTERNACIONAL	⁽⁶²⁾ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C 143/39	
⁽⁵⁴⁾ TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SALES DE METALES ALCALI NOTERREOS DE ACIDOS ALCOHILBENCENOSULFONICOS"		
⁽⁷¹⁾ SOLICITANTE (S)		
HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT		(HOE 79/F 046)
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
D-6230 Frankfurt am Main 80, Rep. Federal Alemana		
⁽⁷²⁾ INVENTOR (ES)		
Dr. Werner Wellbrock		
⁽⁷³⁾ TITULAR (ES)		
⁽⁷⁴⁾ REPRESENTANTE		
D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ		(P.- 73.919)

1 Sales de metales alcalinotérreos de ácidos alcoholben-
cenosulfónicos encuentran utilización técnicamente en gran
extensión para la preparación de concentrados en emulsión
de agentes biocidas insolubles en agua, especialmente para
5 agentes insecticidas y herbicidas. Los productos emplea-
dos para este fin deben ser en lo esencial anhidros. La -
preparación de estos compuestos se efectúa de manera cono-
cida según un procedimiento de 2 etapas. En tal caso, pri-
meramente a partir del ácido alcoholbencenosulfónico, que
10 se obtiene según procedimientos habituales de sulfonación
a partir de alcoholbencenos con aproximadamente 9 hasta 18
átomos de carbono en los radicales alcohol, se prepara en
el medio que contiene agua la deseada sal de metal alcali-
notérreo, principalmente la sal de calcio. Puesto que has-
15 ta ahora no se ha hecho posible efectuar la neutralización
de ácidos alcoholbencenosulfónicos con un hidróxido de me-
tal alcalinotérreo, especialmente con hidróxido de calcio
o de bario, en ausencia de agua, ésta se realiza en un di-
solvente orgánico que contiene agua, por lo general alcoh-
20 les inferiores que contienen agua, especialmente isobuta-
nol. A partir de la solución neutra obtenida de los al-
coholbencenosulfonatos en el disolvente que contiene agua
se elimina luego el agua y grandes porciones del disolven-
te orgánico por destilación azeotrópica.

25 Se ha hallado ahora que se puede renunciar a la adi-

1 ción de agua, si se realiza la neutralización en presencia de pequeñas cantidades de un oxalcoholato.

Objeto de la invención es, por consiguiente, un procedimiento para la preparación de sales de metales alcali-
5 notérreos, especialmente sales de calcio, de ácidos alcoholbencenosulfónicos, por neutralización de los correspondientes ácidos alcoholbencenosulfónicos libres, que consiste en que se mezcla una solución del ácido alcoholbencenosulfónico en un disolvente orgánico con 1 hasta 10, preferentemente 1 - 5% en peso de un oxalcoholato, referido al
10 peso del ácido alcoholbencenosulfónico, se neutraliza por adición de la cantidad necesaria de un compuesto básico de metal alcalinotérreo, y se aísla la sal resultante del ácido alcoholbencenosulfónico.

15 El procedimiento conforme a la invención se realiza por lo general disponiendo previamente el disolvente, añadiendo el agente de neutralización y el oxalcoholato, calentando a una temperatura de aproximadamente 70°C - 90°C y añadiendo luego el ácido alcoholbencenosulfónico. Después de terminar la neutralización, lo que puede comprobarse por revisión del valor de pH, se aísla por filtración -
20 el alcoholbencenosulfonato resultante. La adición de los productos individuales al disolvente orgánico puede efectuarse también en orden de sucesión diferente, pero se prefiere el modo de procedimiento descrito anteriormente.
25

1 Para eliminar el agua de reacción resultante en la -
neutralización, después de terminada la neutralización se
separa esta agua, conjuntamente con una parte del disol--
vente, por destilación azeotrópica. Esta destilación pue
5 de efectuarse antes o después de la filtración, según que
el fenilsulfonato haya de resultar en forma sólida o como
formulación anhidra en el disolvente orgánico.

 Como disolventes para este procedimiento entran en --
consideración alcoholes inferiores, especialmente iso-buta
10 nol e iso-propanol, pero también disolventes aromáticos ta
les como para-xileno, benceno, tolueno y también aceites
minerales. En el caso de los ácidos alcoholbencenosulfó-
nicos se trata de los ácidos monosulfónicos de alcoholben-
cenos, que tienen en los radicales alcohol 8 hasta 18 áto
15 mos de carbono. Como oxalcoholatos puede emplearse pro--
ductos de las siguientes clases de compuestos:

 Triglicéridos oxetilados con 20-60 unidades de óxido
de etileno, preferentemente aceite de ricino con 36 - 40
unidades de óxido de etileno; alcoholes grasos ($C_{12}-C_{20}$)
20 oxalcoholados o ácidos grasos en cada caso con 4 - 30 uni-
dades de óxido de etileno; alcoholfenoles oxalcoholados -
con 8 hasta 16 átomos de carbono en las cadenas de alcoh
lo y 8 hasta 30 unidades de óxido de etileno así como po-
lietilenglicolmetiléteres o polietilenglicoletiléteres --
25 con 1 - 8 unidades de etilenglicol. Como agentes de neu-

1 neutralización sirven compuestos básicos de los metales alcali-
linotérreos, preferentemente hidróxido, carbonato u óxido
de calcio.

5 El procedimiento descrito anteriormente ofrece la --
ventaja de que en la neutralización se puede renunciar a --
la adición de agua y de esta manera se ahorra tiempo y ener-
gía.

Ejemplo 1

10 813 ml de xileno se disponen previamente y se añaden
con agitación 30 g de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Se agita durante 10 minu-
tos, se añaden luego 16 g de dietilenglicoldimetiléter y --
se calienta a 70°C . En el espacio de 3 horas se añaden --
luego 250 g de ácido dodecibencenosulfónico hasta que se
15 alcance un valor de pH de 4. La carga es agitada poste-
riormente todavía durante 30 minutos y luego se continúa --
calentando hasta una temperatura interior de 142°C . En --
tal caso se separan por destilación aproximadamente 200 ml
de una mezcla de xileno y agua. El contenido de la reci-
20 piente a presión es enfriado a 70°C , agitado posteriormen-
te durante 30 minutos y separado por filtración. Se obtie-
nen aproximadamente 800 g de la sal de calcio del ácido do-
decibencenosulfónico.

Ejemplo 2

25 A 100 g de iso-butanol anhidro se añaden 3 g de nonil-
fenol + 9 OE (OE) = unidades óxido de etileno y se reune --

1 esta mezcla con 13,5 g de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Se calienta a 70°C y
se añaden con agitación lentamente 93 g de ácido dodecil-
bencenosulfónico hasta un valor de pH de aproximadamente
5 6. Se sigue agitando durante una hora y se separa por fil-
tración la sal de calcio.

10 El agua resultante en la neutralización es separada
por destilación azeotrópica. En total se eliminan en tal
caso aproximadamente 72 ml de iso-butanol, que contienen -
toda el agua. Se obtienen 140 g de dodecilbencenosulfona-
to cálcico anhidro (al 70%).

15

20

25

24010

1

- 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

1ª.- Procedimiento para la preparación de sales de metales alcalinotérreos de ácidos alcoholbencenosulfónicos por neutralización de ácidos alcoholbencenosulfónicos, caracterizado porque se mezcla una solución del ácido alcoholbencenosulfónico en un disolvente orgánico con 1 hasta 10% en peso de un oxalcoholato, referido al peso del ácido alcoholbencenosulfónico, se neutraliza por adición de la cantidad necesaria de un compuesto básico de metal alcalinotérreo y se aísla la sal resultante del ácido alcoholbencenosulfónico.

15

20

2ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado porque al disolvente orgánico se le añade primeramente el oxalcoholato y el compuesto básico de metal alcalinotérreo, y luego se le añade el ácido alcoholbencenosulfónico.

25

3ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SALES DE METALES ALCALINOTERREOS DE ACIDOS ALCOHILBENCENOSULFONICOS".

1

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

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

5

Madrid, 26. FEB. 1980

P.A.

Alberto de Elizburu
Por Poder

10

15

20

25

16020

JL/