



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 243 134**

⑫ Número de solicitud: 200401137

⑤① Int. Cl.7: **C07C 303/44**
C07C 309/03

⑫

SOLICITUD DE PATENTE

A1

⑫② Fecha de presentación: **12.05.2004**

⑫③ Fecha de publicación de la solicitud: **16.11.2005**

⑫④ Fecha de publicación del folleto de la solicitud:
16.11.2005

⑦① Solicitante/s: **Universidad de Cádiz**
OTRI- Universidad de Cádiz
c/ Ancha, 16
11001 Cádiz, ES

⑦② Inventor/es: **Cohen Mesonero, León y**
Soto Fernández, Fernando

⑦④ Agente: **No consta**

⑤④ Título: **Procedimientos mejorados de separación y de concentración de productos de la reacción de foto-sulfoxidación de ésteres metílicos grasos de rango detergente.**

⑤⑦ Resumen:

Procedimientos mejorados de separación y de concentración de productos de la reacción de fotosulfoxidación de ésteres metílicos grasos de rango detergente.

Consiste en la descripción de dos procedimientos alternativos de separación del ácido sulfónico y uno de concentración, que deben tener lugar una vez realizada la etapa de síntesis descrita en la patente P9700365.

Los procedimientos alternativos de separación del ácido sulfónico propuestos hacen uso de agua caliente y hexano respectivamente.

El procedimiento propuesto de concentración de los productos de la reacción hace uso de n-butanol. El sulfonato sódico de éster metílico concentrado mediante este procedimiento de extracción alcanza un ingrediente activo medio del 75%.

ES 2 243 134 A1

DESCRIPCIÓN

Procedimientos de separación y de concentración de productos de la reacción de fotosulfoxidación de ésteres metílicos grasos de rango detergente.

Sector de la técnica

Producción de tensioactivos destinados a la fabricación de detergentes comerciales.

Estado de la técnica anterior a la fecha de presentación

La sulfoxidación de ésteres metílicos grasos con SO_2 , O_2 y luz ultravioleta de una longitud de onda apropiada, conduce a la síntesis de sulfonatos de ésteres metílicos, conocidos como Φ -MES, por la posición al azar del grupo SO_3 en la cadena alquílica. Estos productos tienen unas características que los hace atractivos como tensioactivos aniónicos para formulaciones detergentes, de ahí su interés industrial.

En el estado de la técnica son varias las patentes que describen procedimientos para la obtención de estos productos (Dumas e Inchauspe EP 0194201, EP0194 201, US 4344889).

La patente P9700365 de L.Cohen y F. Trujillo, recoge un procedimiento para sintetizar fotosulfonatos a partir de ésteres metílicos. Sin embargo, los resultados obtenidos por el procedimiento descrito en esta patente, son claramente mejorables, mejorando los procedimientos de separación del producto final de los reactivos no reaccionados y el procedimiento de purificación del producto final.

En consecuencia, se han ideado dos nuevos procedimientos de separación del ácido sulfónico y un nuevo procedimiento de concentración de los productos de la reacción, que constituyen el objeto de la presente invención.

Explicación de la invención

Los dos procedimientos de separación y el de concentración objeto de la presente invención deben ser realizados tras la etapa de síntesis descrita en la patente P9700365.

La reacción de sulfoxidación para sintetizar fotosulfonatos a partir de ésteres metílicos, transcurre de manera incompleta, de forma que al final de la reacción una parte importante del éster metílico inicial queda sin reaccionar. El procedimiento de separación de los productos propuesto en la patente P9700365 tenía un rendimiento muy bajo, de manera que las separaciones habían de llevarse a cabo en varias etapas.

En la presente invención se proponen dos nuevos procedimientos para la separación de los productos de la reacción (fundamentalmente ácidos sulfónicos) de los reactivos no reaccionados (principalmente éster metílico): la marcha con agua caliente y la marcha con hexano.

Por otra parte el producto obtenido tanto por el procedimiento descrito en la patente P9700365, como en los aquí descritos, no superan el 30% o el 40% de ingrediente activo respectivamente.

El nuevo procedimiento de concentración propone la extracción del activo con n-butanol. Con este procedimiento se consigue una materia activa media del 75%. Se ha podido comprobar además, que el producto concentrado posee unas propiedades anfílicas superiores al que no se extrae con n-butanol.

Descripción de las figuras

Figura 1.- Marcha analítica de los procedimientos de separación descritos.

Figura 2.- Extractor líquido-líquido al que se transfiere la disolución acuosa del sulfonato sódico del éster metílico en el procedimiento de concentración.

Modo de realización de la invención

Los dos procedimientos de separación y el de concentración objeto de la presente invención serán descritos a continuación.

1.- Procedimientos de separación del ácido sulfónico

Los procedimientos de separación descritos a continuación, consisten en procedimientos alternativos y deben tener lugar una vez realizada la etapa de síntesis descrita en la patente P9700365. Ambas marchas están descritas en la Figura 1.

1.1 Separación con agua caliente

Permite la separación de la fase fónica obtenida en la reacción, de la fase orgánica no reaccionada. La novedad consiste en añadir en un embudo de decantación la misma cantidad de agua caliente, a una temperatura de entre 60 y 70°C, de la que se tenga de producto. La separación de fases es inmediata. En la fase superior del embudo, la orgánica, queda el éster metílico no reaccionado y en la fase acuosa inferior, ácido sulfónico y otros subproductos de la reacción. Es indispensable mantener la temperatura, como mínimo a 60°C, durante todo el proceso de separación con el fin de tener el sistema en fase líquida.

1.2 Separación con hexano

La salida del reactor se transfiere a un extractor líquido-líquido. El extractor está conectado por la zona intermedia a un matraz con hexano y por cabeza, a un condensador de agua. El matraz se calienta hasta reflujo durante seis a ocho horas. El hexano arrastra al éster metílico no reaccionado así como al posible ácido graso formado. El ácido sulfónico queda en el extractor mientras que el éster metílico no reaccionado y la mayor parte del ácido graso van al matraz. El hexano se recupera por destilación en un rotavapor. De esta manera se consigue aislar el ácido sulfónico como tal.

Una vez separado el éster metílico, es fácil determinar el grado de conversión expresando éste en porcentaje, como la relación entre el éster desaparecido con respecto al inicial. El grado de conversión medio conseguido está en torno al 42%.

2.- Concentración de los productos de la reacción. Extracción con n-butanol

Una vez separados los productos por cualquiera de los métodos de separación descritos en el apartado anterior, éstos se neutralizan con hidróxido sódico al 30% en peso.

La disolución acuosa del sulfonato sódico del éster metílico se transfiere a un extractor líquido-líquido. El matraz que contiene 600 ml de n-butanol se calienta a reflujo durante un periodo de tiempo de entre seis y ocho horas. El sulfonato sódico de éster metílico se recupera en la fase butanol, mientras que las impurezas permanecen en la fase acuosa.

El extracto (fase alcohólica) se destila a vacío en un rota vapor, donde el destilado está constituido por el n-butanol recuperado.

El sulfonato sódico de éster metílico concentrado mediante este procedimiento de extracción alcanza un ingrediente activo medio del 75%.

REIVINDICACIONES

1. Procedimientos mejorados de separación y de concentración de productos de la reacción de fotosulfoxidación de ésteres metílicos grasos de rango detergente, **caracterizados** por consistir en dos procedimientos alternativos de separación del ácido sulfónico y uno de concentración de los productos de la reacción, que deben tener lugar una vez realizada la etapa de síntesis descrita en la patente P9700365.

2. Procedimientos mejorados de separación y de concentración de productos de la reacción de fotosulfoxidación de ésteres metílicos grasos de rango detergente según reivindicación 1, **caracterizados** porque los dos procedimientos alternativos de separación del ácido sulfónico propuestos hacen uso de agua caliente y hexano respectivamente.

3. Procedimientos mejorados de separación y de concentración de productos de la reacción de fotosulfoxidación de ésteres metílicos grasos de rango detergente según reivindicaciones 1 y 2, **caracterizados** porque el procedimiento de separación del ácido sulfónico con agua caliente debe realizarse añadiendo en un embudo de decantación la misma cantidad de agua, a una temperatura de entre 60 y 70°C, de la que se tenga de producto, debiendo mantenerse la temperatura como mínimo a 60°C durante todo el proceso de separación.

4. Procedimientos mejorados de separación y de concentración de productos de la reacción de fotosul-

foxidación de ésteres metílicos grasos de rango detergente según reivindicaciones 1 y 2, **caracterizados** porque el procedimiento de separación del ácido sulfónico con hexano consiste en transferir la salida del reactor a un extractor líquido/líquido conectado por la zona media a un matraz con hexano y por la cabeza a un condensador de agua, debiendo calentarse el matraz hasta reflujo durante un tiempo de seis a ocho horas.

5. Procedimientos mejorados de separación y de concentración de productos de la reacción de fotosulfoxidación de ésteres metílicos grasos de rango detergente según reivindicación 1, **caracterizado** porque el procedimiento propuesto de concentración de los productos de la reacción consta de las siguientes etapas:

- Neutralización con hidróxido sódico al 30% en peso de los productos obtenidos en la fase de separación.
- Transferencia a un extractor líquido/líquido de la disolución acuosa del sulfonato sódico del éster metílico.
- Inclusión en el matraz del extractor líquido/líquido de 600 ml. de n-butanol y calentamiento a reflujo durante 8 horas.
- Destilación a vacío del extracto en un rota vapor.

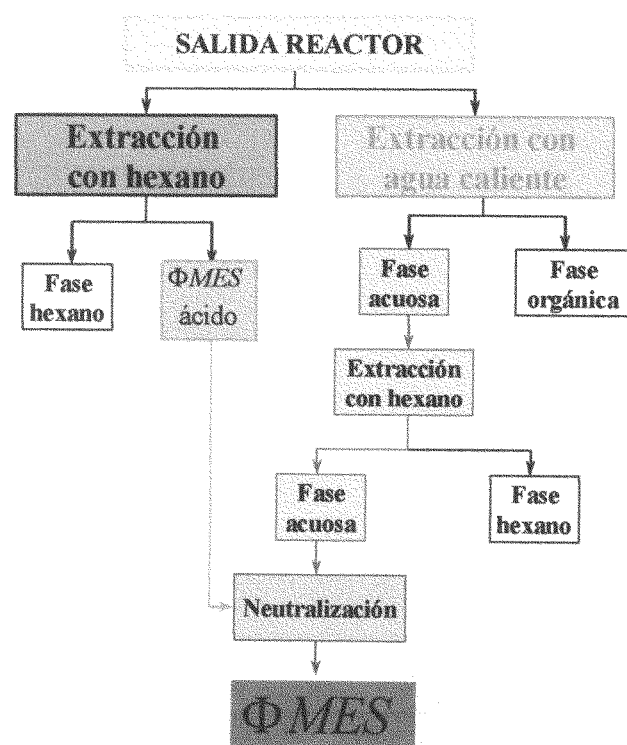


Fig. 1

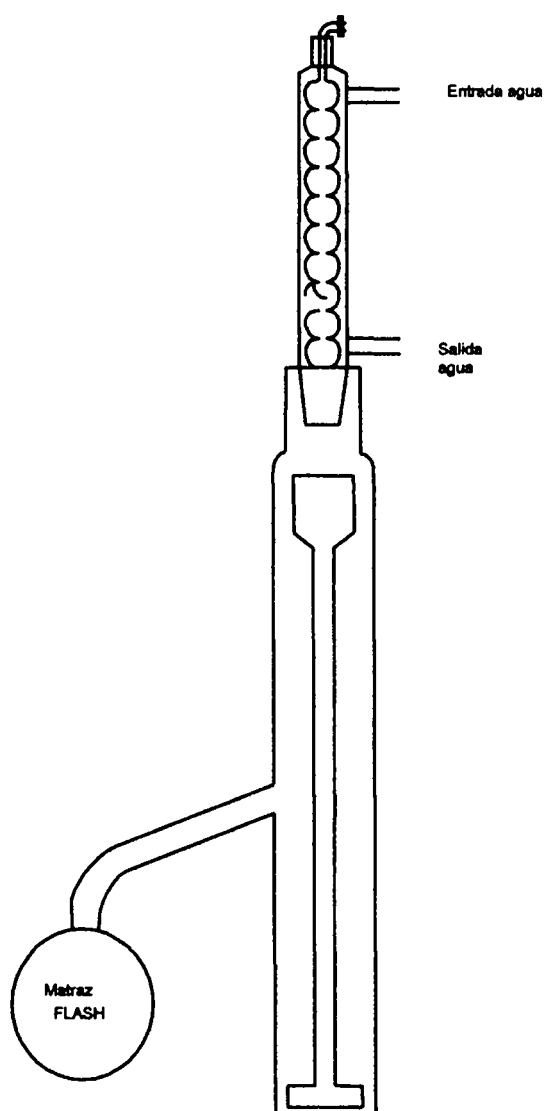


Fig. 2



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ ES 2 243 134

⑫ Nº de solicitud: 200401137

⑬ Fecha de presentación de la solicitud: 12.05.2004

⑭ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑮ Int. Cl.7: C07C 303/44, 309/03

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	ES 2058763 T3 (ENIRICERCHE) 01.11.1994, página 2; reivindicaciones 1,4.	1-4
A	ES 2018819 A1 (ENIRICERCHE) 16.05.1991	1-4
A	US 4310473 A (SPINGMANN) 12.01.1982	1-4

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

30.09.2005

Examinador

M. Ojanguren Fernández

Página

1/1