

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 807 631**

51 Int. Cl.:

C11D 1/72	(2006.01)
C11D 1/29	(2006.01)
C11D 1/14	(2006.01)
C11D 1/83	(2006.01)
C11D 3/34	(2006.01)
C07C 43/11	(2006.01)
C11D 1/12	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.04.2016 PCT/US2016/026073**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **13.10.2016 WO16164378**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.04.2016 E 16718564 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.06.2020 EP 3280790**

54 Título: **Alcoxilatos de alcohol de intervalo estrecho y derivados de los mismos**

30 Prioridad:

08.04.2015 US 201514681176

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

23.02.2021

73 Titular/es:

**THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, OH 45202, US**

72 Inventor/es:

**NARASIMHAN, KARUNAKARAN;
VENEGAS, MANUEL, G;
MATHUR, SAURABH;
LANGE, RALF y
BIN ASI SIHOMBING, MUHAMMAD, SOFIAN**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 807 631 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Alcoxilatos de alcohol de intervalo estrecho y derivados de los mismos

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere generalmente a alcoxilatos de alcohol de intervalo estrecho y derivados de los mismos, tales como alquil etoxi sulfatos.

10 Antecedentes de la invención

Los alcoxilatos de alcohol y derivados de los mismos, tales como los alquil etoxi sulfatos (o alcohol etoxi sulfatos (AES)), tienen utilidad en una amplia variedad de aplicaciones, por ejemplo, tensioactivos para usar en detergentes. La reacción general de los alcoholes y el óxido de etileno para formar alcoholes etoxilados o aductos de óxido de etileno se conoce desde hace tiempo y se ha practicado a escala comercial. Por ejemplo, estos aductos de óxido de etileno se han utilizado como detergentes y agentes limpiadores, detergentes para lavado de ropa doméstico e industrial, aditivos reforzante de la detergencia, productos limpiadores, higienizantes y materiales para limpieza en seco.

Se dispone de una gran cantidad de fuentes bibliográficas en el área general de la alcoxilación de alcoholes. También se dispone de muchas referencias relacionadas con la capacidad catalítica de diversos materiales y el mecanismo y la cinética de dichas reacciones. Generalmente, una reacción de alcoxilación en la que participa un compuesto que tiene un hidrógeno activo, p. ej., alcohol, se lleva a cabo mediante la condensación de un óxido de alquileo utilizando un catalizador adecuado. Tanto los catalizadores básicos, p. ej., KOH, como los catalizadores ácidos, p. ej., BF₃, son conocidos por su uso en la alcoxilación de alcoholes. Sin embargo, la alcoxilación de alcoholes produce una distribución de diversos aductos (homólogos), no un compuesto puro. Por ejemplo, en aplicaciones de tensioactivos, un aducto con demasiadas pocas moléculas de óxido de etileno puede no ser eficaz debido a una mala solubilidad, mientras que un aducto con demasiadas moléculas de óxido de etileno también puede ser no deseable porque la reducción de la tensión superficial por unidad de masa disminuye drásticamente con el aumento del peso molecular. Por lo tanto, son necesarios alcoxilatos con una distribución estrecha en el intervalo seleccionado de aductos molares para el determinado uso del material.

Las reacciones catalizadas por ácido conocidas, tales como BF₃, producen alcoxilatos de alcohol de intervalo estrecho (en pico), pero estos catalizadores producen productos secundarios no deseables que se deben separar y eliminar antes del uso. Los catalizadores básicos normalmente no producen el nivel de subproductos que se obtiene con los catalizadores ácidos, pero proporcionan una distribución mucho más amplia de aductos de alcoxilación. Por lo tanto, sería deseable proporcionar alcoxilatos de alcohol con una distribución estrecha de los aductos molares preferidos, que son producidos por un sistema catalizador que no da lugar a subproductos no deseables.

Se conoce el uso de una composición de catalizador obtenida mezclando una sal de cinc de ácido organosulfónico en uno o más líquidos seleccionados de agua, alcoholes inferiores, alcoholes superiores, glicol éter y disolventes aromáticos, donde la relación de ácido organosulfónico/óxido de cinc = 5/1 a 1/10 (relación molar). Sin embargo, el uso de ácido organosulfónico de cinc como catalizador implica otro proceso aparte para obtener la sal de cinc del ácido organosulfónico.

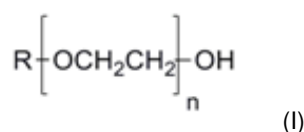
Document Zimoch, J., Błaszczak, J., Szarzyńska, K. y col. J Surfact Deterg (1999) 2: 473 describe la actividad de superficie de mezclas de oxietilatos de alcohol distribuidos en un intervalo estrecho y dodecilsulfonato de sodio.

En el documento US-4.540.828A se describen catalizadores para reacciones de alcoxilación.

50 Sumario de la invención

El alcance de la invención queda definido por las reivindicaciones. Cualquier objeto que pueda estar fuera del alcance de las reivindicaciones se proporciona con fines informativos únicamente.

La presente descripción trata de resolver una más de las necesidades proporcionando una composición que comprende un etoxilado de alcohol de fórmula (I):



donde R se selecciona de un grupo alquilo C₈-C₂₀ lineal o ramificado, saturado o insaturado, donde 0 ≤ n ≤ 10, y donde el valor promedio de n es 1, donde menos de 7 % en peso del etoxilado de alcohol son etoxilatos que

tienen $n \geq 3$ y menos de 35 % en peso del etoxilado de alcohol son etoxilatos que tienen $n=0$ y donde la composición comprende, además, de 1 % a 10 % en peso de la composición de ácido metanosulfónico.

La presente descripción también se refiere, a derivados sulfatados de los etoxilados de alcohol descritos anteriormente.

La presente descripción que no es según la invención se refiere además a una composición concentrada que comprende de aproximadamente 1 % a aproximadamente 10 % en peso de la composición de ácido metanosulfónico, y de aproximadamente 70 % a aproximadamente 99 % en peso de un etoxilado de alcohol de intervalo estrecho que tiene un grado de etoxilación promedio que varía de aproximadamente 1 a aproximadamente 10.

La presente descripción que no es según la invención se refiere además a una composición concentrada que comprende de aproximadamente 1 % a aproximadamente 10 % en peso de la composición de ácido metanosulfónico, y de aproximadamente 10 % a aproximadamente 85 % en peso de un alcohol etoxisulfato de intervalo estrecho que tiene un grado de etoxilación promedio que varía de aproximadamente 1 a aproximadamente 10.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 ilustra la distribución homóloga de alcohol C1214 etoxilado preparado a partir de la etoxilación del alcohol catalizada con ácido metanosulfónico (MSA) con 1 moles de óxido de etileno y la distribución homóloga de alcohol C1214 etoxilado preparado a partir de la etoxilación del alcohol catalizada con hidróxido de potasio con 1 moles de óxido de etileno. La distribución se determina por CG.

La Fig. 2 ilustra la distribución homóloga de alcohol C1214 etoxilado preparado a partir de la etoxilación del alcohol catalizada con ácido metanosulfónico (MSA) con 2 moles de óxido de etileno y la distribución homóloga de alcohol C1214 etoxilado preparado a partir de la etoxilación del alcohol catalizada con hidróxido de potasio con 2 moles de óxido de etileno. La distribución se determina por CG.

La Fig. 3 ilustra la distribución homóloga de alcohol C1214 etoxilado preparado a partir de la etoxilación del alcohol catalizada con ácido metanosulfónico (MSA) con 3 moles de óxido de etileno y la distribución homóloga de alcohol C1214 etoxilado preparado a partir de la etoxilación del alcohol catalizada con hidróxido de potasio con 3 moles de óxido de etileno. La distribución se determina por CG.

La Fig. 4 ilustra la distribución homóloga de alcohol C1415 etoxilado preparado a partir de la etoxilación del alcohol catalizada con ácido metanosulfónico (MSA) con 2,5 moles de óxido de etileno y la distribución homóloga de alcohol C1415 etoxilado preparado a partir de la etoxilación del alcohol catalizada con hidróxido de potasio con 2,5 moles de óxido de etileno. La distribución se determina por CG.

Descripción detallada de la invención

A partir de la siguiente descripción, que incluye ejemplos cuyo propósito es proporcionar una amplia representación de la invención, resultarán evidentes características y ventajas de la presente invención. Como se utiliza en la presente descripción con referencia a la fórmula (I), el término "valor promedio de n " se refiere al promedio de moles de óxido de etileno, que es el mismo que el grado promedio de etoxilación. El promedio n puede ser un número entero o una fracción.

Como se utiliza en la presente memoria, se entiende que los artículos que incluyen "el/la", "un" y "/uno/una", cuando se utilizan en una reivindicación o en la memoria descriptiva, significan uno o más de lo que se reivindica o se describe.

Como se utiliza en la presente memoria, los términos "incluyen", "incluye" e "incluidos" deben entenderse como no limitativos.

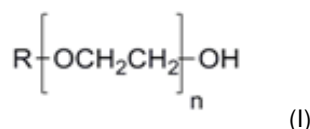
La expresión "prácticamente exento de" o "prácticamente exenta de" como se utiliza en la presente descripción se refiere a la ausencia completa de un ingrediente o una cantidad mínima del mismo simplemente como impureza o subproducto no previsto de otro ingrediente. Una composición que está "prácticamente exenta" de un componente significa que la composición comprende menos de aproximadamente 0,5 %, 0,25 %, 0,1 %, 0,05 %, o 0,01 %, o incluso 0 %, en peso de la composición, del componente.

Se entenderá que cada limitación numérica máxima dada en esta memoria descriptiva incluye toda limitación numérica inferior, como si las limitaciones numéricas inferiores estuvieran expresamente escritas en la presente memoria. Cada limitación numérica mínima proporcionada a lo largo de esta memoria descriptiva incluirá cada limitación numérica superior, como si dichas limitaciones numéricas superiores estuvieran expresamente escritas en la presente memoria. Cada intervalo numérico proporcionado a lo largo de esta memoria descriptiva incluirá cada intervalo numérico más limitado que se encuentra dentro de dicho intervalo numérico más amplio, como si todos los citados intervalos numéricos más limitados estuviesen expresamente escritos en la presente memoria.

En esta descripción, todas las concentraciones y relaciones son en función al peso de la composición detergente salvo que se indique lo contrario.

Etoxilado de alcohol de intervalo estrecho

Los etoxilados de alcohol descritos en la presente descripción tienen la siguiente fórmula general (I):



donde R se selecciona de un grupo alquilo C₈-C₂₀ lineal o ramificado, saturado o insaturado y donde 0 ≤ n ≤ 10.

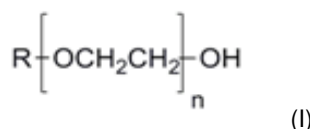
Los etoxilados de alcohol descritos en la presente descripción típicamente no son compuestos sencillos, como lo sugiere su fórmula general (I), sino que comprenden una mezcla de varios homólogos que tienen una longitud de cadena de óxido de polialquileno y peso molecular diferentes. Entre los homólogos, son deseables los que tienen el número total de unidades de óxido de alquileno por mol de alcohol más cercano al aducto de óxido de alquileno más prevalente; los homólogos cuyo número total de unidades de óxido de alquileno es mucho menor o muy superior al aducto de óxido de alquileno más prevalente son menos deseables. En otras palabras, es deseable una composición de alcohol alcoxilado "de intervalo estrecho" o "en pico". Una composición de alcohol alcoxilado "de intervalo estrecho" o "en pico" se refiere a una composición de alcohol alcoxilado que tiene una distribución estrecha de moles de adición de óxido de alquileno.

Por ejemplo, las Figs. 1, 2, y 3 ilustran la distribución homóloga de alcohol C1214 etoxilado preparado a partir de la etoxilación catalizada con hidróxido de potasio convencional del alcohol con 1, 2 y 3 moles de óxido de etileno, respectivamente. Como se muestra en las Figs. 1, 2, y 3, el producto etoxilado resultante no es un solo compuesto que contiene 1, 2, o 3 unidades (CH₂CH₂O) como puede sugerir la fórmula general (fórmula I, con n=1, 2, o 3), sino que el producto es una mezcla de varios homólogos cuyas unidades de óxido de etileno totales varían de 1 a 10. En cambio, las Figs. 1, 2 y 3 ilustran también la distribución homóloga de alcohol C1214 etoxilado preparado a partir de la etoxilación catalizada con MSA del alcohol con 1, 2 y 3 moles de óxido de etileno, respectivamente. En las Figs. 1, 2 y 3, la distribución en pico de los homólogos viene indicada por su mayor concentración (% en peso) para el grado de etoxilación promedio deseado, p. ej., para un grado de etoxilación promedio deseado de 1, mayor concentración de AE1 y AE2, para un grado de etoxilación promedio deseado de 2, mayor concentración de AE1, AE2 y AE3, para un grado de etoxilación promedio deseado de 3, mayor concentración de AE2, AE3 y AE4.

Una composición de alcohol alcoxilado "de intervalo estrecho" o "en pico" puede ser deseable para una aplicación seleccionada. Los homólogos en el intervalo de distribución deseado seleccionado pueden tener el balance lipófilo-hidrófilo adecuado para una aplicación seleccionada. Por ejemplo, en el caso de un producto de alcohol etoxilado que comprende una relación promedio de 3 unidades de óxido de etileno (EO) por molécula, los homólogos que tienen un balance lipófilo-hidrófilo deseado pueden variar de 2EO a 4EO. Los homólogos con una longitud de cadena de EO más corta (<2EO) o longitud de cadena de EO más larga (>4EO) pueden no ser deseables para las aplicaciones para las que se selecciona habitualmente una relación de tensioactivo de 3 EO/alcohol, ya que dichos homólogos de cadena más larga y más corta son o demasiado lipófilos o demasiado hidrófilos para las aplicaciones en las que se utiliza este producto. Por lo tanto, resulta ventajoso desarrollar un alcohol alcoxilado que tenga una distribución en pico.

Las composiciones de alcohol alcoxilado de intervalo estrecho de la descripción tienen un grado promedio de etoxilación de 1.

Las composiciones de la descripción comprenden un etoxilado de alcohol de fórmula (I):



donde R se selecciona de un grupo alquilo C₈-C₂₀ saturado o insaturado, lineal o ramificado, donde 0 ≤ n ≤ 10, y donde el valor promedio de n es 1, donde menos de 7 % en peso del etoxilado de alcohol son etoxilatos que tienen n≥3 y menos de 35 % en peso del etoxilado de alcohol son etoxilatos que tienen n=0 (alcohol libre) y donde la composición comprende, además, de 1 % a 10 % en peso de la composición de ácido metanosulfónico.

La presente descripción que no es según la invención también se refiere a derivados de alcoxilatos de alcohol de intervalo estrecho. Existen varios derivados adecuados de alcoxilatos de alcohol de intervalo estrecho, tales como sulfatos, conocidos como alcohol etoxi sulfatos. La distribución molar de intervalo estrecho del etoxilado de alcohol se mantiene en los diversos derivados, tales como el alcohol etoxi sulfato. Diversos procesos de sulfatación son bien conocidos en la técnica.

El etoxilado de alcohol y sus derivados, p. ej., alcohol etoxi sulfato, pueden derivarse de un alcohol natural, un alcohol sintético, o una mezcla de los mismos.

5 Las composiciones descritas en la presente descripción pueden también comprender (además del etoxilado de alcohol) catalizador residual de alcoxilación, que se pueden considerar residuo de la reacción o una impureza. El catalizador de alcoxilación es ácido metanosulfónico. Los ácidos sulfónicos C1-14, especialmente el ácido metanosulfónico y el ácido dodecilbencenosulfónico, son componentes habituales de diversos productos de limpieza y detergentes. Por ejemplo, el ácido dodecilbencenosulfónico es un “tensioactivo de batalla” en detergente para lavado de ropa y el ácido metanosulfónico se utiliza en composiciones con fines estéticos. Como tales, dichos catalizadores no necesitan ser retirados de las corrientes de producto de tipo etoxilado de alcohol, simplificando por lo tanto el proceso de producción.

10 La composición o las composiciones de la descripción comprenden de 1 % a 10 %, o de 1 % a aproximadamente 6 %, o aproximadamente 3 %, en peso de la composición de ácido metanosulfónico. La composición o las composiciones de la descripción pueden comprender de 1 % a aproximadamente 2 % en peso de la composición de ácido metanosulfónico.

15 La composición o las composiciones de la descripción pueden también comprender (además del etoxilado de alcohol o su derivado sulfatado) diversas impurezas o subproductos de la reacción de alcoxilación. Las impurezas pueden variar dependiendo del catalizador utilizado y las condiciones de la reacción. Las impurezas incluyen alquiléteres, por ejemplo, dialquiléteres, tales como didodecil éter, glicoles, p. ej., dietilenglicol, trietilenglicol, pentaetilenglicol, otros polietilenglicoles, sulfonatos etoxilados (cuando se usa DDBSA como catalizador).

20 Utilizando los catalizadores de alcoxilación descritos en la presente descripción, la cantidad de impurezas producidas durante la reacción de alcoxilación y durante la reacción o reacciones de sulfatación posteriores pueden reducirse, especialmente en comparación con los catalizadores de alcoxilación conocidos que dan lugar a alcoxilatos de intervalo estrecho. Entre las impurezas que pueden producirse durante una reacción o reacciones de sulfatación posteriores figura el 1,4-dioxano, un diéter cíclico.

25 La composición o las composiciones de la descripción pueden comprender de aproximadamente 0,01 % a aproximadamente 4 %, o de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 4 %, o de aproximadamente 1 % a aproximadamente 4 %, en peso de la composición de una impureza seleccionada del grupo que consiste en alquiléter, glicol y sulfonatos etoxilados.

30 La composición o las composiciones de la descripción pueden comprender de aproximadamente 1 % a aproximadamente 2 % en peso de la composición de ácido metanosulfónico y/o de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 2 % en peso de la composición de alquiléter (como impureza).

35 La presente descripción abarca, además, composiciones concentradas, frecuentemente denominadas pastas, que pueden combinarse con diversos ingredientes adyuvantes y agua para elaborar diversos productos detergentes, incluido detergente líquido para lavado de ropa. La presente descripción que no es según la invención se refiere a una composición concentrada que comprende de aproximadamente 1 % a aproximadamente 10 %, o de aproximadamente 1 % a aproximadamente 6 %, o aproximadamente 3 %, en peso de la composición de ácido metanosulfónico, y de aproximadamente 50 % a aproximadamente 99 %, o de aproximadamente 70 % a aproximadamente 99 %, en peso de un etoxilado de alcohol de intervalo estrecho que tiene un grado de etoxilación promedio que varía de aproximadamente 1 a aproximadamente 10. La presente descripción que no es según la invención se refiere, además, a una composición concentrada que comprende de aproximadamente 1 % a aproximadamente 10 %, o de aproximadamente 1 % a aproximadamente 6 %, o aproximadamente 3 %, en peso de la composición de ácido metanosulfónico, y de aproximadamente 10 % a aproximadamente 85 %, o de aproximadamente 30 % a aproximadamente 70 %, en peso de un alcohol etoxi sulfato de intervalo estrecho que tiene un grado de etoxilación promedio que varía de aproximadamente 1 a aproximadamente 10.

Catalizador y proceso de obtención de alcoxilatos de alcohol de intervalo estrecho

40 Los catalizadores de alcoxilación descritos en la presente descripción permiten la preparación de alcoxilatos de alcohol que tienen una distribución estrecha de moles de adición de óxido de alquileo. Se cree que, en una reacción de alcoxilación catalizada por base convencional, por ejemplo, una reacción de etoxilación de alcohol catalizada por KOH, el óxido de etileno tiene tendencia a reaccionar con conjugados de etoxilado de alcohol (los conjugados de etoxilado de alcohol son más ácidos), en lugar de reaccionar con conjugados de alcohol sin reaccionar, produciendo de esta manera una distribución de intervalo amplio que tiene mayores porcentajes de alcohol libre y alcoholes etoxilados de alto grado. Se cree que los alcoholes etoxilados de alto grado contribuyen a la producción aumentada de 1,4-dioxano (un subproducto no deseable), cuando dichos alcoholes etoxilados de alto grado se sulfatan para producir alcohol etoxi sulfatos. En una reacción de alcoxilación catalizada con ácido, tal como la de la presente invención, no hay presentes ni alcohol ni conjugados de etoxilado de alcohol y los productos de reacción vienen dados por la probabilidad de ataque por parte de un iniciador de óxido de etileno sobre una molécula de alcohol o una molécula de etoxilado de alcohol.

65

Los catalizadores de alcoxilación descritos en la presente descripción tienen una serie de ventajas para la fabricación comercial en comparación con los catalizadores conocidos que proporcionan alcoxilatos de distribución estrecha. Los catalizadores de alcoxilación descritos en la presente descripción comprenden materias primas de bajo costo usadas convencionalmente, y los catalizadores se pueden preparar fácilmente. Los catalizadores de alcoxilación descritos en la presente descripción también son estables y, por lo tanto, de fácil manejo. Además, la velocidad de reacción, utilizando los catalizadores de alcoxilación descritos en la presente descripción, es similar a la de catalizadores alcalinos previamente utilizados y adecuados para la producción comercial.

Los catalizadores de alcoxilación descritos en la presente descripción son adecuados para alcoxilar alcoholes, alquil fenoles, polioles, etc. saturados o insaturados, lineales o ramificados, naturales o sintéticos, que tienen 4-22 átomos de carbono. Los alcoholes adecuados incluyen materiales lineales puros (naturales), materiales poco ramificados en la posición C2 (Neodols®), ligeramente ramificados al azar (Safols®), altamente ramificados en la posición C2 (Isalchem®) y altamente ramificados en mitad de la cadena (HSA). Los alcoholes sintéticos adecuados incluyen los comercializados por Shell Chemical Company con la marca registrada Neodol®, incluidos Neodol® 25, Neodol® 23 y Neodol® 45. Los alcoholes naturales adecuados incluyen C1214. Además, los procedimientos de reacción, las condiciones de reacción y los reactores conocidos para los óxidos de alquileo pueden usarse con el catalizador de alcoxilación descrito en la presente descripción.

Los procesos de alcoxilación descritos en la presente descripción también pueden realizarse en serie, inicialmente mediante el uso del catalizador ácido descrito en la presente descripción y utilizando a continuación un catalizador conocido convencional, tal como KOH, para obtener alcoxilatos que tienen una distribución de moles de adición de óxido de alquileo que es más estrecha que los producidos con el catalizador de KOH solo pero más amplia que los producidos con los catalizadores de la invención solamente. La ejecución del proceso de alcoxilación en serie puede ser especialmente útil para lograr grados de etoxilación deseados más altos, p. ej., EO4, EO5, EO6.

La propia reacción de alcoxilación puede realizarse en un solo recipiente o en un proceso continuo. El óxido de etileno (EO) puede reaccionar inicialmente con el catalizador, que activa el EO para el ataque nucleofílico. Se pueden utilizar procesos en planta continuos con un tiempo de residencia adecuado.

Los procesos de alcoxilación descritos en la presente descripción se pueden utilizar para obtener etoxilados de alcohol de diversos grados de etoxilación, incluidos los grados deseados EO1, EO2 y EO3 a los que se hace una mención específica. Los procesos de alcoxilación descritos en la presente descripción también pueden usarse para producir otros alcoxilatos de alcohol, p. ej., alcohol propoxilado, de diversos grados de alcoxilación.

Un método adecuado para preparar un alcohol etoxilado según se describe en la presente descripción incluye las etapas de: 1) hacer reaccionar un exceso (por ejemplo, de aproximadamente 0 % a aproximadamente 5 % en exceso) de óxido de etileno con un alcohol C8-C20 lineal o ramificado para una relación molar deseada estequiométrica de óxido de etileno, en presencia de aproximadamente 1 % a aproximadamente 10 % de ácido metanosulfónico, en un recipiente de etoxilación con un mecanismo de retirada de calor apropiado, por ejemplo, recirculando mediante un intercambiador de calor externo o utilizando un sistema con bobinas o camisa; ii) opcionalmente, separar al menos una parte del alcohol C8-C20 lineal o ramificado y sin reaccionar del producto de la etapa i) y iii) recircular el alcohol C8-C20 lineal o ramificado y sin reaccionar de vuelta al recipiente de etoxilación; (iv) tratar posteriormente el producto mediante neutralización y, a continuación, realizar un tratamiento con peróxido al vacío y arrastre de vapor para retirar el dioxano formado durante la reacción.

La presente descripción que no es según la invención se refiere a un proceso de preparación de un etoxilado de alcohol de intervalo estrecho que comprende las etapas de: i) hacer reaccionar óxido de etileno con un alcohol C8-C20 lineal o ramificado en presencia de aproximadamente 1 % a aproximadamente 10 % de un catalizador seleccionado de ácidos sulfónicos C1-C14; ii) tratar posteriormente el producto de la etapa i).

La presente descripción que no es según la invención se refiere a un proceso de preparación de un etoxilado de alcohol de intervalo estrecho que comprende las etapas de: i) hacer reaccionar óxido de etileno con un alcohol C8-C20 lineal o ramificado en presencia de aproximadamente 1 % a aproximadamente 10 % de un catalizador seleccionado de ácidos sulfónicos C1-C14; ii) hacer reaccionar el producto de la etapa i) con un catalizador básico; iii) tratar posteriormente el producto de la etapa ii).

Aplicaciones y usos

Los alcoholes alcoxilados de intervalo estrecho son deseables en diversas aplicaciones, particularmente en aplicaciones de tensioactivos. Los alcoholes alcoxilados de intervalo estrecho se pueden utilizar directamente como tensioactivos no iónicos o sulfatados para producir tensioactivos aniónicos, especialmente alcohol etoxi sulfatos. Ambos tipos de tensioactivos tienen numerosos usos, incluido su uso en composiciones de limpieza o detergentes, p. ej., detergentes para lavado de ropa.

Los alcoholes alcoxilados de intervalo estrecho de la descripción y los derivados de los mismos se pueden usar en detergentes en diversas concentraciones. Dichos detergentes también pueden contener adyuvantes. Los adyuvantes

adecuados se pueden seleccionar del grupo que consiste en un aditivo reforzante de la detergencia, un compuesto polimérico orgánico, una enzima, un estabilizador de enzima, un sistema blanqueador, un abrillantador, un agente de matizado, un agente quelante, un supresor de las jabonaduras, un agente acondicionador, un humectante, un perfume, una carga o vehículo, un sistema de alcalinidad, un sistema de control del pH, y un tampón, y mezclas de estos.

5

Ejemplos

Ejemplos de AE1

10 *Ejemplo 1 (catalizador de MSA - reactor de pequeña escala-T422)*

Para la prueba se utiliza un reactor pequeño de funcionamiento por lotes de escala de laboratorio. Se introduce 11 g de alcohol C12 en el recipiente del reactor y se calienta a la temperatura de reacción de 180 °C. El agitador del reactor se configura a 1500 rpm. Se añade una cantidad de catalizador de ácido metanosulfónico (MSA) al 1 % en peso (de alcohol).
15 Se sella el recipiente del reactor y la mezcla se purga con gas N₂ dos veces. En la última purga, el recipiente del reactor se deja a una presión de N₂ de 1 barg. A la temperatura de reacción de 180 °C, se introducen 2,9 g de óxido de etileno dentro del reactor utilizando un conducto de dosificación con aporte de nitrógeno para proporcionar presión por la parte superior. La reacción se lleva a cabo durante tres horas después de la inserción de óxido de etileno en el recipiente del reactor y, a continuación, el producto se enfría y se purga con nitrógeno antes de su recogida para el análisis.

20

Ejemplo de referencia 2 (catalizador de DDBSA - reactor a escala pequeña-T325)

Para la prueba se utiliza un reactor pequeño de funcionamiento por lotes de escala de laboratorio. Se introduce 11 g de alcohol C12 en el recipiente del reactor y se calienta a la temperatura de reacción de 160 °C. El agitador del reactor se configura a 1500 rpm. Se añade una cantidad de catalizador de ácido dodecylbenzenosulfónico (DDBSA) al 4 % en peso (de alcohol). Se sella el recipiente del reactor y la mezcla se purga con gas N₂ dos veces. En la última purga, el recipiente del reactor se deja a una presión de N₂ de 1 barg. A la temperatura de reacción de 160 °C, se introducen 3,4 g de óxido de etileno dentro del reactor utilizando un conducto de dosificación con la ayuda de presión por la parte superior con aporte de nitrógeno. La reacción se lleva a cabo durante dos horas después de la inserción de óxido de etileno en el recipiente del reactor y, a continuación, el producto se enfría y se purga con nitrógeno antes de su recogida para el análisis.

25

30

Ejemplo 3 (catalizador de MSA - reactor de bucle en chorro de escala piloto-T500)

Para la prueba se utiliza un reactor de bucle en chorro de escala piloto. Se transfieren al reactor 21,4632 kg de materia prima de alcohol C1214 usando vacío y el reactor se purga con gas N₂. El calentador se fija a la temperatura de reacción de 160 °C y a continuación se enciende la bomba de recirculación. Cuando la temperatura del alcohol de materia prima alcanza una temperatura de alrededor de 150 °C, se desconecta la bomba de circulación y se introducen en el reactor los 433,6 g de la mezcla catalizadora (216,8 g de catalizador MSA previamente mezclado con 216,8 g de alcohol) usando vacío. El reactor se purga tres veces con N₂. En la última purga, el recipiente del reactor se deja a una presión de N₂ de 0,6 barg. Se enciende la bomba de recirculación. Una vez alcanzada una temperatura de reacción establecida de 160 °C, el óxido de etileno se introduce en el reactor mediante la apertura de la válvula de entrada para que la presión en el reactor sea de aproximadamente 5 barg. A continuación, se añade EO periódicamente para mantener la presión en el reactor a aproximadamente 5 barg durante todo el proceso de reacción. Una vez se ha introducido un total de 4,88 kg de EO en el reactor (en aproximadamente 8 h 20 min), se termina la reacción. Después de eso, se dejan pasar 30 minutos para procesar térmicamente el producto en el reactor a la temperatura de reacción. A continuación se enfría el producto a aproximadamente 60 °C y se recoge para su análisis después de purgar el resto de gases desde el reactor utilizando N₂. Desde la línea de recirculación, se toman periódicamente muestras intermedias y se analizan para monitorizar el curso de la reacción.

35

40

45

50 *Ejemplo de referencia 4 (catalizador de DDBSA - reactor de bucle en chorro de escala piloto-T504)*

Para la prueba se utiliza un reactor de bucle en chorro de escala piloto. Se transfieren al reactor 20,8128 kg de materia prima de alcohol C1214 usando vacío y el reactor se purga con gas N₂. El calentador se fija a la temperatura de reacción de 160 °C y a continuación se enciende la bomba de recirculación. Cuando la temperatura del alcohol de materia prima alcanza una temperatura de alrededor de 150 °C, se desconecta la bomba de circulación y se introducen en el reactor 1734,4 g de la mezcla catalizadora (867,2 g de catalizador DDBSA previamente mezclado con 867,2 g de alcohol) usando vacío. El reactor se purga tres veces con N₂. En la última purga, el recipiente del reactor se deja a una presión de N₂ de 0,2 barg. Se enciende la bomba de recirculación. Una vez alcanzada una temperatura de reacción establecida de 160 °C, el óxido de etileno se introduce en el reactor mediante la apertura de la válvula de entrada para que la presión en el reactor sea de aproximadamente 5 barg. A continuación, se añade EO periódicamente para mantener la presión en el reactor a aproximadamente 5 barg durante todo el proceso de reacción. Una vez introducido un total de 4,88 kg de EO en el reactor (en aproximadamente 4 h 30 min), se termina la reacción. Después de eso, se dejan pasar 30 minutos para procesar térmicamente el producto en el reactor a la temperatura de reacción. A continuación se enfría el producto a aproximadamente 60 °C y se recoge para su análisis después de purgar el resto de gases del reactor usando N₂. Desde la línea de recirculación, se toman periódicamente muestras intermedias y se analizan para monitorizar el curso de la reacción.

55

60

65

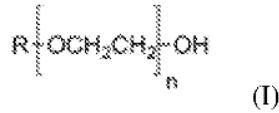
Ejemplo de referencia AE2*Ejemplo 5 (catalizador de MSA - reactor de bucle en chorro de escala piloto-T514)*

5 Para la prueba se utiliza un reactor de recirculación en chorro de escala piloto. Se transfieren al reactor 18,4132 kg de materia prima de alcohol C1214 usando vacío y el reactor se purga con gas N₂. El calentador se fija a la temperatura de reacción de 160 °C y a continuación se enciende la bomba de recirculación. Cuando la temperatura del alcohol de materia prima alcanza una temperatura de alrededor de 150 °C, se desconecta la bomba de recirculación y se introducen en el reactor 433,6 g de la mezcla catalizadora (216,8 g de catalizador MSA previamente mezclado con 216,8 g de alcohol) usando vacío. El reactor se purga tres veces con N₂. En la última purga, el recipiente del reactor se deja a una presión de N₂ de 0,4 barg. Se enciende la bomba de recirculación. Una vez alcanzada una temperatura de reacción establecida de 160 °C, el óxido de etileno se introduce en el reactor mediante la apertura de la válvula de entrada para que la presión en el reactor sea de aproximadamente 5 barg. A continuación, se añade EO periódicamente para mantener la presión en el reactor a aproximadamente 5 barg durante todo el proceso de reacción. 15 Una vez introducido un total de 4,2 kg de EO en el reactor, se termina la reacción. A continuación, el producto AE1 se enfría a aproximadamente 80 °C y se recogen 216,8 g después de purgar el resto de gases del reactor usando N₂.

20 El producto AE1 recogido se mezcla con otros 216,8 g de catalizador MSA. Esta nueva mezcla catalizadora se inyecta nuevamente en el reactor después de calentar de nuevo el producto del reactor a 160 °C. El recipiente del reactor se purga con N₂ dejando una presión final de N₂ de 0,4 barg en la purga final. Nuevamente, se introduce óxido de etileno en el reactor para continuar la reacción de etoxilación. Esto se realiza de la misma manera que en la producción de AE1, manteniendo la presión en el reactor a aproximadamente 5 barg. Después de introducir 4,2 kg más de EO en el reactor, se termina la reacción. Después de eso, se dejan pasar 30 minutos para procesar térmicamente el producto en el reactor a la temperatura de reacción. A continuación se enfría el producto AE2 a aproximadamente 60 °C y se recoge para su análisis después de purgar el resto de gases del reactor usando N₂. Desde la línea de recirculación, se toman periódicamente muestras intermedias y se analizan para monitorizar el curso de la reacción. 25

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una composición que comprende un etoxilado de alcohol de fórmula (I):



- 10 en donde R se selecciona de un grupo alquilo C₈-C₂₀ lineal o ramificado, saturado o insaturado, 0 ≤ n ≤ 10, y el valor promedio de n es 1, en donde menos de 7 % en peso del etoxilado de alcohol son etoxilatos que tienen n ≥ 3 y menos de 35 % en peso del etoxilado de alcohol son etoxilatos que tienen n=0; en donde la composición además comprende de 1 % a 10 % en peso de la composición de ácido metanosulfónico.
- 15 2. La composición de la reivindicación 1, en donde dicho etoxilado de alcohol está sulfatado.
3. La composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende de 1 % a 2 % en peso de la composición de ácido metanosulfónico y de 0,1 % a 2 % en peso de la composición de un alquiléter.
- 20 4. La composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde dicho etoxilado de alcohol se deriva de un alcohol natural, un alcohol sintético, o una mezcla de estos.
- 25 5. Una composición detergente que comprende la composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicha composición detergente es una forma seleccionada del grupo que consiste en un detergente granular, un detergente en forma de barra, un detergente líquido para lavado de ropa, un detergente en gel, un detergente en dosis unitaria de una sola fase o de múltiples fases, un detergente contenido en una bolsa soluble en agua de una sola fase o de múltiples fases o multicompartimental, una composición líquida de lavado manual de vajillas, un producto de pretratamiento para lavado de ropa, un detergente contenido sobre o en un sustrato poroso o lámina de material no tejido, un detergente para lavado automático de vajillas, un limpiador para superficies duras, una composición suavizante de tejidos, y
- 30 mezclas de estos.

C1214 NRE/BRE AE-1 (Distribución)

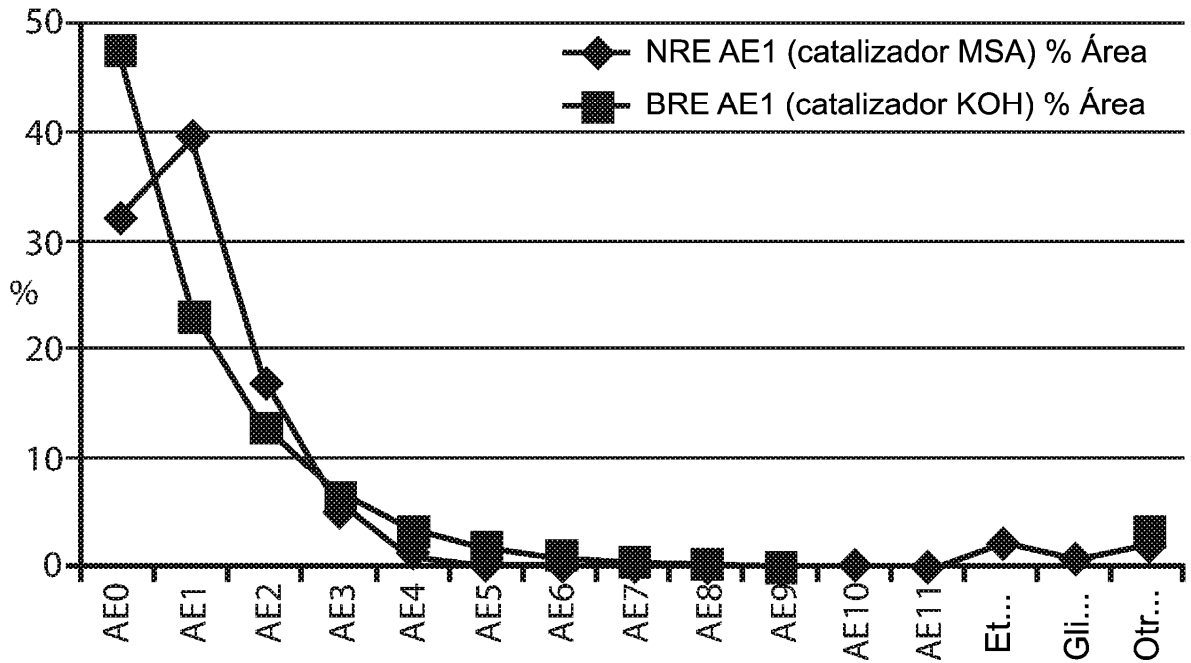


Fig. 1

C1214 NRE/BRE AE-2 (Distribución)

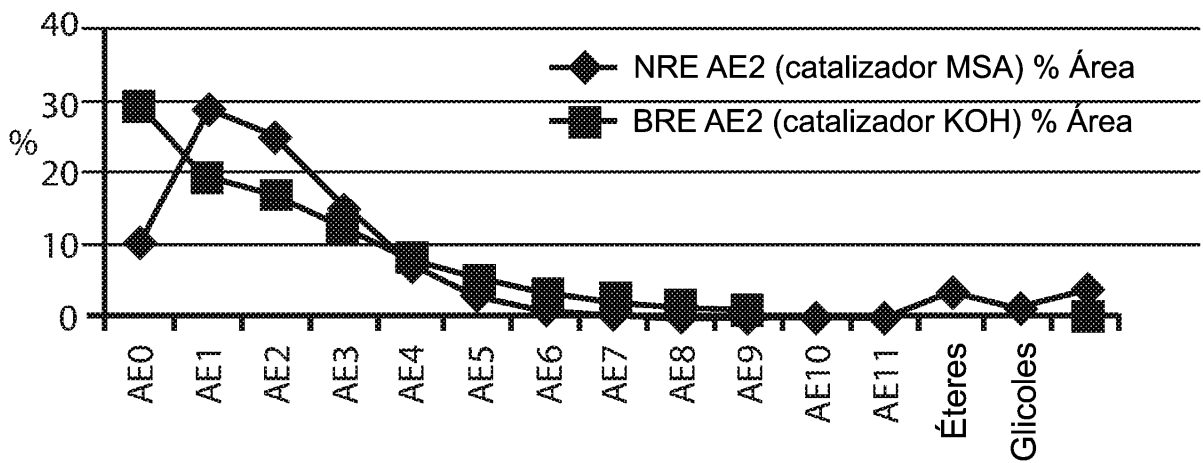


Fig. 2

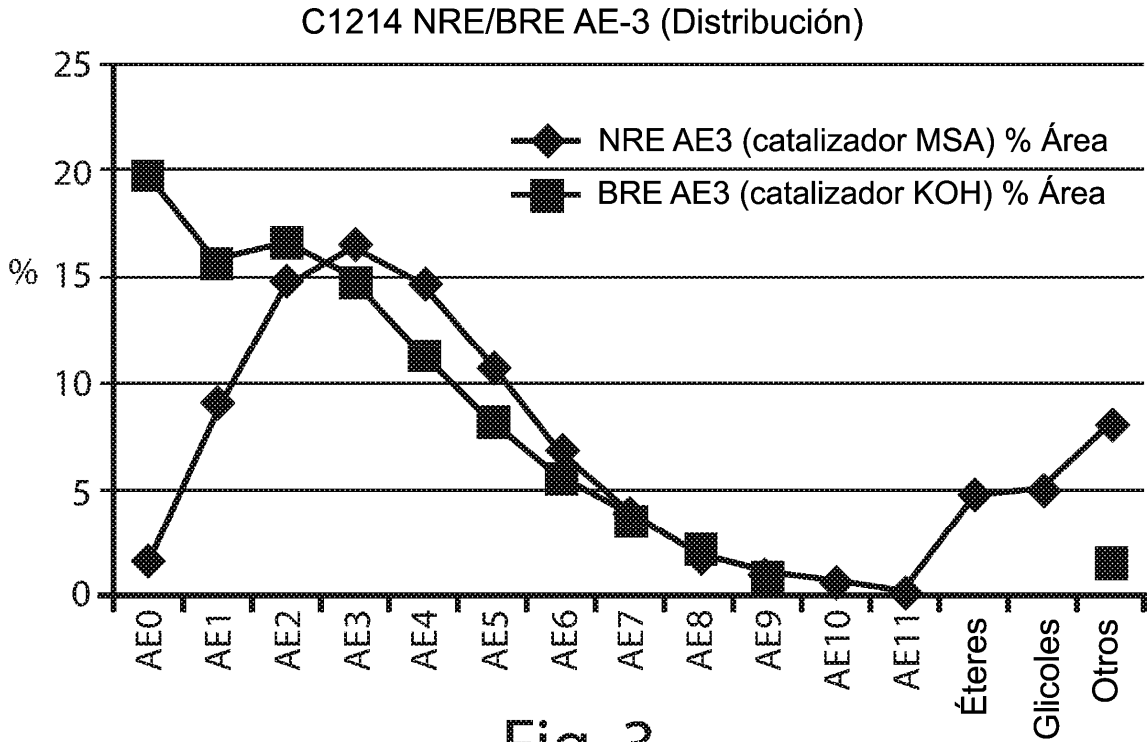


Fig. 3

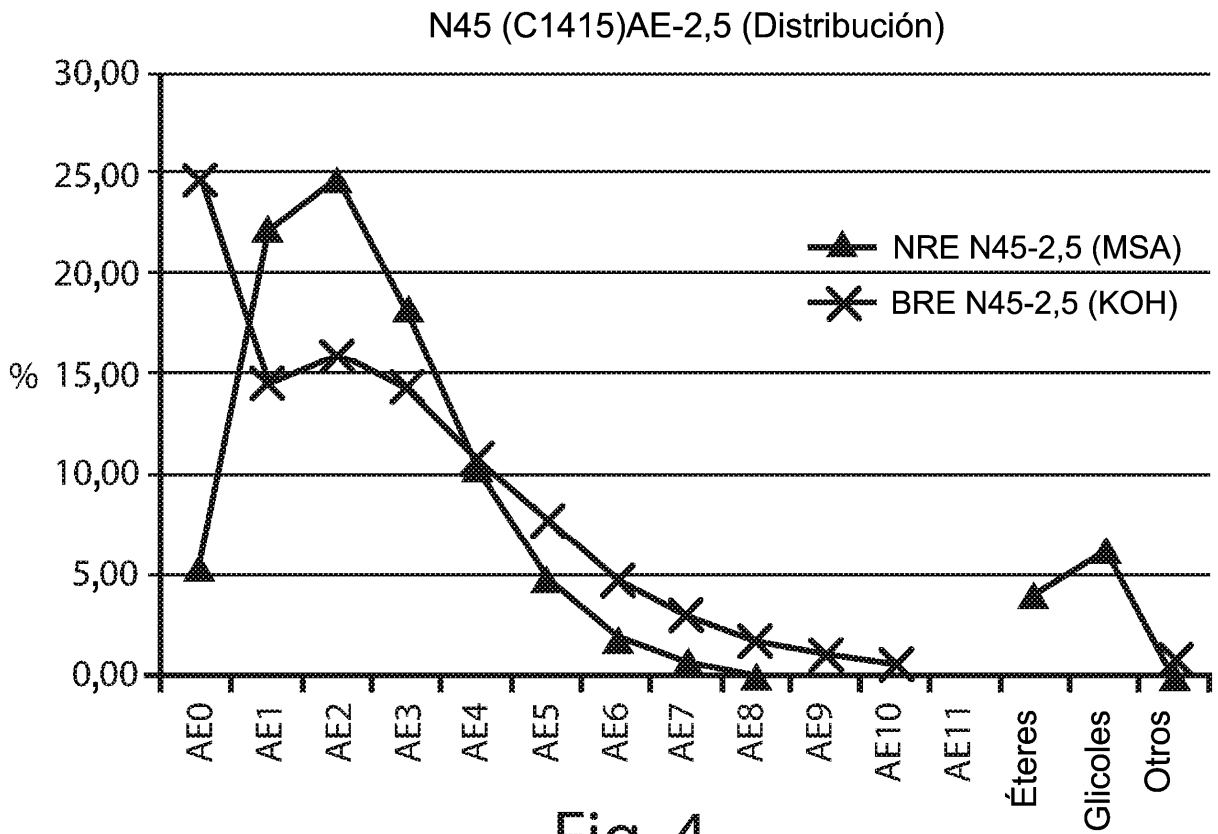


Fig. 4