

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 465 008**

51 Int. Cl.:

C07C 303/24 (2006.01)

C07C 305/04 (2006.01)

C08G 65/324 (2006.01)

C08G 65/326 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.10.2009 E 09823712 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.03.2014 EP 2351734**

54 Título: **Proceso para producir una sal de éster de ácido sulfúrico**

30 Prioridad:

27.10.2008 JP 2008275163

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

04.06.2014

73 Titular/es:

**KAO CORPORATION (100.0%)
14-10, Nihonbashi-Kayabacho, 1-chome Chuo-Ku
Tokyo 103-8210, JP**

72 Inventor/es:

**TOMIFUJI, TAKESHI;
MITSUDA, YOSHINORI;
CHIBA, KEISUKE;
FUKUSHIMA, TETSUAKI y
KONO, JUN**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 465 008 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

Proceso para producir una sal de éster de ácido sulfúrico

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un método para producir un sulfato que tiene un grupo oxialquileno.

Antecedentes de la invención

10 Los sulfatos de éter alquílico de polioxialquileno se han usado convencionalmente como un tensioactivo. Estos se producen mediante reacción de compuestos alcoxilato, que son materias primas, con gas SO₃ a sulfato, y neutralización de los productos sulfatados.

15 La sulfatación de un compuesto alcoxilato como materia prima con gas SO₃ es una reacción altamente exotérmica, y tiene limitación en la temperatura de reacción debido a la estabilidad de un producto sulfatado. En tales condiciones, el producto de reacción es viscoso y tiene baja fluidez y reacciona fácilmente con SO₃ en exceso. Por tanto, hay problemas tales como la coloración del producto o la generación de productos secundarios odoríferos tal como sustancias carbonizadas y cíclicas por descomposición debido a sobrerreacciones. En algunos casos, particularmente en varios usos comerciales, los productos que tienen mal color y/u olor pueden reducir su valor de mercancía. Para contrarrestar tales problemas incluyendo el mal color y olor, se han propuestos muchos métodos.

20 El documento JP-B49-48409 divulga un método de sulfatación con un aparato de sulfatación de película fina introduciendo el aire o un gas inerte como un gas refrigerante entre un flujo de película fina del líquido de reacción y un gas SO₃ en una cantidad de aproximadamente 2 a 5 molar del gas SO₃ a sustancialmente la misma velocidad que el flujo de gas SO₃ mientras se mantiene una temperatura de reacción a un nivel constante para dar un producto sulfatado poco coloreado con una pequeña cantidad de productos secundarios. Sin embargo, el método de sulfatación usa una gran cantidad de gas inerte para refrigerar, y requiere medidas para reciclar un gas de escape como se describe en el documento JP-B53-41130 presentada por el mismo solicitante que el documento JP-B49-48409 en una fecha posterior. Por tanto, el método tiene una desventaja de la gran carga de equipo. Además, el método de sulfatación tiene poco efecto de mejora de color de un producto sulfatado, y se debe mejorar más.

25 El documento JP-A7-157464 divulga un método de tratar una papilla acuosa que contiene un sulfato de éter alquílico de polioxipropileno a una concentración específica con vapor en condiciones específicas, permitiendo con ello la desodorización eficaz. El documento JP-A2000-38374 divulga un método para producir un producto sulfatado con color marcadamente mejorado a bajo coste suministrando un gas SO₃ y un gas inerte juntos en un intervalo específico. El documento JP-A11-315061 (documento JP-B2995403) divulga un aparato que produce sulfato que incluye un alimentador del compuesto de partida que tiene un mecanismo de desbordamiento que permite alimentar el compuesto de partida a la pared interna de un tubo de reacción mediante su desbordamiento.

40 Los documentos JP-A2001-151746 y JP-A2001-187776 divulgan métodos para producir un sulfato de éter alquílico de polioxietileno, impidiendo que se genere 1,4-dioxano como un producto secundario en la mezcla de productos especificando temperaturas para la reacción y tratamiento y tiempo de residencia en un tubo de reacción.

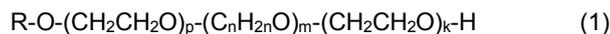
45 El documento US-B6017875 divulga la sulfatación de un aducto de óxido de alquileno de un alcohol secundario.

Compendio de la invención

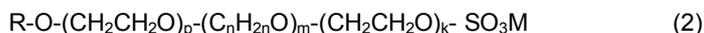
50 La presente invención se refiere a un método para producir un sulfato representado por la fórmula (2), que incluye los pasos de:

alimentar un compuesto representado por la fórmula (1) (compuesto de partida) como un flujo que desciende a lo largo de una pared interna de un tubo de reacción para formar una película fina del compuesto de partida en la pared interna del tubo de reacción, el tubo de reacción está proporcionado en un sistema de revestimiento que contiene dos o más revestimientos de temperatura controlada en los que puede fluir un líquido de control de la temperatura, y alimentar juntos gas SO₃ en el tubo de reacción para hacer reaccionar el compuesto de partida con el gas SO₃ para obtener un producto sulfatado (de aquí en adelante denominado paso de sulfatación); y neutralizar el producto sulfatado resultante (de aquí en adelante denominado paso de neutralización), en donde los dos o más revestimientos incluyen un revestimiento anterior colocado en una parte anterior y un revestimiento posterior colocado en una parte posterior en una dirección del flujo del compuesto de partida, una temperatura de salida del líquido de control de la temperatura que fluye en el revestimiento anterior no es menos de 35°C y no más de 70°C, una temperatura de salida del líquido de control de la temperatura que fluye en el revestimiento posterior no es menos de 10°C y no más de 30°C,

65 una longitud del revestimiento anterior es del 40 al 60% de la longitud total del tubo de reacción, y una longitud del revestimiento posterior es del 60 al 40% de la longitud total del tubo de reacción:



5 donde R representa un grupo hidrocarburo que tiene de 8 a 22 átomos de carbono; p y k representan cada una un número, una suma media de p y k no es menos de 0 y no más de 40; n representa un número de 3 a 4; y m representa un número de más de 0 y no más 5 de media,



10 donde R representa un grupo hidrocarburo que tiene de 8 a 22 átomos de carbono; p y k representan cada una un número, una suma media de p y k no es menos de 0 y no más de 40; n representa un número de 3 a 4; m representa un número de más de 0 y no más 5 de media; M representa un ion de metal alcalino, un ion de metal alcalinotérreo, un ion amonio, o ion mono-, di-, o trialcanolamonio que tiene un grupo alcohol que tiene de 2 a 3 átomos de carbono.

15

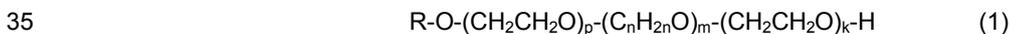
Descripción detallada de la invención

20 Como se describe en el documento JP-A7-157464, para un sulfato que tiene un grupo oxipropileno, no se puede resolver suficientemente un problema de olor mediante el modo de ocuparse con un sulfato que tiene solo un grupo oxietileno. Otros métodos se llevan a cabo con controles complejos. Por tanto, hay una necesidad para estudios adicionales para mejorar el olor de un sulfato que tiene un grupo oxipropileno. También para el color del sulfato que tiene un grupo oxipropileno, hay una necesidad para estudiar desde un punto de vista diferente de los descubrimientos convencionales.

25 La presente invención se refiere a proporcionar un método para producir un sulfato que tiene un grupo oxipropileno, que puede producir un producto de reacción que tiene color y/u olor marcadamente mejorados a bajo coste. Como se usa en el presente documento, la "sulfatación" se refiere a una reacción de producir ésteres de ácido sulfúrico.

30 Según la presente invención, se proporciona un método para producir un sulfato que tiene un grupo oxipropileno, método que puede producir un producto de reacción que tiene color y/u olor marcadamente mejorados a bajo coste. El producto de reacción es útil como un tensioactivo.

Se representa un compuesto de partida usado en la presente invención mediante la fórmula (1):



35 donde R representa un grupo hidrocarburo que tiene de 8 a 22 átomos de carbono; p y k representan cada una un número, una suma media de p y k no es menos de 0 y no más de 40; n representa un número de 3 a 4; y m representa un número de más de 0 y no más 5 de media.

40 El compuesto representado por la fórmula (1) no está específicamente limitado. Los ejemplos del mismo incluyen un aducto en bloque de óxido de propileno (de aquí en adelante, abreviado OP) y óxido de etileno (de aquí en adelante, abreviado OE) a un alcohol alifático o un alquilfenol, un aducto en bloque de óxido de butileno y óxido de etileno a un alcohol alifático o un alquilfenol, un aducto de OP de un alcohol alifático y un aducto de OP a un alquilfenol.

45 En la fórmula (1), R es preferiblemente un grupo alquilo. El número de átomos de carbono de R es preferiblemente de 10 a 18, y más preferiblemente de 12 a 14. p y k representan cada una el número no menor de 0. Cuando p=0, la media de la suma de p y k es preferiblemente más de 0, más preferiblemente no menos de 0,7, e incluso más preferiblemente no menos de 1,2, y también más preferiblemente no más 15, más preferiblemente no más de 5, e incluso más preferiblemente no más de 3. Cuando p≠0, la media de la suma es preferiblemente no menos de 5 y no más de 25, más preferiblemente no menos de 8 y no más de 20. En este caso, k puede o no ser igual a 0. Cuando p+k=0, m es preferiblemente no menos de 0,5 y no más de 3. Cuando p≥0 y k≠0, m es preferiblemente no menos de 0,2, más preferiblemente no menos de 0,3, e incluso más preferiblemente no menos de 0,4, y también preferiblemente no más de 2,5, más preferiblemente no más de 1,5, incluso más preferiblemente no más de 0,8, e incluso más preferiblemente no más de 0,6. n representa el número de 3 o 4, preferiblemente 3. Una relación de p+k respecto a k es preferiblemente (p+k)/k≤3,5 (siempre que k≠0), más preferiblemente no más de 3, incluso más preferiblemente no más de 2, e incluso más preferiblemente no más de 1. Cuando p+k≠0, una relación de p+k respecto a m, (p+k)/m, es preferiblemente no menos de 1 y no más de 20, más preferiblemente no menos de 1 y no más de 5, e incluso más preferiblemente no menos de 1 y no más de 4. Cuando k=0, p es preferiblemente más de 0 y no más de 22, y más preferiblemente no menos de 10 y no más de 20.

60

Breve descripción de las figuras

65 La figura 1 muestra un diagrama esquemático de una forma de realización del reactor de sulfatación usado en la presente invención.

La figura 2 muestra un diagrama esquemático de una forma de realización de una estructura de puertos de alimentación de un compuesto de partida, un gas inerte, y un gas SO₃ en el reactor de sulfatación en la figura 1.

En las figuras, las cifras de referencia se refieren a lo siguiente:

5

- 1 reactor de sulfatación
- 2 puerto de alimentación del compuesto de partida
- 3 puerto de alimentación del gas inerte
- 4 puerto de alimentación del gas SO₃
- 5 tubo de reacción
- 6 revestimiento anterior (primero) (dispositivo de refrigeración)
- 6' revestimiento posterior (segundo) (dispositivo de refrigeración)
- 7 vasija

10

15 <Paso de sulfatación>

En la presente invención, se produce un sulfato alimentando un compuesto de partida como un flujo que desciende a lo largo de una pared interna de un tubo de reacción para formar una película fina del compuesto de partida en la pared interna del tubo de reacción, el tubo está organizado en un sistema de revestimiento que incluye dos o más revestimientos de temperatura controlada en los que puede fluir un líquido de control de la temperatura, y alimentando gas SO₃ al tubo de reacción para hacer reaccionar el compuesto de partida con el gas SO₃. Dos o más revestimientos incluyen al menos un revestimiento anterior y un revestimiento posterior. El compuesto representado por la fórmula (2) es un sulfato que tiene una estructura correspondiente a la del compuesto representado por la fórmula (1) usado como una materia prima.

20

25

El tubo de reacción usado en la presente invención no está específicamente limitado. Es preferiblemente un reactor continuo de tipo película en caída que puede formar una película fina del compuesto de partida representado por la fórmula (1) en la pared interna del mismo descendiendo el compuesto sobre la pared y puede alimentar el gas SO₃ y el gas inerte de modo que el gas inerte fluya entre la película fina del compuesto de partida y el flujo de gas SO₃. Los ejemplos del reactor incluyen los descritos en Chemithon, Ballestra et al., Kirk Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3ª Ed., Wiley, 1983, Vol. 22, pp 28-45, "Sulfonation and Sulfation", W. H. De Groot, "Sulphonation Technology in the Detergent Industry", Kluwer Academic Publishers, Boston, 1991; ISBN 0-7923-1202-3, "Detergent Manufacturing Including Zeolite Builders and Other New Materials", Chemical Technology Review No. 128, Noyes Data Corp., Park Ridge, Nueva Jersey, 1979, pp. 273-310, documento US-A3931273 (1976), y documento JP-A2001-181215. En términos de facilidad de producción y disponibilidad de equipo, el tubo de reacción tiene preferiblemente en forma de conducto. Se advierte que el número de los tubos de reacción usados en la reacción no está específicamente limitado.

30

35

Desde el punto de vista de la prevención de la caída de presión para reducir la pérdida de energía, un diámetro interno del tubo de reacción, particularmente ese en forma de conducto, es preferiblemente no menos de 8 mm, y más preferiblemente no menos de 12 mm. Desde el punto de vista de acortar la longitud del conducto requerida para completar la reacción para reducir el coste del dispositivo, el diámetro interno es preferiblemente de no más de 80 mm, más preferiblemente de no más de 40 mm, e incluso más preferiblemente no más de 30 mm. Para ponerlo todo junto, el diámetro interno del tubo de reacción es preferiblemente de 8 a 80 mm, y más preferiblemente de 8 a 40 mm. Desde los puntos de vista de completar la reacción para reducir las materias primas sin reaccionar y eliminar eficazmente el calor de reacción, una longitud del tubo de reacción, particularmente ese en forma de conducto, es preferiblemente no menos de 1 m, más preferiblemente no menos de 2 m, e incluso más preferiblemente no menos de 3 m. Desde el punto de vista de disminuir la caída de presión para reducir el coste del dispositivo, la longitud es preferiblemente no más de 20 m, y más preferiblemente no más de 10 m. Para ponerlo todo junto, la longitud del tubo de reacción es preferiblemente de 1 a 15 m, y más preferiblemente de 2 a 10 m.

40

45

50

Un material para el tubo de reacción no está específicamente limitado. Los ejemplos del material incluyen, pero no están limitados a, acero inoxidable, vidrio, resina de flúor, titanio y otras aleaciones.

55

El tubo de reacción puede estar organizado en cualquier configuración siempre que el compuesto de partida pueda correr por la pared interna del tubo de reacción. Por ejemplo, el tubo de reacción preferiblemente se ajusta en la dirección vertical respecto a un plano horizontal.

60

Una velocidad de flujo del compuesto de partida, que puede variar dependiendo del peso molecular del compuesto de partida representado por la fórmula (1), es preferiblemente una velocidad de flujo por perímetro húmedo de no menos de 50 kg/mHr, y más preferiblemente no menos de 100 kg/mHr, desde el punto de vista de la formación de una película líquida uniforme. Desde el punto de vista de prevención de sobrerreacción debido a mezcla inadecuada en una película líquida, la velocidad de flujo es preferiblemente una velocidad de flujo por perímetro húmedo de no más de 800 kg/mHr, y más preferiblemente de no más de 600 kg/mHr (por ejemplo, de 50 a 800 kg/mHr, y preferiblemente de 100 a 600 kg/mHr). Por ejemplo, cuando se usa un conducto que tiene un diámetro interno de no más de 20 mm tal como 14 mm como el tubo de reacción, la velocidad de flujo del compuesto de partida es

65

preferiblemente no menos de 2,2 kg/Hr, y más preferiblemente no menos de 4,4 kg/Hr, y también preferiblemente no más de 35 kg/Hr, más preferiblemente no más de 26 kg/Hr, incluso más preferiblemente no más de 17 kg/Hr, e incluso más preferiblemente no más de 8 kg/Hr (por ejemplo, de 2,2 a 35 kg/Hr, y preferiblemente de 4,4 a 26 kg/Hr). Cuando se usa un conducto que tiene un diámetro interno de más de 20 mm tal como 28 mm como el tubo de reacción, la velocidad de flujo es preferiblemente no menos de 4,4 kg/Hr, y más preferiblemente no menos de 8,8 kg/Hr, y también preferiblemente no más de 70 kg/Hr, más preferiblemente no más de 53 kg/Hr, incluso más preferiblemente no más de 36 kg/Hr, e incluso más preferiblemente no más de 18 kg/Hr (por ejemplo de 4,4 a 70 kg/Hr, y preferiblemente de 8,8 a 53 kg/Hr). Una velocidad de flujo por perímetro húmedo se determina mediante la siguiente fórmula:

Velocidad de flujo por perímetro húmedo (kg/mHr) = (velocidad de flujo del compuesto de partida (kg/Hr))/ π x (diámetro interno del tubo de reacción (m)) x (el número de los tubos de reacción)

Una temperatura de alimentación del compuesto de partida representado por la fórmula (1) al reactor solo se requiere que no sea menor que el punto de fusión o un punto de turbidez. El compuesto de partida preferiblemente se alimenta a temperatura constante controlada por un medio general. La temperatura de alimentación es preferiblemente no menor de 35°C y no mayor de 70°C.

En la presente invención, el gas SO₃ se diluye a una concentración apropiada con el aire, nitrógeno u otro gas inerte que se va a introducir en el tubo de reacción. En este caso, una concentración de SO₃ generalmente no es menor del 1,0% en volumen y no más del 10% en volumen (v/v), y preferiblemente no menos del 2,5% en volumen y no más del 6,5% en volumen (v/v).

Una velocidad de flujo de solo el gas SO₃ se puede variar dependiendo del diámetro interno del tubo de reacción. Por ejemplo, cuando el tubo de reacción tiene un diámetro interno de no más de 20 mm tal como 14 mm, desde el punto de vista de buen progreso de la reacción, la velocidad de flujo es preferiblemente no menos de $1,8 \times 10^{-3}$ Nm³/s, y más preferiblemente no menos de $2,7 \times 10^{-3}$ Nm³/s. Desde el punto de vista de disminuir la pérdida de presión para reducir el coste del dispositivo, la velocidad de flujo es preferiblemente no más de $9,5 \times 10^{-3}$ Nm³/s, y más preferiblemente no menos de $8,0 \times 10^{-3}$ Nm³/s (por ejemplo, de $1,8 \times 10^{-3}$ a $9,5 \times 10^{-3}$ Nm³/s, y preferiblemente de $2,7 \times 10^{-3}$ a $8,0 \times 10^{-3}$ Nm³/s). Cuando el tubo de reacción tiene un diámetro interno de más de 20 mm tal como 28 mm, la velocidad de flujo es preferiblemente de no menos de 11×10^{-3} Nm³/s, y más preferiblemente no menos de 15×10^{-3} Nm³/s, y también preferiblemente no más de 57×10^{-3} Nm³/s, y más preferiblemente no más de 48×10^{-3} Nm³/s (por ejemplo, de 11×10^{-3} a 57×10^{-3} Nm³/s, y preferiblemente de 15×10^{-3} a 48×10^{-3} Nm³/s).

Desde el punto de vista de la formación de flujo anular en la reacción para dar una película líquida uniforme, una velocidad de flujo del gas SO₃ es preferiblemente no menos de 30 Nm/s, y más preferiblemente de no menos de 40 Nm/s. Desde el punto de vista de prevención de desorganización de una película líquida y prevención de la generación de niebla en la reacción, la velocidad de flujo es preferiblemente no más de 150 Nm/s y más preferiblemente no más de 125 Nm/s.

Una velocidad de flujo del gas SO₃ se puede calcular según un método de cálculo descrito en los párrafos 0036 a 0047 del documento JP-B3002779.

En la presente invención, la velocidad de flujo preferiblemente se controla de modo que la relación molar del compuesto de partida respecto al gas SO₃ en la reacción, representado por SO₃/compuesto de partida, sea preferiblemente de 0,90 a 1,09, más preferiblemente de de 0,94 a 1,05, e incluso más preferiblemente de 0,97 a 1,02. Cuando la relación molar no es menor de 0,90, la reacción progresa a una buena velocidad de reacción con una pequeña cantidad de productos secundarios generados. Cuando no es más de 1,09, se mantiene una velocidad de reacción a un buen nivel.

En la presente invención, preferiblemente se alimenta un gas inerte de modo que el gas inerte fluya entre una película fina del compuesto de partida y el gas SO₃. El gas inerte alimentado entre el compuesto de partida y el gas SO₃ no está específicamente limitado. Por ejemplo, se puede usar un gas que químicamente no reacciona ni con el gas SO₃ ni con el compuesto de partida, incluyendo aire, aire deshumidificado, y nitrógeno. Desde el punto del coste, se prefiere el aire. Para reducir los productos secundarios tal como sulfato de sodio, el aire deshumidificado es más preferido. También se puede usar sin problemas una parte del gas inerte usado para diluir el gas SO₃. Un gas que contiene SO₃ preferiblemente tiene una concentración de SO₃ del 1 al 30% en volumen, y más preferiblemente del 1 al 20% en volumen diluido con un gas inerte tal como el aire deshumidificado o nitrógeno. Un gas que tiene una concentración de SO₃ de menos del 1% en volumen tiene un gran volumen de gas, y un gas que tiene una concentración de SO₃ de más del 30% en volumen puede producir sobre-reacción.

En este momento, se puede variar una velocidad de flujo dependiendo del diámetro interno del tubo de reacción. Por ejemplo, cuando se usa un tubo de reacción que tiene un diámetro interno de no más de 20 mm tal como 14 mm, la velocidad de flujo es preferiblemente no menos de $9,0 \times 10^{-5}$ Nm³/s, y más preferiblemente no menos de $1,4 \times 10^{-4}$ Nm³/s, desde el punto de vista de alcanzar suficientes efectos para mejorar el color. Desde el punto de vista de facilitar la reacción para reducir suficientemente las materias primas sin reaccionar, la velocidad de flujo es también

preferiblemente no más de $6,3 \times 10^{-3}$ Nm³/s, y más preferiblemente no más de $5,4 \times 10^{-3}$ Nm³/s (por ejemplo, de $9,0 \times 10^{-5}$ a $6,3 \times 10^{-3}$ Nm³/s, y preferiblemente de $1,4 \times 10^{-4}$ a $5,4 \times 10^{-3}$ Nm³/s). Cuando se usa un tubo de reacción que tiene un diámetro interno de más de 20 mm tal como 28 mm, la velocidad de flujo es preferiblemente de no menos de $1,1 \times 10^{-3}$ Nm³/s, y más preferiblemente no menos de $1,5 \times 10^{-3}$ Nm³/s, y también preferiblemente no más de $5,7 \times 10^{-2}$ Nm³/s, y más preferiblemente no menos de $4,8 \times 10^{-2}$ Nm³/s (por ejemplo, de $1,1 \times 10^{-3}$ a $5,7 \times 10^{-2}$ Nm³/s, y preferiblemente de $1,5 \times 10^{-3}$ a $4,8 \times 10^{-2}$ Nm³/s).

Una velocidad de flujo del gas inerte que fluye sobre el compuesto de partida que corre por la pared interna del tubo de reacción se puede variar dependiendo de una velocidad de flujo del gas SO₃ que fluye a través del centro del tubo. Por ejemplo, cuando se usa un tubo de reacción que tiene un diámetro interno de no más de 20 mm tal como 14 mm, la velocidad de flujo es preferiblemente no menos de 9 Nm/s, y más preferiblemente de no menos de 12 Nm/s, desde el punto de vista de formación de flujo anular para dar una película líquida uniforme. Desde el punto de vista de prevención de la desorganización de una película líquida y la prevención de la generación de niebla, la velocidad de flujo también es preferiblemente no más de 180 Nm/s, y más preferiblemente no más de 150 Nm/s (por ejemplo, de 9 a 180 Nm/s, y preferiblemente de 12 a 150 Nm/s). Cuando se usa un tubo de reacción que tiene un diámetro interno de más de 20 mm tal como 28 mm, la velocidad de flujo es preferiblemente no menos de 3 Nm/s, y más preferiblemente de no menos de 4 Nm/s, y también preferiblemente no más de 120 Nm/s, y más preferiblemente no más de 100 Nm/s (por ejemplo, de 3 a 120 Nm/s, y preferiblemente de 4 a 100 Nm/s).

Se puede calcular similarmente una velocidad de flujo del gas inerte según el método de cálculo descrito en los párrafos 0036 a 0047 del documento JP-B002779 como para la velocidad de flujo del gas SO₃.

Se puede variar una relación de flujo del gas inerte respecto al gas SO₃ dependiendo de las áreas de flujo del gas SO₃ y del gas inerte. Sin embargo, un área de flujo aumentada del gas inerte acompaña al flujo aumentado del gas inerte, lo que produce una generación excesivamente suprimida de calor de reacción y una ralentización en el progreso de la reacción. En tal situación, la reacción con frecuencia no se completa en el tubo de reacción. Por tanto, un área de flujo extremadamente aumentada es desfavorable. En contraste, un área de flujo notablemente disminuida acompaña una pérdida aumentada de presión en el canal de flujo, lo que produce una gran diferencia en el espesor de la película líquida entre el canal de flujo del gas inerte y después de empezada la reacción. Tal situación induce desorganización de la película líquida a una eficacia de producción desfavorablemente disminuida. Desde estos puntos de vista la relación de flujo (gas inerte/gas SO₃, relación en volumen), que varía dependiendo de un diámetro interno del tubo de reacción, es preferiblemente no menos de 0,01, más preferiblemente no menos de 0,015, e incluso más preferiblemente no menos de 0,02, y también preferiblemente no más de 1,8, más preferiblemente no más de 0,5, e incluso más preferiblemente no más de 0,4. Para ponerlo todo junto, la relación de flujo es preferiblemente de 0,015 a 0,5, y más preferiblemente de 0,02 a 0,4.

Particularmente cuando el tubo de reacción tiene un diámetro interno de no más de 20 mm, la relación de flujo es preferiblemente no menos de 0,05, más preferiblemente no menos de 0,1, e incluso más preferiblemente no menos de 0,15, y también preferiblemente no más de 1,8, más preferiblemente no más de 0,5, e incluso más preferiblemente no más de 0,4. Para ponerlo todo junto, la relación de flujo es preferiblemente de 0,05 a 1,8, más preferiblemente de 0,1 a 0,5, e incluso más preferiblemente de 0,15 a 0,4.

Particularmente cuando el tubo de reacción tiene un diámetro interno de más de 20 mm, la relación de flujo es preferiblemente no menos de 0,01, más preferiblemente no menos de 0,015, e incluso más preferiblemente no menos de 0,02, y también preferiblemente no más de 0,2, más preferiblemente no más de 0,15, e incluso más preferiblemente no más de 0,1. Para ponerlo todo junto, la relación de flujo es preferiblemente de 0,01 a 0,2, más preferiblemente de 0,015 a 0,15, e incluso más preferiblemente de 0,02 a 0,1.

Una relación de velocidad de flujo del gas inerte respecto al gas SO₃, que se puede variar dependiendo de un diámetro interno del tubo de reacción, es preferiblemente no menos de 0,1, más preferiblemente no menos de 0,15, e incluso más preferiblemente no menos de 0,2, y también preferiblemente no más de 1,2, más preferiblemente no más de 1,0, e incluso más preferiblemente no más de 0,9. Para ponerlo todo junto, la relación de velocidad de flujo es preferiblemente de 0,15 a 1,0, y más preferiblemente de 0,2 a 0,9.

Particularmente cuando el tubo de reacción tiene un diámetro interno de no más de 20 mm, la relación de velocidad de flujo es preferiblemente no menos de 0,3, más preferiblemente no menos de 0,4, e incluso más preferiblemente no menos de 0,5, y también preferiblemente no más de 1,2, más preferiblemente no más de 1,0, e incluso más preferiblemente no más de 0,9. Para ponerlo todo junto, la relación de velocidad de flujo es preferiblemente de 0,3 a 1,2, más preferiblemente de 0,4 a 1,0, e incluso más preferiblemente de 0,5 a 0,9.

Particularmente cuando el tubo de reacción tiene un diámetro interno de más de 20 mm, la relación de velocidad de flujo es preferiblemente no menos de 0,1, más preferiblemente no menos de 0,15, e incluso más preferiblemente no menos de 0,2, y también preferiblemente no más de 0,8, más preferiblemente no más de 0,6, e incluso más preferiblemente no más de 0,48. Para ponerlo todo junto, la relación de velocidad de flujo es preferiblemente de 0,1 a 0,8, más preferiblemente de 0,15 a 0,6, e incluso más preferiblemente de 0,2 a 0,48.

En estos intervalos de la relación de la velocidad de flujo, los efectos de mejorar el color del producto sulfatado resultante, particularmente el sulfato, están más potenciados. Se piensa que en estos intervalos de la relación de la velocidad de flujo, la entrada de moléculas de gas SO_3 respecto al gas inerte en la interfaz entre el gas SO_3 y el gas inerte está controlada para disminuir una velocidad de la molécula de gas SO_3 para alcanzar la superficie de la película líquida del compuesto de partida, por lo cual el rápido progreso de la reacción en la parte superior del reactor se relaja y la generación de calor tóxico y el aumento rápido de una temperatura del reactante se controlan. Además, controlando la relación de velocidad de flujo en estos intervalos, se puede disminuir una cantidad usada del gas inerte respecto a una cantidad de gas SO_3 de la usada convencionalmente, el método de la presente invención no pone la carga en instalaciones, y se puede alcanzar mejor efecto de mejora de color.

El método de la presente invención incluye un paso de sulfatación alimentando el compuesto de partida como un flujo que corre por la pared interna del tubo de reacción para formar una película fina del compuesto de partida en la pared interna del tubo de reacción, el tubo está organizado en un sistema de revestimiento que incluye dos o más revestimientos de temperatura controlada en los que puede fluir un líquido de control de la temperatura (estos dos o más revestimientos incluyen al menos el revestimiento anterior colocado en la parte anterior y el revestimiento posterior colocado en la parte posterior en la dirección del flujo del material de partida), y alimentando gas SO_3 al tubo de reacción para hacer reaccionar el compuesto de partida con el gas SO_3 para dar un producto sulfatado.

En el paso de sulfatación, se puede usar cualquier reactor de sulfatación de tipo película fina. En la presente invención, se usa un reactor que tiene un sistema de revestimiento que incluye dos o más revestimientos de temperatura controlada en los que puede fluir un líquido que controla la temperatura, los dos o más revestimientos incluyen el revestimiento anterior colocado en la parte anterior y el revestimiento posterior colocado en la parte posterior en la dirección del flujo del material de partida. Desde el punto de vista del color del sulfato, una temperatura de salida de líquido que controla la temperatura circulado en el revestimiento anterior no es menos de 35°C y no más de 70°C , y preferiblemente no menos de 40°C y no más de 55°C . Desde el punto de vista del olor del sulfato, una temperatura de salida de líquido que controla la temperatura circulado en el revestimiento posterior no es menos de 10°C y no más de 30°C , y preferiblemente no menos de 10°C y no más de 25°C . Desde el punto de vista de relajar la generación de calor para controlar la reactividad, una longitud del revestimiento anterior es del 40 al 60% de la longitud total del tubo de reacción. Desde el punto de vista de control de la sobrerreacción para mejorar el olor y color, una longitud del revestimiento posterior es del 60 al 40% de la longitud total del tubo de reacción. Las otras construcciones pueden ser similares a equipos conocidos. En la presente invención, el sistema de revestimiento debe incluir al menos dos revestimientos (es decir, incluir solo los revestimientos anterior y posterior). En este caso, es decir, cuando el sistema incluye solo los revestimientos anterior y posterior, la longitud total de los revestimientos anterior y posterior es preferiblemente del 80 al 100%, y más preferiblemente del 90 al 100% de la longitud total del tubo de reacción.

Cuando el sistema de revestimiento incluye tres o más revestimientos, el/los revestimiento(s) diferente(s) de los revestimientos anterior y posterior (otro(s) revestimiento(s)) están preferiblemente colocados entre los revestimientos anterior y posterior. Sin embargo, el otro revestimiento se puede colocar en cualquier posición siempre que no solape con el revestimiento anterior o el revestimiento posterior. Una temperatura de salida del líquido que controla la temperatura circulado en el otro revestimiento está en el intervalo de temperaturas de salida de los líquidos que controlan la temperatura circulos en los revestimientos anterior y posterior, respectivamente.

En la presente invención, entre dos o más revestimientos, un revestimiento superior colocado en la parte más anterior en la dirección del flujo de compuesto de partida puede ser el revestimiento anterior, y un revestimiento inferior colocado en la parte más posterior puede ser el revestimiento posterior.

Por ejemplo, el reactor de sulfatación de tipo película fina usado en la presente invención incluye un tubo de reacción que pone en contacto un flujo de película fina del compuesto de partida con el flujo de gas SO_3 en la misma dirección para hacerlos reaccionar, una parte de alimentación del compuesto de partida para alimentar el compuesto de partida a la pared interna del tubo de reacción, una parte de alimentación del gas SO_3 en el tubo de reacción, y una parte de alimentación de gas inerte para alimentar el gas inerte entre el flujo de la película fina y el flujo del gas SO_3 según la necesidad, en el que es tubo de reacción está proporcionado en un sistema de revestimiento que incluye dos revestimientos en el que puede fluir un líquido que controla la temperatura. Un ejemplo de tal reactor de sulfatación de tipo película fina se muestra en las figuras 1 y 2.

La figura 1 muestra un diagrama esquemático de una forma de realización preferida de un reactor de sulfatación de tipo película fina usado en la presente invención. Un reactor de sulfatación 1 incluye un tubo de reacción 5 que tiene un puerto de alimentación de un compuesto de partida 2, un puerto de alimentación de gas inerte 3, y un puerto de alimentación de gas SO_3 4. El tubo de reacción 5 está rodeado por un revestimiento superior 6 y un revestimiento inferior 6' como se muestra en la figura 1. El reactor tiene dos revestimientos, un primer revestimiento y un segundo revestimiento correspondientes a los revestimientos anterior y posterior, respectivamente, de la presente invención.

El compuesto de partida, el gas inerte, y el gas SO_3 se alimentan en el tubo de reacción 5 desde la parte superior del tubo de reacción 5 a través de los respectivos puertos de alimentación. El compuesto de partida desciende por la pared interna del tubo de reacción 5 y reacciona con el gas SO_3 . El tubo de reacción 5 tiene una estructura que se

puede refrigerar externamente con los revestimientos 6 y 6'. A los revestimientos 6 y 6' se alimenta agua de refrigeración. El tubo de reacción 5 tiene una vasija 7 para recibir un producto de reacción en la parte inferior del tubo. El producto de reacción se divide en un producto sulfatado y un gas de escape con un dispositivo de separación gas-líquido (ciclón).

5 La figura 2 muestra un diagrama esquemático de una estructura de los puertos de alimentación del material de partida, el gas inerte, y el gas SO₃ en el reactor de sulfatación 1 mostrado en la figura 1.

10 Al llevar a cabo la presente invención en una escala industrial, preferiblemente se usa un reactor multitubo que tiene una pluralidad de tubos de reacción incorporados. En este caso, se pueden usar tubos que tienen diámetros internos y longitudes en los intervalos descritos anteriormente para los tubos de reacción. Los tubos preferiblemente tienen el mismo diámetro interno y la misma longitud.

15 Para dos revestimientos, en el primer revestimiento 6 colocado en la parte superior del flujo del compuesto de partida, fluye un líquido que controla la temperatura de no menos de 35°C y no más de 70°C, preferiblemente no menos de 40°C y no más de 55°C. En el segundo revestimiento 6' colocado en parte inferior del flujo de compuesto de partida, fluye un líquido que controla la temperatura de no menos de 10°C y no más de 30°C, preferiblemente no menos de 10°C y no más de 20°C.

20 Una longitud del primer revestimiento 6 es del 40 al 60% de la longitud total del tubo de reacción 5. Una longitud del segundo revestimiento 6' es del 60 al 40% del mismo.

<Paso de neutralización>

25 El paso de neutralizar un ácido alquilsulfúrico o un ácido sulfúrico alquilalcoxilado producido en el paso de sulfatación preferiblemente se realiza inmediatamente después de la sulfatación. En condiciones generales para la neutralización, una temperatura de neutralización es de 20°C a 60°C, y preferiblemente de 25°C a 50°C.

30 La neutralización se realiza con un neutralizador básico. Los ejemplos del neutralizador básico incluyen hidróxidos de metal alcalino, hidróxidos de metal alcalinotérreo, amoniaco, y mono-, di-, y trialcanolaminas que tienen un grupo alcohol de 2 a 3 átomos de carbono. El neutralizador básico preferiblemente selecciona de hidróxido de potasio, hidróxido de sodio, amoniaco, monoetanolamina y trietanolamina. El alquilsulfato final preparado por el paso de neutralización generalmente es una composición en pasta que contiene el 20% en masa o más de componente activo. Se puede controlar apropiadamente una concentración del componente activo.

35 El compuesto de partida representado por la fórmula (1) se produce añadiendo OE y OP a un alcohol que tiene de 8 a 22 átomos de carbono en presencia de un catalizador por una técnica conocida. El alcohol puede ser un producto natural o sintético. El alcohol natural o sintético puede ser una composición única de un número de carbonos único o una mezcla de esos que tienen diferentes números de carbonos preparada por destilación fraccional. Los ejemplos del alcohol incluyen alcoholes primarios sintéticos tal como Dobanol (nombre comercial, fabricado por Mitsubishi Chemical Corporation), Diadol (nombre comercial, fabricado por Mitsubishi Chemical Corporation), Oxocol (nombre comercial, fabricado por Kyowa Hakko Chemical Co., Ltd.) y Neodol (nombre comercial, fabricado por Shell Chemicals Japan) y alcoholes naturales derivados de aceite de coco, aceite de palma, aceite de palmiste, aceite de soja, aceite de semilla de girasol, aceite de colza, sebo de vaca, y similares. Estos alcoholes se pueden usar preferiblemente en la presente invención. Los alcoholes naturales derivados de aceite y grasa son particularmente preferidos desde el punto de neutralidad del carbono. Además de OE y OP al alcohol, se puede usar un gas inerte junto. Se puede usar cualquier gas inerte siempre que no afecte la adición de forma adversa. La adición se realiza, por ejemplo, de 100 a 200°C, y preferiblemente en el intervalo de 120 a 190°C. Una presión en la adición es de 0,1 a 4 MPa, y preferiblemente en el intervalo de 0,2 a 1,5 MPa. En el método de la presente invención, al alcohol se añaden OE y OP en presencia de un catalizador para dar el compuesto de partida deseado representado por la fórmula (1). Los ejemplos del catalizador incluyen hidróxido de sodio e hidróxido de potasio. Una cantidad del catalizador es del 0,1% molar al 2% molar del alcohol.

55 El compuesto de partida resultante se puede usar como está para la sulfatación, o filtrar para eliminar el catalizador del mismo para ser usado. En la filtración para eliminar el catalizador, un medio para filtración puede ser un filtro, o similar. Se pueden usar filtros conocidos para filtración, incluyendo filtros de papel, filtro de tela, filtro de dos capas de celulosa y poliéster, filtro de metal sinterizado, y filtro de malla metálica. También se pueden usar separadores centrífugos tales como un separador centrífugo de tipo decantador y un clarificador centrífugo. El compuesto de partida resultante se puede poner en contacto con un auxiliar de filtración antes de la filtración o después de la centrifugación. Los ejemplos del auxiliar de filtración incluyen tierra de diatomeas de silicato amorfo que contiene del 80 al 95% de SiO₂, silicato de aluminio que contiene aproximadamente el 70% de SiO₂, auxiliar de filtración de celulosa, carbón activo, alúmina activa, zeolita sintética, arcilla y mineral de arcilla. Estos auxiliares se pueden usar solos o en combinación de dos o más de los mismos. Una cantidad de auxiliar de filtración usada no está específicamente limitada, pero preferiblemente en el intervalo del 0,01 al 5% en masa, y más preferiblemente del 0,02 al 3% en masa del compuesto de partida representado por la fórmula (1).

A continuación se describe un ejemplo de producción del compuesto de partida. No restringe la producción del compuesto de partida.

(Ejemplo de producción del compuesto de partida)

5 Se colocaron 186 g (1,0 mol) de alcohol dodecílico y 0,6 g (0,005 moles) de hidróxido de potasio al 48% como catalizador en un autoclave equipado con un agitador, un controlador de temperatura, y un dispositivo de introducción automático. La atmósfera interna del autoclave se sustituyó con nitrógeno. El autoclave se ajustó a una presión reducida (1,3 kPa) y 110°C durante 0,5 horas para la deshidratación. Para esto se añadieron 23,2 g (0,4 moles) de OP a 145°C de modo que la presión fue de 0,1 a 0,4 MPa, y se hizo reaccionar durante 1 hora a 145°C. A continuación, a esto se añadieron 66,1 g (1,5 moles) de OE a 155°C de modo que la presión fue a 0,1 a 0,4 MPa, y se hizo reaccionar durante 1 hora a 155°C. Después del final de la adición de OE, el OE sin reaccionar se eliminó a presión reducida. A continuación, la mezcla se enfrió a 80°C y se añadieron 0,5 g (0,005 moles) de ácido láctico al 90% para producir un aducto de OP y un aducto de OE al alcohol dodecílico que tiene 0,4 moles de OP de media y 1,5 moles de OE de media.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos demuestran la presente invención. Los ejemplos se pretenden para ilustrar la presente invención y no para limitar la presente invención.

<Ejemplo 1>

[1] Producción de sulfato

25 Se usó un aparato de producción que tiene una estructura como la mostrada en la figura 1. El aparato de producción incluye un tubo de reacción 5 (diámetro interno: 14 mm, longitud: 4 m) equipado con primer y segundo revestimientos 6 y 6' como dispositivos de refrigeración, y una vasija 7 para recibir el producto de reacción. Al aparato de producción para sulfato, se alimentaron un compuesto de partida (aducto de OP y OE de alcohol dodecílico (OP 0,4 moles y OE 1,5 moles de media, velocidad de flujo: 5,3 kg/Hr)), el 4,2% en volumen de gas SO₃ (velocidad de flujo: 200 l/min) diluido en el aire seco (aire para dilución, velocidad de flujo: 70 l/min), y un gas inerte (aire seco, velocidad de flujo: 91 l/min) a través de los puertos de entrada 2, 4, y 3, respectivamente. Las cantidades del aire seco para dilución y del gas inerte se regularon de modo que la velocidad de flujo de gas en un puerto de salida del aparato de producción estuviera en un nivel uniforme. Para el tubo de reacción 5, se ajustaron partes como sigue. En el primer revestimiento superior 6 (colocado desde 0 m (parte de reborde superior) a 2 m del tubo de reacción), se suministró agua de 50°C desde una entrada para fluir. La temperatura del agua era 50°C en una salida. En el segundo revestimiento inferior 6' (colocado desde 2 m a 4 m del tubo de reacción), se suministró agua de 16°C desde una entrada para fluir. La temperatura del agua era 17°C en una salida. La temperatura del agua en una salida se midió en estado estacionario (el mismo aplicado posteriormente). Se separaron un producto sulfatado y un gas de escape descargados del aparato de producción para sulfato con un separador de gas-líquido. El producto sulfatado se añadió a una solución acuosa de hidróxido de sodio al 1,21% con agitación, y se ajustó al 10% en masa de componente activo y un pH de 11 a 13 para dar una solución acuosa del sulfato. En el aparato, la longitud del revestimiento anterior es del 50% de la longitud total del tubo de reacción, y la longitud del revestimiento posterior es del 50%.

[2] Evaluación

Se analizaron los contenidos de la solución acuosa resultante en compuesto de partida sin reaccionar y sulfato de sodio (Na₂SO₄), y se evaluó el color (Klett) y el olor según los métodos siguientes para juzgar la calidad. Los resultados se muestran en la tabla 1. En la tabla 1, tasa de reacción se refiere a la del compuesto de partida, y los contenidos de compuesto de partida sin reaccionar y sulfato de sodio (Na₂SO₄) se refieren a esos en la solución acuosa (la misma aplicada posteriormente).

- color (Klett)

55 Se midió una solución acuosa de sal de sodio del producto sulfatado (cantidad activa: 10% en masa) en una célula de 10 mm a 420 nm de longitud de onda.

- olor

60 El olor de una solución acuosa de sal de sodio del producto sulfatado (cantidad activa: 10% en masa) fue juzgado por 5 especialistas, y se clasificó por el número de especialistas que juzgan que el olor era igual al del sulfato de éter alquílico de polioxietileno del ejemplo control en las tablas 1 a 9 como sigue: "O (bueno)" para 4 o más, "Δ (mediano)" para 2 o 3, y "x (no bueno)" para 1 o menos.

<Ejemplos 2 a 9>

5 Se prepararon soluciones acuosas de sales de sodio de los productos sulfatados (cantidad activa: 10% en masa) de forma similar que en el ejemplo 1, excepto que los compuestos de partida y condiciones de reacción se cambiaron como se muestra en las tablas 2 a 9, y se evaluaron similarmente al ejemplo 1. Los resultados se muestran en las tablas 1 a 9.

10 En cada uno del ejemplo 8 y el ejemplo comparativo 8 (tabla 8), se usó un tubo de reacción que tenía un diámetro interno de 28 mm y una longitud de 7 m. El primer revestimiento anterior se colocó desde 0 m (parte de reborde superior) a 3 m del tubo de reacción. El segundo revestimiento posterior se colocó desde 3 m a 7 m del tubo de reacción. En este aparato, la longitud del revestimiento anterior es del 43% de la longitud total del tubo de reacción y la longitud del revestimiento posterior es del 57%.

15 En el ejemplo 9 y el ejemplo comparativo 9 (tabla 9), los productos se midieron para 2-MP (2-metil-2-pentanal) por cromatografía de gas (CG) en lugar de color, una velocidad de reacción, y un contenido de material de partida sin reaccionar y un contenido de sulfato de sodio.

En una columna de R del compuesto de partida en las tablas, C_n tal como C₁₂ se refiere a un grupo alquilo que tiene n átomos de carbono.

Tabla 1

Ejemplo de referencia	Compuesto de partida					Condición de reacción						Evaluación del producto sulfatado (solución acuosa del 10% en masa de contenido activo)				
	Composición	Relación en peso	Estructura en la fórmula (1)			Temperatura del revestimiento (°C)		SO ₃ / compuesto de partida (relación molar)		Color (Klett)	Tasa de reacción (%)	Contenido de material de partida sin reaccionar (% en masa)	Contenido de Na ₂ SO ₄ (% en masa)			
			R	(CH ₂ CH ₂ O) _p	(C _n H _{2n} O) _m	(CH ₂ CH ₂ O) _k	Primero (anterior)		Segundo (posterior)							
							Entrada	Salida	Entrada					Salida		
1-1	C12	-	0	3	0,4	1,5	50	50	16	17	0,99	0,23	0,03			
1-2	C12	-	0	3	0,4	1,5	68	70	20	21	0,98	0,12	0,02			
1-1	C12	-	0	3	0,4	1,5	50	50	40	40	0,99	0,20	0,02			
1-2	C12	-	0	3	2	0	50	51	35	36	0,98	0,25	0,03			
A	C12	-	0	-	0	2	52	53	16	16	0,99	0,08	0,01			

Tabla 2

	Compuesto de partida						Condición de reacción						Evaluación del producto sulfatado (solución acuosa del 10% en masa de contenido activo)				
	Estructura en la fórmula (1)						Temperatura del revestimiento (°C)			SO ₃ / compuesto de partida (relación molar)	Color (Klett)	Tasa de reacción (%)	Contenido de material de partida sin reaccionar (% en masa)	Contenido de Na ₂ SO ₄ (% en masa)			
	R	Relación en peso	p	n	m	k	Primer (anterior)		Segundo (posterior)								
							Entrada	Salida	Entrada	Salida							
Ejemplo	2-1	C12/C14	70/30	0	3	2	0	50	50	16	17	0,99	O	3	98	0,18	0,02
	2-2	C12/C14	70/30	0	3	1,5	1,5	47	48	17	18	0,99	O	4	98	0,13	0,02
	2-3	C12/C14	70/30	0	3	1,5	1,5	40	40	17	18	0,99	O	3	97	0,22	0,02
	2-4	C12/C14	70/30	0	3	1,5	1,5	51	50	17	18	0,97	O	4	97	0,20	0,01
	2-5	C12/C14	70/30	0	3	0,7	1,5	40	41	16	18	0,99	O	3	96	0,28	0,02
	2-6	C12/C14	70/30	0	3	0,4	8	40	40	20	21	1,01	O	1	99	0,10	0,05
	2-7	C12/C14	70/30	0	3	0,4	1,5	49	50	16	17	0,99	O	3	97	0,23	0,03
Ejemplo Comparativo	2-1	C12/C14	70/30	0	3	0,4	1,5	20	18	20	18	0,99	X	4	97	0,20	0,06
	2-2	C12/C14	70/30	0	3	0,4	1,5	50	50	48	48	0,99	X	5	99	0,08	0,01
Ejemplo de referencia	1	C12/C14	70/30	0	-	0	2	18	22	17	17	0,99	Control	10	98	0,13	0,02
	2	C12/C14	70/30	0	-	0	2	52	53	16	16	0,99	O	4	99	0,08	0,01
	3	C12/C14	70/30	0	-	0	2	48	49	52	51	0,99	O	5	99	0,08	0,01

Tabla 3

	Compuesto de partida					Condición de reacción				Evaluación del producto sulfatado (solución acuosa del 10% en masa de contenido activo)						
	Composición	Relación en peso	Estructura en la fórmula (1)			Temperatura del revestimiento (°C)		SO ₃ / compuesto de partida (relación molar)	Olor	Color (Klett)	Tasa de reacción	Contenido de material de partida sin reaccionar (% en masa)	Contenido de Na ₂ SO ₄ (% en masa)			
			R	(CH ₂ CH ₂ O) _p	(C _n H _{2n} O) _m	(CH ₂ CH ₂ O) _k	Primer (anterior)							Segundo (posterior)		
							Entrada							Salida	Entrada	Salida
Ejemplo 3	C18	-	0	3	3	0	60	61	30	30	0,99	O	6	96	0,29	0,01
Ejemplo comparativo 3	C18	-	0	3	3	1,5	60	62	50	50	0,99	X	8	96	0,27	0,04
Ejemplo de referencia B	C18	-	3	0	0	2	60	61	50	50	0,99	Control	6	96	0,28	0,01

Tabla 4

	Compuesto de partida						Condición de reacción						Evaluación del producto sulfatado (solución acuosa del 10% en masa de contenido activo)				
	Estructura en la fórmula (1)						Temperatura del revestimiento (°C)			SO ₃ / compuesto de partida (relación molar)	Color (Klett)	Tasa de reacción (%)	Contenido de material de partida sin reaccionar (% en masa)	Contenido de Na ₂ SO ₄ (% en masa)			
	R	Relación en peso	p	n	m	k	Primero (anterior)		Segundo (posterior)								
							Entrada	Salida	Entrada	Salida							
Composición																	
Ejemplo	4-1	C12	-	0	3	0,4	1,5	50	50	16	17	0,99	O	3	97	0,23	0,03
	4-2	C12/C14	70/30	0	3	1,5	1,5	47	48	17	18	0,99	O	4	98	0,13	0,02
	4-3	C12/C14	70/30	0	3	0,7	1,5	40	41	16	18	0,99	O	3	96	0,28	0,02
	4-4	C12/C14	70/30	0	3	1,5	1,5	40	40	17	18	0,99	O	3	97	0,22	0,02
	4-5	C12/C14	70/30	0	3	0,4	1,5	49	50	16	17	0,99	O	3	97	0,23	0,03
	4-6	C12/C14	70/30	0	3	1,5	1,5	51	50	17	18	0,97	O	4	97	0,20	0,01
Ejemplo comparativo	4-1	C12/C14	70/30	0	3	0,4	1,5	20	18	20	18	0,99	X	4	97	0,20	0,06
	4-2	C12/C14	70/30	0	3	0,4	1,5	50	50	48	48	0,99	X	5	99	0,08	0,01
	4-3	C12	-	0	3	0,4	1,5	50	50	40	40	0,99	X	4	97	0,20	0,02
Ejemplo control	1	C12/C14	70/30	0	-	0	2	18	22	17	17	0,99	Control	10	98	0,13	0,02
	2	C12/C14	70/30	0	-	0	2	52	53	16	16	0,99	O	4	99	0,08	0,01
	3	C12/C14	70/30	0	-	0	2	48	49	52	51	0,99	O	5	99	0,08	0,01

Tabla 5a

	Compuesto de partida					Condición de reacción				Evaluación del producto sulfatado (solución acuosa del 10% en masa de contenido activo)						
	Composición	Relación en peso	Estructura en la fórmula (1)			Temperatura del revestimiento (°C)		SO ₂ / compuesto de partida (relación molar)	Olor	Color (Klett)	Tasa de reacción	Contenido de material de partida sin reaccionar (% en masa)	Contenido de Na ₂ SO ₄ (% en masa)			
			R	(CH ₂ CH ₂ O) _p	(C _n H _{2n} O) _m	(CH ₂ CH ₂ O) _k	Primer (anterior)							Segundo (posterior)		
							Entrada							Salida	Entrada	Salida
5-1	C10	-	0	3	0,7	0	40	41	9	11	0,99	O	4	98	0,17	0,03
Ejemplo de referencia	C	-	1	-	0	0	40	41	9	11	0,99	Control	4	98	0,16	0,03

Tabla 5b

	Compuesto de partida					Condición de reacción				Evaluación del producto sulfatado (solución acuosa del 10% en masa de contenido activo)							
	Composición	Relación en peso	Estructura en la fórmula (1)			Temperatura del revestimiento (°C)		SO ₃ / compuesto de partida (relación molar)	Olor	Color (Klett)	Tasa de reacción (%)	Contenido de material de partida sin reaccionar (% en masa)	Contenido de Na ₂ SO ₄ (% en masa)				
			R	(CH ₂ CH ₂ O) _p	(C _n H _{2n} O) _m	(CH ₂ CH ₂ O) _k	Primero (anterior)							Segundo (posterior)			
				p	n	m	k							Entrada	Salida	Entrada	Salida
Ejemplo 5-2	C 12/C 14	70/30	0	3	2	0	50	50	50	16	17	0,99	O	3	98	0,18	0,02
Ejemplo 5-1 comparativo	C 12/C 14	70/30	0	3	2	0	50	50	51	35	36	0,99	X	5	97	0,25	0,03
Ejemplo de referencia	C 12/C 14	70/3	3	-	0	2	18	22	17	17	17	0,99	Control	10	98	0,13	0,02

Tabla 5c

	Compuesto de partida						Condición de reacción						Evaluación del producto sulfatado (solución acuosa del 10% en masa de contenido activo)				
	Estructura en la fórmula (1)						Temperatura del revestimiento (°C)						Olor	Color (Klett)	Tasa de reacción (%)	Contenido de material de partida sin reaccionar (% en masa)	Contenido de Na ₂ SO ₄ (% en masa)
	R	Relación en peso	(CH ₂ CH ₂ O) _p	(C _n H _{2n} O) _m	(CH ₂ CH ₂ O) _k	Primer (anterior)		Segundo (posterior)		SO ₃ / compuesto de partida (relación molar)							
						Entrada	Salida	Entrada	Salida								
Composición		p	n	m	k	Entrada	Salida	Entrada	Salida	SO ₃ / compuesto de partida (relación molar)	Olor	Color (Klett)	Tasa de reacción (%)	Contenido de material de partida sin reaccionar (% en masa)	Contenido de Na ₂ SO ₄ (% en masa)		
Ejemplo 5-3	C16	-	0	3	2	0	55	56	25	28	0,99	O	5	97	0,26	0,01	
	C18	-	0	3	3	0	60	61	30	30	0,99	O	6	96	0,29	0,01	
Ejemplo 5-2	C18	-	0	3	3	0	60	62	50	50	0,99	X	8	96	0,27	0,04	
Ejemplo de referencia B	C18	-	3	-	0	0	60	61	50	50	0,99	Control	6	96	0,28	0,01	

Tabla 6

	Compuesto de partida						Condición de reacción						Evaluación del producto sulfatado (solución acuosa del 10% en masa de contenido activo)			
	Estructura en la fórmula (1)						Temperatura del revestimiento (°C)			SO ₃ / compuesto de partida (relación molar)	Olor	Color (Klett)	Tasa de reacción (%)	Contenido de material de partida sin reaccionar (% en masa)	Contenido de Na ₂ SO ₄ (% en masa)	
	R	Relación en peso	p	n	m	k	Primero (anterior)		Segundo (posterior)							
							Entrada	Salida	Entrada							Salida
Composición																
Ejemplo	6-1	-	0	3	0,4	1,5	50	50	16	17	0,99	O	3	97	0,23	0,03
	6-2	70/30	0	3	0,4	1,5	49	50	16	17	0,99	O	3	97	0,23	0,03
	6-3	70/30	0	3	0,4	8	40	40	20	21	1,01	O	1	99	0,10	0,05
Ejemplo comparativo	6-1	70/30	0	3	0,4	1,5	20	18	20	18	0,99	X	4	97	0,20	0,06
	6-2	-	0	3	0,4	1,5	50	50	40	40	0,99	X	4	97	0,20	0,02
	6-3	70/30	0	3	0,4	1,5	50	50	48	48	0,99	X	5	99	0,08	0,01
Ejemplo de referencia	1	70/30	0	-	0	2	18	22	17	17	0,99	Control	10	98	0,13	0,02
	2	70/30	0	-	0	2	52	53	16	16	0,99	O	4	99	0,08	0,01
	3	70/30	0	-	0	2	48	49	52	51	0,99	O	5	99	0,08	0,01

Tabla 7

	Compuesto de partida					Condición de reacción				Evaluación del producto sulfatado (solución acuosa del 10% en masa de contenido activo)							
	Composición	Relación en peso	R	Estructura en la fórmula (1)		Temperatura del revestimiento (°C)		SO ₃ / compuesto de partida (relación molar)	Olor	Color (Klett)	Tasa de reacción (%)	Contenido de material de partida sin reaccionar (% en masa)	Contenido de Na ₂ SO ₄ (% en masa)				
				(CH ₂ CH ₂ O) _p	(C _n H _{2n} O) _m	(CH ₂ CH ₂ O) _k	Segundo (posterior)										
							Primero (anterior)							Entrada	Salida		
Ejemplo 7	C 12/C14	70/30		p	n	m	k	Entrada	50	50	15	16	O	7	98	0,15	0,03
Ejemplo comparativo 7	C 12/C14	70/30		7	3	2	3	Entrada	50	50	48	48	X	9	98	0,11	0,01
Ejemplo de referencia D	C 12/C14	70/3		12	-	0	0	Entrada	50	50	48	48	Control	9	98	0,12	0,02

Tabla 8

	Compuesto de partida					Condición de reacción				Evaluación del producto sulfatado (solución acuosa del 10% en masa de contenido activo)						
	Composición	Relación en peso	Estructura en la fórmula (1)			Temperatura del revestimiento (°C)		SO ₂ / compuesto de partida (relación molar)	Olor	Color (Klett)	Tasa de reacción (%)	Contenido de material de partida sin reaccionar (% en masa)	Contenido de Na ₂ SO ₄ (% en masa)			
			R	(CH ₂ CH ₂ O) _p	(C _n H _{2n} O) _m	(CH ₂ CH ₂ O) _k	Primero (anterior)							Segundo (posterior)		
							Entrada							Salida	Entrada	Salida
8	C 12/C14	70/30	0	3	2	3	49	52	16	18	0	0,15	0,03			
8	C 12/C14	70/30	0	3	2	3	70	71	15	16	X	0,11	0,01			
1	C 12/C14	70/3	0	-	0	2	18	22	17	17	Control	0,13	0,02			
Ejemplo																
Ejemplo comparativo																
Ejemplo de referencia																

Tabla 9

	Compuesto de partida										Condición de reacción						Evaluación del producto sulfatado (solución acuosa del 10% en masa de contenido activo)	
	Estructura en la fórmula (1)										Temperatura del revestimiento (°C)			SO ₃ / compuesto de partida (relación molar)	Olor	2-MP (CG-% de área)		
	R		(CH ₂ CH ₂ O) _p	(C _m H _{2n} O) _m	(CH ₂ CH ₂ O) _k	Primero (anterior)		Segundo (posterior)		Salida								
	Composición	Relación en peso	p	n	m	k	Entrada	Salida	Entrada		Salida							
Ejemplo	9-1	C12/C14	70/30	0	3	1,5	1,5	47	48	17	18	0,99	O	0,1				
	9-2	C12/C14	70/30	0	3	2	0	50	50	16	17	0,99	O	0,3				
	9-3	C12/C14	70/30	0	3	0,7	1,5	40	41	16	18	0,99	O	0,2				
	9-4	C12/C14	70/30	0	3	1,5	1,5	40	40	17	18	0,99	O	0,1				
	9-5	C12/C14	70/30	0	3	0,4	1,5	49	50	16	17	0,99	O	0,1				
	9-6	C12/C14	70/30	0	3	1,5	1,5	51	50	17	18	0,97	O	0,1				
Ejemplo comparativo	9-1	C12/C14	70/30	0	3	0,4	1,5	20	18	20	18	0,99	X	2,1				
	9-2	C12/C14	70/30	0	3	0,4	1,5	50	50	48	48	0,99	X	2,3				
Ejemplo de referencia	1	C12/C14	70/30	0	-	0	2	18	22	17	17	0,99	Control	-				

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir un sulfato representado por la fórmula (2), que comprende los pasos de:

5 alimentar un compuesto representado por la fórmula (1) (compuesto de partida) como un flujo que desciende a lo largo de una pared interna de un tubo de reacción para formar una película fina del compuesto de partida en la pared interna del tubo de reacción, el tubo está proporcionado en un sistema de revestimiento que comprende dos o más revestimientos de temperatura controlada en los que puede fluir un líquido que controla la temperatura, y alimentar juntos gas SO₃ en el tubo de reacción para hacer reaccionar el compuesto de
10 partida con el gas SO₃ para obtener un producto sulfatado; y

neutralizar el producto sulfatado resultante,

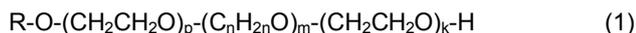
15 en donde los dos o más revestimientos incluyen un revestimiento anterior colocado en una parte anterior y un revestimiento posterior colocado en una parte posterior en una dirección del flujo del compuesto de partida,

una temperatura de salida del líquido de control de la temperatura que fluye en el revestimiento anterior no es menos de 35°C y no más de 70°C,

20 una temperatura de salida del líquido de control de la temperatura que fluye en el revestimiento posterior no es menos de 10°C y no más de 30°C,

una longitud del revestimiento anterior es del 40 al 60% de la longitud total del tubo de reacción, y

25 una longitud del revestimiento posterior es del 60 al 40% de la longitud total del tubo de reacción:



30 donde R representa un grupo hidrocarburo que tiene de 8 a 22 átomos de carbono; p y k representan cada una un número, una suma media de p y k no es menos de 0 y no más de 40; n representa un número de 3 a 4; y m representa un número de más de 0 y no más 5 de media,



35 donde R representa un grupo hidrocarburo que tiene de 8 a 22 átomos de carbono; p y k representan cada una un número, una suma media de p y k no es menos de 0 y no más de 40; n representa un número de 3 a 4; m representa un número de más de 0 y no más 5 de media; M representa un ion de metal alcalino, un ion de metal alcalinotérreo, un ion amonio, o un ion mono-, di-, o trialcanolamonio que tiene un grupo alcohol que tiene de 2 a 3 átomos de carbono.

40 2. El método para producir un sulfato según la reivindicación 1, en donde una relación molar del compuesto de partida respecto al gas SO₃, SO₃/compuesto de partida, es de 0,90 a 1,09.

45 3. El método para producir un sulfato según la reivindicación 1 o 2, en donde se alimenta un gas inerte que fluye entre la película fina del compuesto de partida y el gas SO₃.

4. El método para producir un sulfato según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde un diámetro interno del tubo de reacción es de 8 a 80 mm.

50 5. El método para producir un sulfato según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde una longitud del tubo de reacción es de 1 a 20 m.

Fig. 1

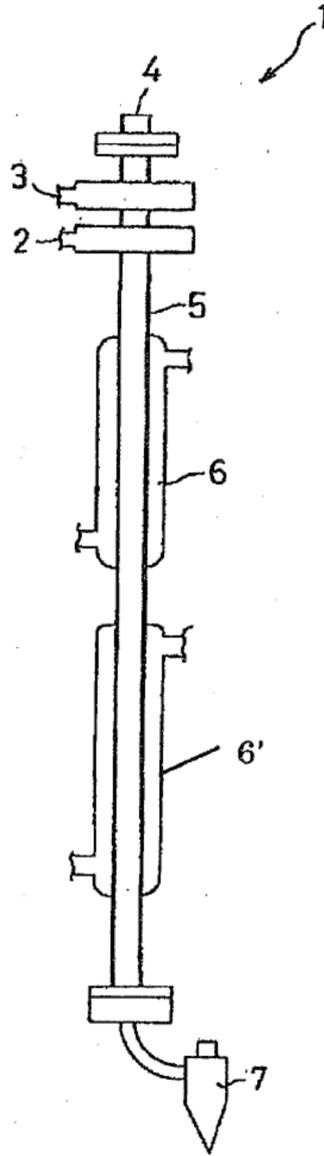


Fig. 2

