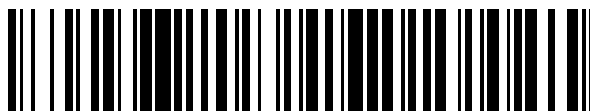


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 567 159**

51 Int. Cl.:

C07C 1/24

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.03.2006** **E 06723261 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.03.2016** **EP 1858828**

54 Título: **Método para la deshidratación de alcoholes grasos**

30 Prioridad:

16.03.2005 DE 102005012049

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

20.04.2016

73 Titular/es:

**COGNIS IP MANAGEMENT GMBH (100.0%)
HENKELSTRASSE 67
40589 DÜSSELDORF, DE**

72 Inventor/es:

DIERKER, MARKUS

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 567 159 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

Método para la deshidratación de alcoholes grasos

Campo de la invención

5 La invención se refiere a un método para la producción de hidrocarburos por deshidratación de alcoholes grasos primarios.

Estado de la técnica

El uso de hidrocarburos en preparaciones cosméticas es conocido desde hace tiempo. Así, por ejemplo se usan aceites minerales y aceites de parafina como oleosomas inertes. Estos tienen como desventaja que desde el punto de vista sensorial dejan una sensación "pesada" en la piel y se esparcen mal.

10 Al respecto, numerosos métodos para la producción de hidrocarburos parten de olefinas de cadena corta, que son transformadas en oligómeros. Son por ejemplo objetivo del documento DE 3911004x las parafinas ramificadas con metilo y su producción a partir de alcoholes Guerbet, en presencia de catalizadores de ácidos alquilsulfónicos. También se conoce el uso de mezclas de productos de los más diversos hidrocarburos con capacidad mejorada para ser esparcidos, como son obtenibles por ejemplo según los métodos descritos en los documentos DE 103 17 781 o DE 103 24 508. Tales mezclas pueden ser caracterizadas solo difícilmente y contienen una multiplicidad de diferentes componentes individuales con oligómeros superiores. Desde hace tiempo se conocen métodos de diferente tipo y conocimiento en los libros de texto para la deshidratación de alcoholes (véase Organikum). Sin embargo, muchos de estos métodos funcionan frecuentemente solo a temperaturas muy altas (por ejemplo GB 2181070) o con catalizadores comparativamente no corrientes y costosos, como ácidos níobico o tantálico (WO 97/03932). El documento DE 195 11 668 A1 describe un método para la producción de dialquileteres, en el cual se usan como catalizador ácidos halogenoalcanosulfónicos.

20 De allí que es objetivo de la presente invención suministrar un método para la producción de hidrocarburos, el cual se ejecute bajo condiciones suaves y por el cual tengan lugar pocas reacciones secundarias como pirólisis o formación de éteres. De modo sorprendente se encontró que esto es posible mediante el uso de ácido trifluorometanosulfónico como catalizador.

Descripción de la invención

Es objetivo de la invención un método para la producción de hidrocarburos mediante deshidratación de alcoholes primarios, en el que como catalizador de deshidratación se usa 0,5-3 % en peso de ácido trifluorometanosulfónico. Como alcoholes primarios son adecuados por ejemplo hexanol, heptanol, octanol, nonanol, decanol, undecanol, undecenol, dodecanol, tridecanol, tetradecanol, pentadecanol, hexadecanol, heptadecanol, octadecanol, octadecenol, nonadecanol, eicosanol, eicosenol, heneicosanol, docosanol y docosenol. También, de acuerdo con la invención, se usan mezclas técnicas de alcoholes primarios, como pueden obtenerse por medio de métodos comunes de la química de la grasa, a partir de grasas y aceites naturales. Entre ellos se cuentan los alcoholes caprónico, enántico, caprílico, pelargónico, caprínico, láurico, mirístico, cetílico, esteárico, araquídico, behénico, oleico, elaídico, linoleico, gadoleico, araquidónico, erúcico y brasidílico.

35 Preferiblemente como alcoholes primarios, se usan alcoholes C₆-C₃₀ lineales o ramificados, saturados o insaturados. Preferiblemente se usan alcoholes C₆-C₁₈ primarios, preferiblemente alcoholes C₁₀-C₁₄. La reacción funciona para los últimos de modo particularmente bueno, en elevados rendimientos. En una variante preferida de operación del método, los alcoholes son elegidos de entre alcoholes C₇-C₁₃ ramificados. Entre los últimos se cuentan alcoholes Guerbet como 2-etilhexanol y en particular los alcoholes comercializados por la compañía Exxon, Exxal®, como por ejemplo isoheptanol (Exxal® 7), isooctanol (Exxal® 8n), isononanol (Exxal® 9), isodecanol (Exxal® 10), isoundecanol (Exxal® 11), isotridecanol (Exxal® 13). Entre los alcoholes Guerbet utilizables de acuerdo con la invención, se cuentan aparte de 2-etilhexanol, 2-propilheptanol, 2-butiloctanol y 2-hexildecanol.

45 El método de acuerdo con la invención para la deshidratación es ejecutado comúnmente a temperaturas en el intervalo de 190 - 260°C, preferiblemente en el intervalo de 200 - 250°C y muy particularmente preferido en el intervalo de 220 - 250°C. En otra variante preferida del método de acuerdo con la invención, la deshidratación es ejecutada a baja presión. Mediante ello, puede reducirse adicionalmente la temperatura de reacción, de modo que ocurren menos reacciones secundarias. Esto es ventajoso en particular con alcoholes de cadena larga. De acuerdo con la invención, puede ser ventajoso también ejecutar la reacción bajo un gas protector, como por ejemplo nitrógeno o argón.

50 Está acuerdo con la invención, usar para la deshidratación 0,5 - 3 % en peso de catalizador, referido a la cantidad de alcohol.

Aplicabilidad comercial

- Los hidrocarburos producidos con el método de acuerdo con la invención pueden ser usados en una multiplicidad de aplicaciones, por ejemplo en composiciones cosméticas, en limpiadores para muebles, en agentes para el tratamiento de textiles, etc. Los hidrocarburos C₁₀-C₃₀ de cadena larga, en particular los hidrocarburos C₁₀-C₂₀, son particularmente bien adecuados para la producción de composiciones cosméticas para el cuidado y limpieza corporal y se usan en cremas, lociones, emulsiones que pueden ser atomizadas, productos para la eliminación del olor corporal, baños de espuma y para ducha, champú para el cabello y enjuagues para el cuidado.

Ejemplos

Procedimiento general de reacción

- Se colocan juntos el alcohol y el catalizador (0,5-3%) en un aparato de destilación y se calienta por varias horas a 240°C. El producto separado por destilación puede ser conducido nuevamente de retorno al recipiente de reacción mediante un sedimentador de agua. Se seca sobre sulfato de sodio la fase orgánica del destilado obtenido y se aísla el producto mediante filtración. Comúnmente el rendimiento es de > 80% de la olefina deseada.

Ejemplo 1: Dodeceno

- Se colocan en un aparato de destilación 600,0 g de Lorol® C12 (dodecanol, de Cognis Alemania GmbH & Co. KG) y 18,0 g de ácido trifluorometanosulfónico (25 % en peso en agua) y se calienta por 4 h a 240°C. Se seca sobre sulfato de sodio la fase orgánica del destilado obtenido (476,0 g) y se aísla el producto por filtración. El producto contiene 93,3 % de dodeceno, 4,6% de dodecanol y 1,1% de didodecileter (análisis por CG).

Ejemplo 2: Isododeceno

- Se colocan en un aparato de destilación 300,0 g de Lial® 123 (isododecanol; de Sasol) y 18,0 g de ácido trifluorometanosulfónico (50 % en peso de agua) y se calienta por 1,5 h a 240°C. Se seca sobre sulfato de sodio la fase orgánica del destilado obtenido (171,9 g) y se aísla el producto por filtración. El producto contiene entonces 91,5 % de isododeceno, 7,5 % de Lial® 123 y 1,0% de didodecileter (análisis por CG).

Ejemplo 3: Isotrideceno

- Se colocan en un aparato de destilación 1.200,0 g de Exxal® 13 (isotridecanol; de Exxon Mobile) y 12,0 g de ácido trifluorometanosulfónico (25 % en peso en agua) y se calienta por 5 h a 240°C. Se seca sobre sulfato de sodio la fase orgánica del destilado obtenido (994,6 g) y se aísla el producto por filtración. El producto contiene 94,0 % de isotrideceno y 6,0 % de isotridecanol (análisis por CG).

$$JZ \text{ (Kaufmann)} = 194, JZ \text{ (Wijs)} = 241, OHZ = 22,5$$

Ejemplo 4: Tetradeceno

Se colocan en un aparato de destilación 600,0 g de Lorol® C14 (tetradecanol) y 12,0 g de ácido trifluorometanosulfónico (25 % en peso en agua) y se calienta por 5 h a 240 °C. Se seca sobre sulfato de sodio la fase orgánica del destilado obtenido (308,0 g) y se aísla el producto por filtración. El producto contiene entonces 84,3 % de tetradeceno, 10,8 % de tetradecanol y 4,8 % de ditetradecileter (análisis por CG).

REIVINDICACIONES

1. Método para la producción de hidrocarburos mediante deshidratación de alcoholes primarios, en el que como catalizador de deshidratación se usa ácido trifluorometanosulfónico, caracterizado porque para la deshidratación se usa 0,5 - 3 % en peso de catalizador.
- 5 2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque como alcoholes primarios se usan alcoholes C₆-C₃₀ lineales o ramificados, saturados o insaturados.
3. Método según por lo menos una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque los alcoholes son elegidos de entre los alcoholes C₇-C₁₃ ramificados.
- 10 4. Método según por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la deshidratación es ejecutada a una temperatura en el intervalo de 200 - 250 °C.
5. Método según por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la deshidratación es ejecutada a baja presión.