

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 742 832**

51 Int. Cl.:

**C09K 8/584** (2006.01)

**A61K 8/46** (2006.01)

**C11D 1/29** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.11.2016 E 16197328 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.05.2019 EP 3176240**

54 Título: **Proceso para la preparación de alcohol éter sulfatos**

30 Prioridad:

**04.12.2015 US 201514958972**

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

**17.02.2020**

73 Titular/es:

**CHEVRON ORONITE COMPANY LLC (100.0%)  
6001 Bollinger Canyon Road  
San Ramon, CA 94583 , US**

72 Inventor/es:

**WANG, PING y  
CAMPBELL, CURTIS BAY**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 742 832 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 la preparación de alcohol éter sulfatos

Campo técnico

5 Esta divulgación se relaciona en general con un proceso para preparar alcohol éter sulfatos estabilizados adecuados para uso en la recuperación mejorada de petróleo.

Antecedentes

10 La producción de petróleo crudo a partir del petróleo en depósitos subterráneos puede implicar el uso de diversos métodos de inundación a medida que las fuerzas naturales que se utilizan en el proceso de "recuperación primaria" se agotan. Una gran porción del petróleo crudo puede ser expulsado de la formación en procesos de recuperación "secundarios" o "terciarios". Además, algunos depósitos pueden no tener fuerzas naturales suficientes para la producción de petróleo, incluso por los procesos de recuperación primaria. La producción de petróleo crudo utilizando tales métodos de inundación es un ejemplo de un proceso mejorado de recuperación de petróleo.

15 Una tendencia en la industria del petróleo ahora es planificar la explotación del campo petrolero al comienzo del proyecto. La inyección de un fluido o gas que se desplaza puede comenzar temprano, mucho antes de que el proceso de recuperación primaria se agote por completo. Los métodos para mejorar la eficiencia de desplazamiento o la eficiencia de barrido se pueden usar al comienzo de la primera inyección de un fluido o gas de desplazamiento, en lugar de bajo condiciones de recuperación secundarias y terciarias.

20 El método menos costoso y más fácil de inundar un depósito subterráneo para la producción de petróleo crudo es inyectar un líquido o un gas en el pozo para forzar el petróleo a la superficie. La inundación de agua es el fluido más utilizado. Sin embargo, el agua no desplaza fácilmente el aceite debido a la inmiscibilidad del agua y el aceite y/o la alta tensión interfacial entre los dos líquidos.

25 La adición de productos químicos para modificar las propiedades del líquido de inundación es bien conocida en la técnica. Los tensioactivos son una clase de compuestos químicos que se han utilizado en medios acuosos para mejorar la recuperación de aceite. Se ha encontrado que los tensioactivos reducen efectivamente la tensión interfacial entre el aceite y el agua y permiten que las gotas de aceite fluyan más fácilmente a través de los canales del depósito.

30 Los alcohol éter sulfatos son una clase de tensioactivos aniónicos utilizados en la recuperación mejorada de petróleo. Los alcohol éter sulfatos se fabrican haciendo reaccionar alcoholes alcoxilados con un agente sulfatante para convertir la funcionalidad del alcohol en un semiéster de ácido sulfúrico (grupo -C-O-SO<sub>3</sub>H). Los semiésteres de ácido sulfúrico normalmente se neutralizan rápidamente después de la formación porque generalmente no son estables (ver D. W. Roberts, Org. Process Res. Dev. 1998, 2, 194-202). Como resultado, los alcohol éter sulfatos tienden a ser difíciles de fabricar.

35 Se ha encontrado ahora que la preparación y neutralización de los semiésteres de ácido sulfúrico es posible y en presencia de un cosolvente da como resultado un producto de alcohol éter sulfato que tiene una neutralización y una estabilidad de almacenamiento mejoradas.

Resumen

40 En un aspecto, se proporciona un proceso para preparar un alcohol éter sulfato, comprendiendo el proceso: (a) sulfatar un alcohol alcoxilado; (b) neutralizar el producto sulfatado del paso (a) en la presencia de una base y un cosolvente que tiene un punto de ignición de al menos 60°C, en el que el cosolvente se selecciona del grupo que consiste en alcoholes polihídricos, monoéteres alquilenglicol, polialquilenglicoles, monoéteres de polialquilenglicol.

Breve descripción de los dibujos

FIG. 1 representa un diagrama de flujo del proceso de sulfatación en una planta piloto como se emplea en el Ejemplo 1.

FIG. 2 representa un conjunto superior de reactor de sulfatación en laboratorio como se emplea en el Ejemplo 2.

45 Descripción detalla

Introducción

Los siguientes términos y abreviaturas se usarán a lo largo de la especificación y tendrán los siguientes significados a menos que se indique lo contrario.

El término "alcohol éter sulfato" se refiere a un compuesto que tiene la siguiente estructura general:

50 RO-(AO)<sub>z</sub>-SO<sub>3</sub>M

donde R es un grupo hidrocarburo alifático C<sub>12</sub>-C<sub>36</sub>; AO representa una o más unidades de óxido de alquileo C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> (por ejemplo, óxido de etileno, óxido de propileno); z≥1; y M es un catión de metal alcalino, un catión de metal alcalinotérreo, un catión de amonio o un catión de amonio sustituido. Las unidades de óxido de alquileo pueden incorporarse aleatoriamente o en bloques.

- 5 Los términos "semiestér de ácido sulfúrico" y "éster ácido" se refieren a un compuesto que tiene un grupo C-O-SO<sub>3</sub>H.

El término "cosolvente", como se usa aquí, se refiere a alcoholes, éteres y/o una gama de materiales no iónicos.

- 10 El término "alifático" denota un resto hidrocarburo que puede ser de cadena lineal (es decir, no ramificado), ramificado o cíclico y puede estar completamente saturado o puede contener una o más unidades de insaturación, pero que no es aromático. Los grupos alifáticos adecuados incluyen, pero no se limitan a, grupos alquilo, alqueno y lineales o ramificados.

El término "punto de ignición" se refiere a la temperatura más baja a la cual un líquido volátil puede vaporizarse para formar una mezcla inflamable en el aire. El punto de ignición se puede medir, por ejemplo, mediante los métodos de copa cerrada ASTM D3828 o ASTM D93 y es una indicación de la inflamabilidad del líquido.

- 15 El "peso molecular promedio nominal" se abrevia como M<sub>n</sub> y se refiere al promedio aritmético ordinaria del peso molecular de moléculas individuales en una muestra. Se define como el peso total de todas las moléculas en una muestra dividido por el número total de moléculas en la muestra. Experimentalmente, el peso molecular promedio nominal (M<sub>n</sub>) se determina analizando una muestra dividida en fracciones de peso molecular de especies y que tienen moléculas de peso molecular M<sub>i</sub> a través de la fórmula  $M_n = \sum M_i n_i / \sum n_i$ . El peso molecular promedio nominal se puede medir mediante una variedad de métodos bien conocidos que incluyen cromatografía de permeación de gel, análisis espectroscópico de grupos terminales y osmometría. Si no se especifican, los pesos moleculares de los polímeros dados aquí son pesos moleculares promedio nominales.

"Propilenglicol" (también 1,2-propanodiol) se abrevia como PG.

"Etilenglicol n-butyl éter" (también 2-butoxietanol) se abrevia como EGBE.

- 25 "Óxido de propileno" (también -C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O-) se abrevia como PO.

"Óxido de etileno" (también -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O-) se abrevia como EO.

Alcohol alcoxilado

- 30 Los alcoholes alcoxilados se pueden preparar de una manera en principio conocida por los expertos en la técnica. Normalmente, al menos un alcohol alifático reacciona con óxido de alquileo (por ejemplo, óxido de etileno, óxido de propileno) en presencia de un catalizador de alcoxilación. Las alcoxilaciones usualmente son catalizadas por una base (por ejemplo, KOH), pero también se pueden usar otros catalizadores tales como complejos de cianuro de metal doble (véase, por ejemplo, la patente de los Estados Unidos No. 5,482,908).

En una realización, el alcohol alcoxilado útil en el proceso descrito aquí puede representarse por la siguiente estructura (1):

- 35 
$$\text{RO-(AO)}_z\text{-H} \quad (1)$$

donde R es un grupo hidrocarburo alifático C<sub>12</sub>-C<sub>40</sub> (por ejemplo, un grupo C<sub>18</sub>-C<sub>36</sub> o un grupo C<sub>24</sub>-C<sub>32</sub>); AO representa una o más unidades de óxido de alquileo C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> (por ejemplo, óxido de etileno, óxido de propileno) y z≥1 (por ejemplo, 100≤z≤1). Las unidades de óxido de alquileo pueden incorporarse aleatoriamente o en bloques.

- 40 El grupo hidrocarburo alifático (R) se origina a partir de un alcohol alifático (R-OH) y puede representar una mezcla de longitudes de cadena, puede ser saturado o insaturado, puede ser lineal o ramificado, o cualquier combinación de los anteriores. Preferiblemente, el grupo hidrocarburo alifático (R) es un grupo alquilo, más preferiblemente un grupo alquilo ramificado.

- 45 El alcohol alifático (R-OH) a partir del cual se origina el grupo hidrocarburo alifático (R) puede ser un alcohol primario o secundario, preferiblemente un alcohol primario. En una realización, el alcohol alifático es un alcohol Guerbet C<sub>12</sub>-C<sub>40</sub> (por ejemplo, un C<sub>18</sub>-C<sub>36</sub>, un C<sub>24</sub>-C<sub>32</sub>). Como se usa aquí, un "alcohol de Guerbet" se refiere a un alcohol primario monofuncional que comprende al menos una ramificación en el átomo de carbono adyacente al átomo de carbono que lleva el grupo hidroxilo. Químicamente, los alcoholes de Guerbet se describen como 2-alquil-1-alcoholes.

En una realización, el alcohol alcoxilado útil en el proceso descrito aquí es un copolímero de bloque representado por la siguiente estructura (2):

- 50 
$$\text{RO-(C}_3\text{H}_6\text{O)}_x\text{-(C}_2\text{H}_4\text{O)}_y\text{-H} \quad (2)$$

en la que R es un grupo hidrocarburo alifático C<sub>12</sub>-C<sub>40</sub> (por ejemplo, un grupo C<sub>18</sub>-C<sub>36</sub> o un grupo C<sub>24</sub>-C<sub>32</sub>);  $x > 1$ ;  $y > 1$ ; y  $x + y \leq 100$ . Como se usa aquí, un "copolímero de bloque" se refiere a un polímero compuesto de dos o más polímeros diferentes dispuestos en segmentos o "bloques" de cada polímero constituyente.

5 En una realización, x puede estar en el intervalo de 5 a 50 (por ejemplo, de 5 a 45, de 10 a 45, de 5 a 40, de 10 a 50, de 10 a 45, de 10 a 40, de 15 a 50, de 15 a 45, de 15 a 40, de 20 a 50, de 20 a 45, de 20 a 40, de 25 a 50, de 25 a 45, o de 25 a 40).

En una realización, y puede estar en el intervalo de 5 a 50 (por ejemplo, de 5 a 45, de 5 a 40, de 5 a 35, de 5 a 30, de 5 a 25, de 5 a 20, de 5 a 15, de 10 a 50, de 10 a 45, 10 a 40, de 10 a 35, de 15 a 50, de 15 a 45, de 15 a 40, de 15 a 35, de 20 a 50, de 20 a 45, de 20 a 40, de 20 a 35, de 25 a 50, de 25 a 45, de 25 a 40, o de 25 a 35).

10 En una realización, x puede estar en un intervalo de 20 a 50 e y puede estar en un intervalo de 5 a 15. En una realización, x puede estar en un intervalo de 20 a 50 e y puede estar en un intervalo de 20 a 50.

En una realización, el alcohol alcoxilado generalmente comprende más unidades de óxido de propileno (x) que unidades de óxido de etileno (y), en el que la relación de unidades de óxido de etileno a unidades de óxido de propileno (y/x) está en el intervalo de 0.01 a 1 (por ejemplo, de 0.1 a 1, de 0.1 a 0.5, de 0.25 a 1, o de 0.5 a 1).

15 Sulfatación

La sulfatación del alcohol alcoxilado se puede realizar mediante cualquier método conocido por los expertos en la técnica. La sulfatación se lleva a cabo típicamente en un reactor tubular con película descendente continua que se mantiene a una temperatura de 30°C a 75°C utilizando trióxido de azufre (SO<sub>3</sub>) como agente de sulfatación. La relación molar de SO<sub>3</sub> a alcohol alcoxilado se mantiene típicamente en un intervalo de 0.8 a 1.2: 1.

20 También se pueden emplear otros agentes sulfatantes, tales como ácido clorosulfónico o ácido sulfámico. Preferiblemente, el alcohol alcoxilado es sulfatado con trióxido de azufre diluido con aire (por ejemplo, una fracción molar de SO<sub>3</sub> del 3-5% en aire de proceso).

Neutralización de sulfato

25 Los productos sulfatados resultantes son semiésteres de ácido sulfúrico ("ésteres ácidos") que generalmente no son estables y, por lo tanto, deben transferirse inmediatamente a un ciclo de neutralización en el que se convierten, ya que de lo contrario se producirá la eliminación del trióxido de azufre. La eliminación de SO<sub>3</sub> puede conducir a una degradación de la cadena de alcoxilato con la formación concomitante de subproductos indeseables tales como 1,4-dioxano y/o dimetil 1,4-dioxano.

30 La neutralización del éster ácido se puede llevar a cabo en un proceso continuo o discontinuo mediante cualquier método conocido por los expertos en la técnica.

En general, el paso de neutralización se lleva a cabo en un reactor de mezcla en línea en el que el éster ácido, una base orgánica o inorgánica, y un cosolvente miscible con agua se mezclan y la temperatura se mantiene entre 20°C y 80°C. Como se usa aquí, un "cosolvente miscible con agua" se refiere a un cosolvente orgánico que puede formar una solución monofásica con agua a la temperatura a la que se lleva a cabo la reacción.

35 El éster de ácido se puede neutralizar utilizando un hidróxido de metal alcalino acuoso (por ejemplo, hidróxido de sodio o hidróxido de potasio), un hidróxido de metal alcalinotérreo acuoso (por ejemplo, hidróxido de magnesio o hidróxido de calcio), o bases tales como hidróxido de amonio, hidróxido de amonio sustituido, carbonato de sodio o hidrogenocarbonato de potasio. Preferiblemente, el éster de ácido se neutraliza usando un hidróxido de metal alcalino acuoso.

40 Un cosolvente se emplea para ayudar a la disolución del éster ácido en agua. El cosolvente puede ser cualquier fluido miscible en agua que tenga un punto de ignición de al menos 60°C.

El cosolvente se selecciona del grupo que consiste en alcoholes polihídricos, monoéteres de alquilenglicol, polialquilenglicoles, monoéteres de polialquilenglicol.

45 Los ejemplos de alcoholes polihídricos adecuados incluyen alquilenglicoles C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>, particularmente alquilenglicoles C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> tales como etilenglicol, propilenglicol y butilenglicol.

Los ejemplos de monoéteres de alquilenglicol adecuados incluyen alquilenglicol mono(alquil C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)éteres, particularmente alquilenglicol mono(alquil C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)éteres tales como etilenglicol n-butil éter y propilenglicol n-butil éter.

50 Los ejemplos de polialquilenglicoles adecuados incluyen poli(alquilenos C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>)glicoles que tienen de 2 a 10 unidades de alquilenglicol C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> tales como dietilenglicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol, polietilenglicol 300, polietilenglicol 400, dipropilenglicol, tripropilenglicol, y similares.

Ejemplos de monoéteres de polialquilenglicol adecuados incluyen poli(alquilen C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>)glicol mono(alquil C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>) éteres que tienen de 2 a 50 unidades de alquilenglicol por molécula, tales como dietilen glicol metil éter, dietilen glicol etil éter, dietilen glicol n-butil éter, trietilen glicol metil éter, trietilen glicol etil éter, trietilen glicol n-butil éter, dipropilen glicol metil éter, tripropilen glicol metil éter y alcoholes C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> polietoxilados que tienen de 5 a 25 unidades de óxido de etileno por molécula.

Preferiblemente, el cosolvente se selecciona del grupo que consiste en etilenglicol, propilenglicol, etilenglicol n-butil éter, dietilenglicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol, dipropilenglicol, tripropilenglicol, dietilenglicol metil éter, dietilenglicol etil éter, dietilenglicol n-butil éter, trietilenglicol metil éter, trietilenglicol etil éter, trietilenglicol n-butil éter, alcoholes C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> polietoxilados que tienen de 5 a 25 unidades de óxido de etileno por molécula y combinaciones de los mismos.

El cosolvente puede tener un punto de ignición de al menos 65°C, al menos 70°C, o al menos 75°C. El cosolvente puede tener un punto de ignición de 400°C o menos, 350°C o menos, 300°C o menos, 250°C o menos, o incluso 200°C o menos. Por ejemplo, el cosolvente puede tener un punto de ignición de 60°C a 400°C (por ejemplo, de 60°C a 350°C, de 60°C a 300°C, de 60°C a 250°C, de 60°C a 225°C, de 60°C a 200°C, de 65°C a 400°C, de 65°C a 350°C, de 65°C a 300°C, de 65°C a 250°C, de 65°C a 225°C, de 65°C a 200°C, de 70°C a 400°C, de 70°C a 350°C, de 70°C a 300°C, de 70°C a 250°C, de 70°C a 225°C, de 70°C a 200°C, de 75°C a 400°C, de 75°C a 350°C, de 75°C a 300°C, de 75°C a 250°C, de 75°C a 225°C, o de 75°C a 200°C).

En el paso de neutralización, la relación en peso del cosolvente al éster ácido es adecuadamente de 0.01:1 a 10:1 (por ejemplo, de 0.1:1 a 5:1, de 0.25:1 a 3:1, o de 0.5:1 a 1.5:1).

Preferiblemente, el proceso descrito aquí es un proceso continuo. Por "continuo" se entiende un sistema que funciona sin interrupción o cese. Por ejemplo, un proceso continuo para producir un alcohol éter sulfato sería uno en el que los reactivos se introducen continuamente en uno o más reactores y el producto de alcohol éter sulfato se retira continuamente.

En una realización, el producto resultante es un alcohol éter sulfato representado por la siguiente estructura (3):



en la que R, x, e y son como se describe aquí anteriormente y M es un catión de metal alcalino, un catión de metal alcalinotérreo, un catión de amonio o un catión de amonio sustituido.

En una realización, el alcohol éter sulfato resultante tiene un peso molecular promedio nominal (Mn) de al menos 2000 (por ejemplo, al menos 2500, al menos 3000, al menos 3500, de 2000 a 6000, de 2000 a 5500, de 2000 a 5000 g/mol, de 2000 a 4500, de 2000 a 4000, de 2500 a 6000, de 2500 a 5500, de 2500 a 5000, de 2500 a 4500, o de 2500 a 4000).

### Ejemplo

Los siguientes ejemplos ilustrativos pretenden ser no limitantes.

#### Ejemplo 1

Sulfatación en plantas piloto de materia prima de alcohol poliéter de alto peso molecular

La sulfatación en planta piloto de la materia prima se realizó utilizando un reactor con película delgada tubular como se ilustra en la FIG.1. La materia prima era un alcohol copolímero de propoxilato/etoxilato de bloque de 2900 MW (ISO FOL®28-(PO)<sub>35</sub>(OE)<sub>10</sub>-H). ISO FOL®28 (Sasol Performance Chemicals) es 2-dodecil-hexadecanol. El gas de SO<sub>3</sub> diluido se pone en contacto con la materia prima orgánica. El reactor consiste en un tubo de acero inoxidable provisto de camisa de agua de 0.6 pulgadas de diámetro interior nominal, 5 pies de largo, montado verticalmente. La materia prima se dosifica a través de un medidor de flujo de masa y un tubo provisto de camisa de temperatura controlada antes de entrar en el reactor con película. La materia prima entra en un vertedero en la parte superior del reactor y se distribuye uniformemente alrededor de la circunferencia del tubo del reactor. La corriente de gas de SO<sub>3</sub> diluido entra por encima del tubo del reactor. A medida que el gas y el líquido bajan por el reactor, el SO<sub>3</sub> es absorbido por la materia prima y reacciona con la materia prima. Al salir del reactor, el gas y el líquido entran en un ciclón donde se separan las dos fases. El líquido que sale del fondo del ciclón se bombea a través de un intercambiador de calor para enfriamiento. Una porción del líquido enfriado es devuelto justo debajo del fondo del tubo del reactor donde se mezcla con el gas más caliente y el líquido que sale del reactor. El reciclado de líquido sirve tanto para enfriar rápidamente los productos de reacción frescos como para eliminar el SO<sub>3</sub> no absorbido. El gas de descarga que sale de la parte superior del ciclón se dirige a un absorbente de SO<sub>2</sub> y luego a una almohadilla de niebla. La porción del líquido enfriado que no se recicla de nuevo al reactor se transfiere al neutralizador. El ácido crudo fue enfriado rápidamente luego con 50% en peso de NaOH acuoso y luego se diluye aproximadamente al 30% en peso con etilenglicol n-butil éter para obtener el producto final.

Las muestras de alcohol copolímero de propoxilato/etoxilato de bloque de peso molecular 2900 se sulfataron utilizando SO<sub>3</sub> /Aire y las siguientes condiciones generales:

## ES 2 742 832 T3

Carga de SO<sub>3</sub> = aproximadamente 0.1 kg/h-cm

SO<sub>3</sub> en concentración de aire = 0.8 % en volumen

Temperatura del aire/SO<sub>3</sub> = 40°C

Temperatura de alimentación = 70-75°C

- 5 Temperatura del neutralizador = 50°C

El producto se fabricó utilizando las siguientes seis condiciones de proceso diferentes descritas en la Tabla 1:

Tabla 1

Condición	SO <sub>3</sub> /Relación molar de materia prima	Temperatura de materia prima para el reactor (°C)	Temperatura del reactor (°C)
1	1.20	70	60
2	1.10	70	60
3	1.00	70	60
4	0.90	70	60
5	1.20	75	75
6	1.00	75	75

- 10 La Tabla 2 resume las propiedades analíticas del producto obtenido por la sulfatación de la materia prima de alcohol de poliéter alcohol de 2900 MW.

Tabla 2

Propiedades del producto neutralizado producido usando un proceso de sulfatación en planta piloto						
Condición	% de Activos <sup>1</sup>	% de Activos 3 meses después de la producción	Contenido <sup>2</sup> de 1,4-Dioxano (ppm)	Contenido de Dimetil-1,4-dioxano (ppm)	pH en el momento de producción <sup>3</sup>	pH 3 meses después de la producción
1	60, 61	56	6.7	14.7	11.2	11.0
2	56, 54	61	5.7	15.0	10.8	11.0
3	53, 51	57	5.8	12.8	11.0	11.0
4	50, 50	57	5.6	8.9	10.9	11.0
5	63, 62	58	6.0	9.0	11.0	11.0
6	52, 52	55	5.7	6.9	11.1	11.0

<sup>1</sup> Determinado mediante la titulación HYAMINE® usando 3200 para el peso molecular de la sal de sodio  
<sup>2</sup> Medido por cromatografía líquida de permeación en gel  
<sup>3</sup> Mediciones de pH se realizaron en un 10 % en peso de solución acuosa del producto neutralizado usando un electrodo de pH calibrado

### Ejemplo 2

Sulfatación en película delgada de laboratorio de alcohol poliéter de alto peso molecular

- 15 La sulfatación en laboratorio de la misma materia prima utilizada en el Ejemplo 1 (alcohol copolímero de propoxilato/etoxilato de bloque de MW 2900: ISOFOL®28-(PO)<sub>35</sub>(EO)<sub>10</sub>-H) se realizó en un reactor tubular metálico con película descendente, provisto con camisa de agua, (0.6 cm de ID y 152 cm de longitud) con el conjunto superior del reactor como se muestra en la FIG. 2, donde 1 = entrada de SO<sub>3</sub>/aire; 2 = entrada de materia prima; 3 = entrada

## ES 2 742 832 T3

de aire de compensación; y 4 = entrada de agua de enfriamiento para el reactor con película descendente. Se utilizaron los parámetros del proceso:

Rata de SO<sub>2</sub> = 2.0 L / h

Conversión de SO<sub>2</sub> a SO<sub>3</sub> = 87%

5 Aire con rata de SO<sub>2</sub> = 150 L/h

Rata de aire de compensación = 30 L/min

Temperatura de alimentación = 65 ° C

Temperatura de enfriamiento del reactor con película descendente = 90°C

Velocidad de alimentación de materia prima = 3.45 g/min

10 Se encontró que los sulfatos producidos usando las condiciones anteriores eran bastante estables tras el almacenamiento a temperatura ambiente. La Tabla 3 muestra el cambio de actividad de diferentes lotes de ácido en función del tiempo cuando se almacena a temperatura ambiente.

Tabla 3

Estabilidad de almacenamiento de sulfato a temperatura ambiente	
Tiempo (Días)	Actividad ácida de titulación de ciclohexilamina (%)
0	45.11
1	46.33
2	44.13
3	39.51
9	36.40
0	48.47
1	48.96
5	46.27
6	45.18
8	42.02
0	62.36
1	62.31
2	62.21
15	57.45
16	56.35
19	54.06
0	53.34
1	54.96
4	51.58
8	49.27

## ES 2 742 832 T3

5 Los ácidos producidos se neutralizaron por lotes de la siguiente manera: se añadieron 30.0 gramos de ácido en un vaso de vidrio PYREX® de 250 ml, y se añadieron cantidades acuosas variables de NaOH (50% en peso en agua), seguido de la adición de un cosolvente seguido de mezcla a temperatura ambiente durante 45 minutos. Se utilizaron dos tipos de mezcla: estándar (Estándar) y alto cizallamiento (HS). La mezcla estándar consistía en un agitador mecánico elevado (con una turbina de cuchilla plana vertical; 5 cm de diámetro y 8 cuchillas de 1 cm x 1 cm de dimensión) a aproximadamente 500 rpm. Para una mezcla de alto cizallamiento, se utilizó un mezclador Silverson Modelo L4RT-A de alto cizallamiento. Los datos analíticos para los productos neutralizados resultantes se resumen en la Tabla 4.

Tabla 4

Propiedades del producto neutralizado usando sulfatación en película delgada de laboratorio							
Entrada	Actividad ácida (%)	Caustica añadida (g)	Cosolvente (% en peso con base en la mas de ácido)	Tipo de mezcla	pH <sup>1</sup>	% de Activos del producto <sup>2</sup> neutralizado	Tiempo (días)
A	54.1	1.37	H <sub>2</sub> O (50)	Estándar	7.7	26.1	0
					4.6	25.7	5
					4.1	25.7	27
B	62.3	1.37	H <sub>2</sub> O (130)	HS (2500 rpm)	10.8	12.8	0
					10.7	21.4	6
					10.7	14.9	11
C	54.1	1.37	H <sub>2</sub> O (50)	HS (500 rpm)	3.7	23.7	0
					3.7	23.3	5
					3.7	25.1	27
D	62.2	1.37	EGBE (50)	Estándar	10.3	26.9	0
					10.3	27.8	6
					10.3	28.4	11
E	62.3	1.37	EGBE (50)	HS (2500 rpm)	10.4	11.8	0
					10.4	20.5	6
					10.7	19.3	11
F	54.1		EGBE:H <sub>2</sub> O 1:1 (50)	Estándar	9	33.1	0
					6.8	32.3	5
					6.8	32.1	7
G	54.1	1.37	EGBE (50)	HS (500)	9.0	26.2	0

ES 2 742 832 T3

				rpm)			
					7.4	26.1	5
					6.9	25.8	27
H	55	1.5	PG:H <sub>2</sub> O 1:1 (50)	Estándar	10.6	29.5	2
					10.6	30.6	8
					10.6	34.8	20
I	55	1.5	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHO- (EO) <sub>10</sub> -H : H <sub>2</sub> O 1: 1 (50)	Estándar	11.1	31.6	2
					11.2	31.0	8
					10.9	32.3	20
J	49.3	1.5	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHO- (EO) <sub>20</sub> -H: H <sub>2</sub> O 1: 1 (50)	Estándar	10.9	31.5	2
					10.8	30.3	8
					11.0	31.5	20
K	49.3	1.5	PG (50)	Estándar	10.7	27.2	0
					11.0	32	14
L	49.3	1.5	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHO- (EO) <sub>20</sub> -H (50)	Estándar	10.9	27.7	0
					11.2	30.6	15
<sup>1</sup> Mediciones de pH se realizaron en 1 % en peso de solución acuosa del producto neutralizado usando un electrodo de pH calibrado <sup>2</sup> Determinado mediante titulación HYAMINE® usando 2773 para el peso molecular de sal de sodio							

5 La entrada A muestra que usar solo la dilución en agua del ácido y la mezcla mecánica normal con soda cáustica resulta en una neutralización incompleta. La entrada B muestra que usar solo la dilución en agua del ácido y mezcla de alto cizallamiento a 2500 rpm con soda cáustica resulta en la neutralización, pero el producto resultante tiene una actividad baja. La entrada C muestra que el uso de agua solo como cosolvente y la mezcla de alto cizallamiento a 500 rpm con soda cáustica resulta en una neutralización incompleta del ácido. La entrada D muestra que usar solo EGBE como cosolvente durante la neutralización del ácido con una mezcla de soda cáustica y estándar resulta en una buena neutralización y el pH del producto es estable. La entrada E muestra que usar solo EGBE como cosolvente durante la neutralización del ácido con una mezcla de soda cáustica y de alto cizallamiento (2500 rpm) da como resultado una buena neutralización, pero baja actividad. Una comparación de las Entradas D y F muestra que el uso de una mezcla de EGBE y agua durante la neutralización del ácido con una mezcla de soda cáustica y estándar no es tan bueno como usar solo EGBE. Las entradas H-L muestran que la neutralización del ácido con una variedad de cosolventes no iónicos, con o sin agua, y la mezcla estándar proporciona una mejor neutralización y estabilidad del producto en comparación con el agua sola como cosolvente.

15 **Ejemplo 3**

Sulfatación en película delgada en laboratorio, de alcohol poliéter de peso molecular extraalto

La sulfatación en laboratorio de una materia prima de alcohol copolímero de propoxilato/etoxilato de bloque de peso molecular extraalto (3762 MW) (ISOFOL®28-(PO)<sub>35</sub>(EO)<sub>30</sub>-H) se realizó en un reactor tubular metálico con película descendente, provisto con camisa de agua como se describe en el Ejemplo 2 utilizando los siguientes parámetros de proceso:

5 Rata de SO<sub>2</sub> = 2.0 L/h

Conversión de SO<sub>2</sub> a SO<sub>3</sub> = 87%

Aire con rata de SO<sub>2</sub> = 150 L/h

Rata de aire de compensación = 30 L/min

Temperatura de alimentación = 90°C

10 Temperatura de enfriamiento del reactor con película descendente = 90°C

Rata de alimentación de materia prima = 4.87 g/min

El ácido resultante (30 g, 34,3% de actividad) se neutralizó con 1.5 g de 50% en peso de NaOH acuoso y 50 g de EGBE usando condiciones de mezcla estándar a temperatura ambiente durante 45 minutos y controlado a lo largo del tiempo para determinar la actividad y el pH como se muestra en la Tabla 5.

15

Tabla 5

pH <sup>1</sup>	% de Activos <sup>2</sup>	Tiempo (días)
10.1	22.3	0
10.1	20.7	2
10.2	20.3	5
9.9	20.2	20

<sup>1</sup>mediciones de pH se realizaron en 1 % en peso de solución acuosa del producto neutralizado utilizando un electrodo de pH calibrado.

<sup>2</sup>Determinado mediante titulación HYAMINE® usando 3864 para el peso molecular de la sal de sodio.

Los resultados resumidos en la Tabla 5 muestran que el uso de EGBE como cosolvente durante la neutralización del alcohol de poliéter de peso molecular extra alto proporciona una neutralización eficiente y una buena estabilidad del producto.

20 Como se usa aquí, el término "que comprende" significa que incluye elementos o pasos que se identifican después de ese término, pero cualquiera de dichos elementos o pasos no son exhaustivos, y una realización puede incluir otros elementos o pasos.

25 A menos que se especifique lo contrario, la recitación de un género de elementos, materiales u otros componentes, de los cuales se puede seleccionar un componente individual o una mezcla de componentes, se pretende que incluya todas las posibles combinaciones subgenéricas de los componentes enumerados y mezclas de los mismos .

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para preparar un alcohol éter sulfato, donde el proceso comprende:

(a) sulfatar un alcohol alcoxilado;

5 (b) neutralizar el producto sulfatado del paso (a) en la presencia de una base y un cosolvente que tiene un punto de ignición de al menos 60°C, en el que el cosolvente se selecciona del grupo que consiste en alcoholes polihídricos, monoéteres de alquilenglicol, polialquilenglicoles, monoéteres de polialquilenglicol.

2. El proceso de la reivindicación 1, en el que el alcohol éter sulfato tiene un peso molecular promedio nominal de al menos 2000.

3. El proceso de la reivindicación 1, en el que el alcohol éter sulfato está representado por la siguiente estructura:

10 
$$\text{RO}-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_x-(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_y-\text{SO}_3\text{M}$$

en la que:

R es un grupo de hidrocarburo alifático  $\text{C}_{12}-\text{C}_{40}$

$x > 1$ ;

$y > 1$ ;

15  $x + y \leq 100$ ; y

M es un catión de metal alcalino, un catión de metal alcalinotérreo, un catión de amonio o un catión de amonio sustituido.

4. El proceso de la reivindicación 3, en el que R es un grupo alquilo  $\text{C}_{24}-\text{C}_{32}$  ramificado.

5. El proceso de la reivindicación 3, en el que x está en un intervalo de 20 a 50 e y está en un intervalo de 5 a 15.

20 6. El proceso de la reivindicación 3, en el que x está en un intervalo de 20 a 50 e y está en un intervalo de 20 a 50.

7. El proceso de la reivindicación 1, en el que el paso de sulfatación (a) comprende hacer reaccionar el alcohol alcoxilado con trióxido de azufre, que se ha diluido con aire.

8. El proceso de la reivindicación 1, en el que el cosolvente tiene un punto de ignición de 60°C a 300°C.

9. El proceso de la reivindicación 1, en el que el cosolvente tiene un punto de ignición de 65°C a 250°C.

25 10. El proceso de la reivindicación 1, en el que el cosolvente se selecciona del grupo que consiste en etilenglicol, propilenglicol, etilenglicol n-butyl éter, dietilenglicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol, dipropilenglicol, tripropilenglicol, dietilenglicol metil éter, dietilenglicol etil éter, dietilenglicol n-butyl éter, trietilenglicol metil éter, trietilenglicol etil éter, trietilenglicol n-butyl éter, alcoholes  $\text{C}_2-\text{C}_4$  polietoxilados que tienen de 5 a 25 unidades de óxido de etileno por molécula, y combinaciones de los mismos.

30 11. El proceso de la reivindicación 1, en el que la relación en peso del cosolvente al producto sulfatado del paso (a) es de 0.01:1 a 10:1.

12. El proceso de la reivindicación 1, en el que la base es un hidróxido de metal alcalino.

13. El proceso de la reivindicación 1, en el que el proceso es un proceso continuo.

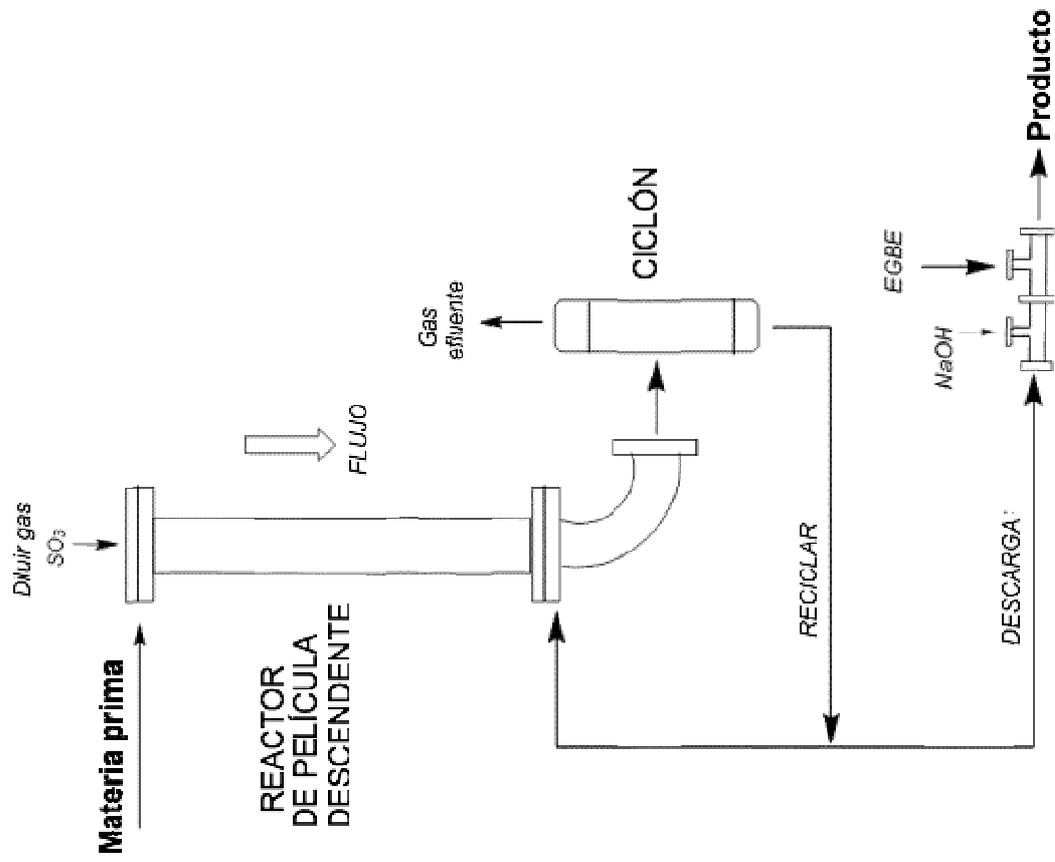


FIG. 1

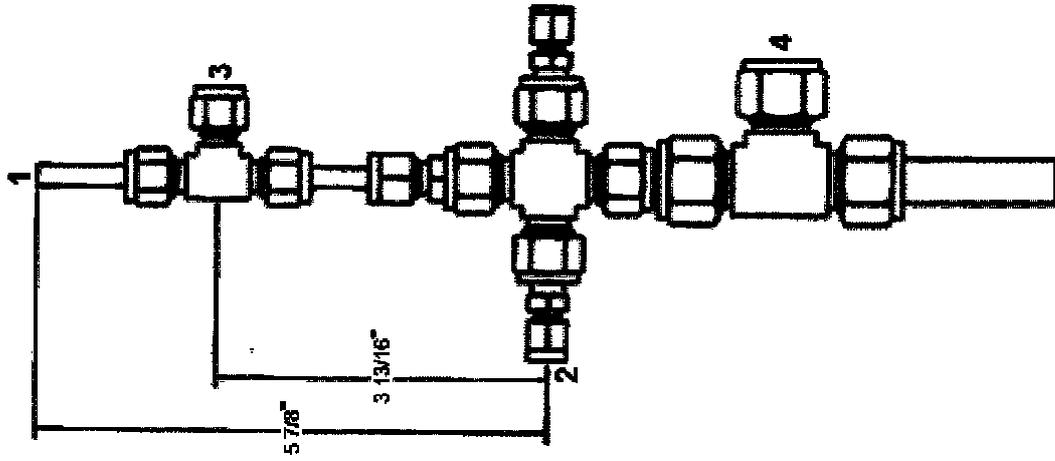


FIG. 2