

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 755 108**

51 Int. Cl.:

A01N 25/30 (2006.01)

C07C 305/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.03.2014 PCT/US2014/020890**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.10.2014 WO14164156**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.03.2014 E 14714020 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.10.2019 EP 2967033**

54 Título: **Surfactantes basados en derivados de alcohol graso monoinsaturados**

30 Prioridad:

13.03.2013 US 201361780604 P

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

21.04.2020

73 Titular/es:

**STEPAN COMPANY (100.0%)
22 West Frontage Road
Northfield, Illinois 60093, US**

72 Inventor/es:

**ALLEN, DAVID, R.;
BERNHARDT, RANDAL, J.;
BROWN, AARON;
DADO, GREGORY, P.;
DONG, XUE, MIN;
GORMAN, WILMA;
MASTERS, RONALD, A. y
SKELTON, PATTI**

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 755 108 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

Surfactantes basados en derivados de alcohol graso monoinsaturados

5 Campo de la invención

La invención se refiere a surfactantes, y en particular a derivados de alcohol graso monoinsaturados útiles en los mismos.

10 Antecedentes de la invención

Los derivados de alcohol graso, particularmente alcoxilatos, sulfatos y sulfatos de éter, son surfactantes versátiles. Se utilizan en una amplia gama de industrias y usos finales, que incluyen cuidado personal, lavandería y limpieza, polimerización en emulsión, usos agrícolas, aplicaciones en campos petroleros, composiciones industriales y espumadores especiales.

15 Los alcoholes grasos se obtienen habitualmente al reducir los correspondientes ácidos grasos o ésteres, normalmente por hidrogenación catalítica. A menudo, el catalizador incluye zinc o cobre y cromo. Patente de los Estados Unidos No. 5,672,781, por ejemplo, utiliza un catalizador CuCrO_4 para hidrogenar ésteres metílicos del aceite de almendra de palma, que tiene una insaturación sustancial, para producir una mezcla de alcoholes grasos que comprende aproximadamente 52% en peso de alcohol oleílico, un alcohol graso monoinsaturado. Para ejemplos adicionales, véase Patentes de los Estados Unidos Nos. 2,865,968; 3,193,586; 4,804,790; 6,683,224; y 7,169,959.

20 Los ácidos grasos o ésteres utilizados para fabricar alcoholes grasos y sus derivados se obtienen generalmente por hidrólisis o transesterificación de triglicéridos, que son normalmente grasas animales o vegetales. En consecuencia, la porción grasa del ácido o éster normalmente tendrá 6-22 carbonos con una mezcla de cadenas saturadas e internamente insaturadas. Dependiendo de la fuente, el ácido graso o el éster a menudo tiene una preponderancia del componente C_{16} a C_{22} . Por ejemplo, la metanólisis del aceite de soja proporciona los ésteres metílicos saturados de ácidos palmítico (C_{16}) y esteárico (C_{18}) y los ésteres metílicos insaturados de ácidos oleico (monoinsaturado C_{18}), linoleico (diinsaturado C_{18}) y α -linoléico (tri-insaturado C_{18}).

25 Entre los alcoholes grasos con insaturación interna, el alcohol oleílico se ha utilizado como material de partida para producir sulfonatos de éter que tienen propiedades surfactantes (véanse, por ejemplo, Patentes de los Estados Unidos Nos. 7,427,588 y 7,629,299).

30 Las materias primas monoinsaturadas que tienen una longitud de cadena reducida tienen un valor potencial para fabricar surfactantes, pero los alimentos no han estado fácilmente disponibles. Las mejoras recientes en la química de la metátesis (véase, por ejemplo, J.C. Mol, Green Chem. 4 (2002) 5 y la Publicación de Solicitud de Patente de los Estados Unidos Nos. 2010/0145086, 2011/0113679 y 2012/0071676) pronto pondrán a disposición dichas materias primas insaturadas de cadena reducida, pero se necesitan alternativas.

35 El ácido undecilénico (ácido 10-undecenoico) se produce industrialmente junto con heptaldehído al pirolizar el ácido ricinoleico en aceite de ricino (véase Patente de los Estados Unidos No. 1,889,348; J. Chem. Ed. 29 (1952) 446; J. Sci. Ind. Res. 13B (1954) 277; y J. Am. Oil Chem. Soc. 66 (1989) 938). Este se utiliza principalmente para fabricar productos farmacéuticos, fragancias y cosméticos.

40 El ácido undecilénico se reduce fácilmente a alcohol undecilénico con agentes reductores de hidruro (por ejemplo, hidruro de litio y aluminio) o catalizadores de hidrogenación selectivos (véase, por ejemplo, J. Am. Chem. Soc. 59 (1937) 1). Se conoce el alcohol etoxilado undecilénico por su posible uso en detergentes para lavandería (JP 10140195). Los etoxilatos de alcohol undecilénico también se han estudiado como componentes principales de monocapas autoensambladas, que pueden imitar la estructura y función de la membrana (véase, por ejemplo, Patente de los Estados Unidos No. 6,809,196 y J. Am. Chem. Soc. 113 (1991) 12).

45 El alcohol undecilénico se ha convertido en 10-undecenil sulfato de sodio, y este compuesto se ha utilizado como monómero para fabricar surfactantes polimerizables (véase, por ejemplo, Electroforesis 25 (2004) 622; New J. Chem. 16 (1992) 883 y Langmuir 9 (1993) 2949).

50 La sulfatación de alcoholes produce sulfatos de alcohol, que tienen un grupo $\text{CO-SO}_3\text{X}$, en el que X es normalmente un ión de metal alcalino o de amonio de una etapa de neutralización posterior. La sulfonación de hidrocarburos insaturados da sulfonatos, que tienen un grupo $\text{C-SO}_3\text{X}$. Cuando un alcohol insaturado es el material de partida, el sulfato insaturado se puede producir bajo algunas condiciones (véase, por ejemplo, el documento WO 91/13057). Con otros reactivos, la sulfatación de alcohol y la sulfonación de doble enlace carbono-carbono pueden competir, con la mayor parte del producto de reacción resultante de la sulfatación, aunque la naturaleza de los subproductos sulfonados generalmente no se comprende bien (véase, por ejemplo, Patente de los Estados Unidos No. 5,446,188).

55 Debido a las reacciones secundarias de competencia, generalmente se evitan los alcoholes insaturados cuando el objetivo es hacer un sulfato de alcohol o sulfato de éter.

5 En resumen, a pesar del valor conocido de los alcoholes grasos de cadena más larga y los alcoholes grasos saturados de cadena más corta para fabricar etoxilatos, sulfatos y sulfatos de éter para uso como surfactantes, no está claro qué valor tendrían los surfactantes si fueran hecho utilizando alcoholes grasos insaturados de cadena más corta (por ejemplo, C₁₀-C₁₂). La disponibilidad de ácido undecilénico y alcohol undecilénico como materia prima invita a una mayor investigación.

Resumen de la invención

10 En un primer aspecto, la presente invención proporciona una composición de surfactante que comprende agua y 1 a 99% en peso de un surfactante que comprende:

(a) 40 a 60% en peso de un sulfato de alcohol primario C₁₁ monoinsaturado; y

15 (b) 40 a 60% en peso de un sulfato de alcohol primario C₁₁ de hidroxialquilo secundario;

en la que (a) y (b) se derivan de alcohol undecilénico.

20 Se encontró que los surfactantes de alcoxilato, sulfato y éter sulfato hechos de alcoholes monoinsaturados C₁₀-C₁₂ ofrecen ventajas inesperadas. En comparación con sus análogos saturados, los alcoxilatos monoinsaturados, los sulfatos y los sulfatos de éter son menos irritantes, lo que los hace valiosos para el cuidado personal, lavandería, limpieza y otras aplicaciones domésticas. Las ventajas adicionales son evidentes a partir de los estudios de microscopía, que indican que los alcoxilatos, sulfatos y sulfatos de éter monoinsaturados tienen un comportamiento de fase favorable en un amplio rango de niveles activos. Esto permite la formulación de productos con mayor compactación, lo que permite a los formuladores enviar más producto y menos agua en un contenedor dado. Se divulga adicionalmente que, cuando se combinan con surfactantes catiónicos, los alcoxilatos, sulfatos y sulfatos de éter exhiben una sinergia considerable, y tienen una solubilidad mejorada en comparación con sus análogos saturados.

30 La composición surfactante de acuerdo con el primer aspecto será útil en muchas aplicaciones e industrias, que incluye cuidado personal, lavado y limpieza, polimerización en emulsión, productos agrícolas, aplicaciones en campos petroleros y espumas especiales.

35 En una realización del primer aspecto, el surfactante comprende adicionalmente 0.1 a 20% en peso de productos sulfonados.

En una realización, la composición del primer aspecto se elabora al sulfatar alcohol undecilénico con trióxido de azufre en un reactor de película descendente, seguido por neutralización.

40 En una realización, la composición del primer aspecto tiene una fase isotrópica clara a cualquier nivel activo hasta 60% en peso de activos.

En un segundo aspecto, la presente invención proporciona un herbicida soluble en agua o un dispersante agrícola que comprende la composición de acuerdo con el primer aspecto.

45 En un tercer aspecto, la presente invención proporciona un limpiador de superficies duras o un limpiacristales que comprende la composición de acuerdo con el primer aspecto.

50 En un cuarto aspecto, la presente invención proporciona una mezcla que comprende un surfactante catiónico y la composición de acuerdo con el primer aspecto.

En un quinto aspecto, la presente invención proporciona un proceso que comprende hacer reaccionar una composición que comprende alcohol undecilénico con trióxido de azufre en un reactor de película descendente, seguido por neutralización para producir un surfactante que comprende:

55 (a) 40 a 60% en peso de un sulfato de alcohol primario C₁₁ monoinsaturado; y
(b) 40 a 60% en peso de un sulfato de alcohol primario C₁₁ de hidroxialquilo secundario.

Descripción detallada de la invención

60 En el primer aspecto, la presente invención proporciona una composición de surfactante que comprende agua y 1 a 99% en peso de un surfactante que comprende:

65 (a) 40 a 60% en peso de un sulfato de alcohol primario C₁₁ monoinsaturado; y
(b) 40 a 60% en peso de un sulfato de alcohol primario C₁₁ de hidroxialquilo secundario;

en la que (a) y (b) se derivan de alcohol undecilénico.

Preferiblemente, la composición de surfactante comprende 2 a 98% en peso del surfactante. Más preferiblemente, la composición de surfactante comprende 5 a 95% en peso del surfactante.

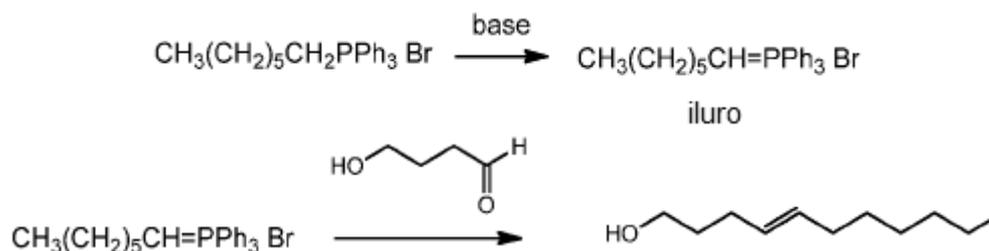
Como se utiliza en el presente documento, "monoinsaturado" se refiere a composiciones que comprenden principalmente especies que tienen un enlace doble carbono-carbono, pero también pueden incluir una proporción menor de una o más especies que tienen dos o más enlaces dobles carbono-carbono. El experto apreciará que no es necesario y puede ser poco práctico producir una especie puramente "monoinsaturada", y que las composiciones surfactantes que comprenden mezclas que comprenden principalmente (pero no exclusivamente) sulfato de alcohol primario C₁₁ monoinsaturado se contemplan dentro del alcance de la invención.

Pueden estar presentes otros componentes surfactantes además del sulfato de alcohol primario C₁₁ monoinsaturado. Preferiblemente, sin embargo, la composición surfactante comprende al menos 50% en peso del sulfato de alcohol primario C₁₁ monoinsaturado.

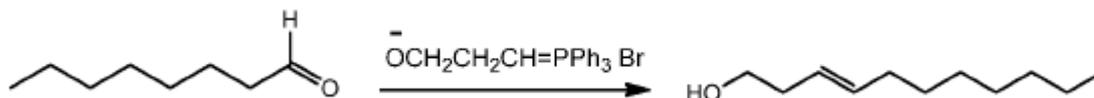
El ácido undecilénico, debido a su disponibilidad inmediata, es un material de partida preferido para preparar alcohol undecilénico. La reducción del ácido o sus derivados de éster utilizando hidrogenación catalítica (véase J. Am. Chem. Soc. 59 (1937) 1) o agentes reductores de hidruros tales como hidruro de aluminio y litio o similares proporciona alcohol undecilénico (10-undecen-1-ol).

Se pueden preparar otros alcoholes monoinsaturados C₁₁ que tienen un enlace doble carbono-carbono interno al isomerizar el alcohol undecilénico en olefinas más sustituidas, normalmente utilizando un catalizador base (véase, por ejemplo, Synthesis (1969) 97). La isomerización normalmente proporciona una mezcla de alcoholes monoinsaturados, que pueden ser deseables desde una perspectiva de coste y/o rendimiento.

Se divulga adicionalmente que, cuando se necesitan alcoholes monoinsaturados C₁₀-C₁₂ que tienen el enlace doble carbono-carbono en una ubicación particular, se puede utilizar la reacción de Wittig (véase, por ejemplo, Angew. Chem. Int. Ed. Engl. 4 (1965) 830; Tetrahedron Lett. 26 (1985) 307; y la Patente de los Estados Unidos No. 4,642,364). La elección de los materiales de partida para la reacción de Wittig dependerá de la disponibilidad de los materiales de partida. En un enfoque, se utilizan un ω-hidroxialdehído y un iluro de fosfonio (de la reacción de un haluro de alquilo y trifenilfosfina para dar una sal de fosfonio, seguido de desprotonación para dar el iluro):



En otro enfoque, se utilizan un aldehído y un iluro de fosfonio preparado a partir de un haluro de ω-hidroxi alquilo:



El 4-hidroxi butanal, que se produce en la fabricación de 1,4-butanodiol, se puede hacer reaccionar con el reactivo de iluro de fosfonio a partir de un haluro de alquilo C₆, C₇ o C₈ para hacer, respectivamente, 4-decen-1-ol, 4-undecen-1-ol o 4-dodecen-1-ol.

La reacción de Wittig también se puede utilizar para producir alcoholes insaturados terminales, por ejemplo, con reactivos tales como metiluro de trifenilfosfonio. En algunos casos, sin embargo, puede ser más deseable generar alcoholes insaturados terminales de otra manera. Por ejemplo, la reacción de un α,ω-diol con un agente deshidratante adecuado (por ejemplo, Ba₂P₂O₇, HMPA, o incluso un ácido graso) puede proporcionar buenos rendimientos de alcoholes insaturados terminales (véase, por ejemplo, J. Org. Chem. 36 (1971) 3826 y Patentes de los Estados Unidos Nos. 4,250,343; 4,288,642; 4,447,659; 4,695,661, y 5,981,812). Se divulga adicionalmente que los precursores de éster para alcoholes insaturados terminalmente también están disponibles en la química de metátesis. Como ejemplo, la metátesis cruzada de ésteres grasos insaturados con etileno se puede utilizar para generar ésteres insaturados C₁₀-C₁₂ terminalmente insaturados. La reducción de los ésteres proporciona el alcohol C₁₀-C₁₂ terminalmente insaturado. Por ejemplo, la metátesis cruzada de oleato de metilo y etileno proporciona 1-deceno y 9-decenoato de metilo. El éster se puede reducir a 9-decen-1-ol (véase, por ejemplo, Patente de los Estados Unidos No. 4,545,941). Véase también J. Org. Chem. 46 (1981) 1821; J. Catal. 30 (1973) 118; Appl. Catal.

70 (1991) 295; Organometallics 13 (1994) 635; Olefin Metathesis and Metathesis Polymerization by Ivin and Mol (1997), y Chem. & Eng. News 80(51), Dec. 23, 2002, p. 29, que también divulgan catalizadores de metátesis útiles.

5 En otras realizaciones, el alcohol undecilénico o el precursor del mismo (por ejemplo, un ácido graso o un éster) se genera utilizando un microorganismo o un microorganismo diseñado por bioingeniería, tal como un microbio a base de algas, bacterias o levaduras.

10 Adicionalmente se divulga que la reducción de ésteres monoinsaturados o precursores ácidos para producir los alcoholes monoinsaturados C₁₀-C₁₂ se realiza utilizando catalizadores y procedimientos bien conocidos. El agente reductor es normalmente un agente reductor de hidruro (borohidruro de sodio, hidruro de litio y aluminio o similares) o hidrógeno molecular en combinación con un catalizador metálico, frecuentemente cobre y/o zinc en combinación con cromo (véase, por ejemplo, Patentes de los Estados Unidos Nos. 2,865,968; 3,193,586; 4,804,790; 5,124,491; 5,672,781; 6,683,224; 7,169,959 y 7,208,643).

15 El experto apreciará que el proceso de reducción, particularmente cuando se utilizan catalizadores de metales de transición para convertir precursores en alcoholes, puede inducir cierto grado de isomerización o migración del enlace doble carbono-carbono desde su posición original. Más aún, debido a que los catalizadores de hidrogenación no siempre son completamente selectivos, se divulga adicionalmente que una proporción de los enlaces dobles carbono-carbono se podría hidrogenar durante la reducción de éster o ácido, dando como resultado un producto mixto que puede tener alcoholes grasos saturados C₁₀-C₁₂ en Además de los alcoholes grasos C₁₀-C₁₂ insaturados deseados. El experto puede controlar el grado de insaturación a cualquier cantidad deseada.

20 El experto, por supuesto, reconocerá otras formas deseables de llegar al alcohol undecilénico utilizado para producir el sulfato utilizado en la presente invención.

25 Se divulga adicionalmente que la monoinsaturación también puede impartir ventajas a los productos formulados (que incluye productos de consumo) que a menudo no están disponibles con los derivados de alcohol graso saturado correspondientes. Debido a que la cristalinidad se ve alterada por la presencia de un enlace doble carbono-carbono, los alcoxilatos monoinsaturados, los sulfatos y los sulfatos de éter generalmente tienen viscosidades más bajas que sus análogos saturados. Más aún, los alcoxilatos, sulfatos y sulfatos de éter monoinsaturados pueden concentrarse y formularse a niveles activos más altos, a veces mucho más altos, que sus equivalentes saturados. Se divulga adicionalmente que, por ejemplo, un sulfato de éter saturado podría permitir un nivel máximo de 30% en peso de activos para dar un líquido fluido, mientras que un sulfato de éter monoinsaturado similar podría permitir que el nivel de activos sea tan alto como 70 u 80% en peso. Por lo tanto, el cambio estructural aparentemente menor a un producto monoinsaturado puede permitir el envío de productos más concentrados, reducir o eliminar la necesidad de equipos de manipulación especiales y/o en última instancia proporcionar ahorros sustanciales de costes. Se divulga adicionalmente que los alcoxilatos, sulfatos y sulfatos de éter monoinsaturados también son más eficaces como compatibilizadores para surfactantes u otros componentes en los productos completamente formulados.

40 Los sulfatos utilizados en la presente invención se preparan al sulfatar alcohol undecilénico utilizando técnicas bien conocidas.

45 Adicionalmente se divulga que el alcohol C₁₀-C₁₂ insaturado se puede sulfatar, con o sin una alcoxilación previa y, si corresponde, neutralizar para dar un sulfato de alquilo monoinsaturado o un sulfato de éter alquilo monoinsaturado de acuerdo con métodos conocidos (véase, por ejemplo, Patente de los Estados Unidos No. 3,544,613). El ácido sulfámico es un reactivo conveniente que sulfata el grupo hidroxilo sin alterar la insaturación. Por lo tanto, calentar el alcohol monoinsaturado o alcoxilato con ácido sulfámico opcionalmente en presencia de urea u otro aceptor de protones proporciona convenientemente el sulfato de alquilamonio o sulfato de éter monoinsaturado C₁₀-C₁₂ deseado (véase ejemplos a continuación). El sulfato de amonio se convierte fácilmente en un sulfato de metal alcalino por reacción con un hidróxido de metal alcalino u otros reactivos de intercambio iónico. En los ejemplos a continuación, se preparan sulfatos de alquil sodio monoinsaturados a partir de los sulfatos de amonio correspondientes al hacer reaccionar este último con hidróxido de sodio acuoso.

55 Se divulga adicionalmente que se pueden utilizar otros reactivos para convertir grupos hidroxilo de un alcohol o alcoxilato insaturado C₁₀-C₁₂ en sulfatos. Por ejemplo, se puede utilizar trióxido de azufre, óleum o ácido clorosulfónico. Algunos de estos reactivos también pueden, bajo las condiciones adecuadas, reaccionar con la insaturación para formar un sulfonato (que tiene un enlace carbono-azufre), que puede o no ser el resultado deseado. El trióxido de azufre, por ejemplo, se puede utilizar para sulfatar el grupo hidroxilo de un alcohol o alcoxilato insaturado, pero también puede reaccionar con un enlace doble carbono-carbono para generar una β-suitona, que se puede abrir para dar mezclas de sulfonatos de hidroxialcano y alquenosulfonatos. Por lo tanto, es posible, y puede ser deseable, realizar tanto la sulfatación como la sulfonación en un recipiente y, a menudo, con un solo reactivo. Puede ser deseable un producto que tenga al menos alguna proporción de material que sea tanto sulfonado como sulfatado. Por ejemplo, un sulfato/sulfonato combinado puede impartir propiedades beneficiosas al surfactante a granel, que incluye viscosidad reducida, mejor capacidad de concentración, mejores propiedades de compatibilización u otras ventajas.

65

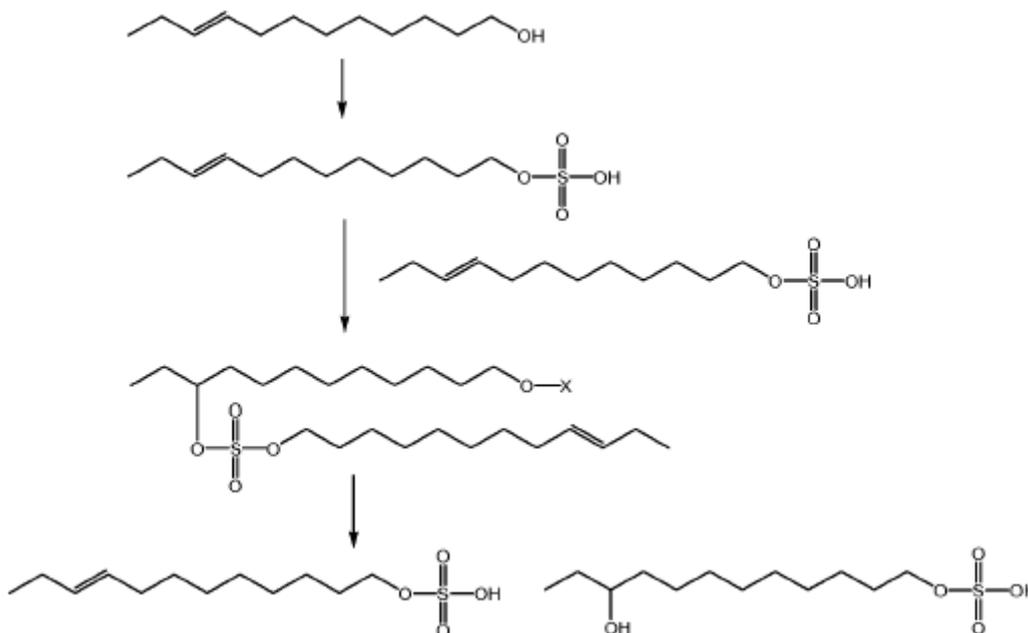
Se divulgan adicionalmente procesos para preparar alcoxilatos, sulfatos y sulfatos de éter de alcoholes monoinsaturados C₁₀-C₁₂. Los procesos comprenden hacer reaccionar una composición que comprende un alcohol monoinsaturado C₁₀-C₁₂ con un agente de alcoxilación, un agente de sulfatación o un agente de alcoxilación seguido de un agente de sulfatación, para hacer, respectivamente, un alcoxilato, un sulfato o un sulfato de éter. Por lo tanto, un proceso adecuado comprende sulfatar la composición de alcohol monoinsaturado C₁₀-C₁₂ para dar un sulfato de alquilo. Otro proceso adecuado comprende alcoxilar la composición de alcohol C₁₀-C₁₂ con uno o más óxidos de alquileo, preferiblemente óxido de etileno, para dar un alcoxilato monoinsaturado, seguido de sulfatación para dar un sulfato de éter de alquilo monoinsaturado.

Como se discutió anteriormente, la composición de surfactante de acuerdo con el primer aspecto comprende agua y 1 a 99% en peso de un surfactante que comprende:

- (a) 40 a 60% en peso de un sulfato de alcohol primario C₁₁ monoinsaturado; y
- (b) 40 a 60% en peso de un sulfato de alcohol primario C₁₁ de hidroxialquilo secundario en la que (a) y (b) se derivan de alcohol undecilénico.

Preferiblemente, el surfactante comprende 45 a 55% en peso del sulfato de alcohol primario C₁₁ monoinsaturado; y 45 a 55% en peso del sulfato de alcohol primario C₁₁ de hidroxialquilo secundario. La composición de sulfato puede comprender adicionalmente 0.1 a 20% en peso, preferiblemente 0.5 a 15% en peso, de productos sulfonados.

Se divulga adicionalmente que, aunque se sabe que la sulfatación y la sulfonación compiten cuando un alcohol graso insaturado es el material de partida, sorprendentemente descubrimos que ciertas condiciones de sulfatación, tales como la sulfatación de película descendente utilizando trióxido de azufre, pueden proporcionar cantidades aproximadamente iguales de (a) un sulfato de alcohol primario C₁₀-C₁₂ monoinsaturado y (b) un sulfato de alcohol primario C₁₀-C₁₂ de hidroxialquilo secundario. Sin desear limitarnos a ninguna teoría en particular, consideramos que los productos pueden resultar de la formación de un dialquilsulfato intermedio. Tras la neutralización del ácido, el dialquilsulfato puede sufrir tanto la eliminación como para volver al sulfato de alcohol C₁₀-C₁₂ insaturado, así como la hidrólisis para proporcionar el sulfato de alcohol de hidroxialquilo (ver esquema a continuación). La hidrólisis parece ser selectiva, proporcionando preferentemente el alcohol secundario y el alcohol sulfato primario. En consecuencia, la mezcla del producto de la reacción de un alcohol monoinsaturado C₁₀-C₁₂, particularmente uno que no está etoxilado, normalmente comprende aproximadamente 90% de sulfatos, con cantidades aproximadamente iguales de sulfato de alcohol primario C₁₀-C₁₂ monoinsaturado y sulfato de alcohol de hidroxialquilo secundario C₁₀-C₁₂ y aproximadamente 10% de productos sulfonados. Como se ilustra para un alcohol monoinsaturado C₁₂:



En contraste, cuando los alcoholes C₁₀-C₁₂ etoxilados se someten a sulfatación de película descendente con trióxido de azufre, predomina el sulfato de éter insaturado. Por ejemplo, un etoxilato de 1 mol de EO proporciona aproximadamente un 70% de sulfato de éter insaturado, y un etoxilato de 3 moles proporciona aproximadamente un 80% de sulfato de éter insaturado (ver ejemplos a continuación).

Encontramos que la sulfatación de película descendente con trióxido de azufre tiende a mezclar la geometría de enlace doble carbono-carbono. Por lo tanto, se divulga adicionalmente que la mezcla del producto frecuentemente se aproxima a una mezcla termodinámicamente preferida de isómeros cis y trans, generalmente alrededor de 8: 2

trans-/cis-, incluso si la insaturación en el alcohol C₁₀-C₁₂ insaturado fue predominantemente o exclusivamente cis- o trans-.

5 La composición de acuerdo con el primer aspecto se prepara preferiblemente sulfurando alcohol undecilénico con trióxido de azufre en un reactor de película descendente, seguido de neutralización, de acuerdo con los métodos descritos anteriormente.

10 También encontramos que la insaturación terminal no se retiene cuando se utiliza trióxido de azufre para preparar sulfatos de alcohol y sulfatos de éter monoinsaturados de C₁₀-C₁₂. En cambio, la isomerización ocurre para dar productos insaturados más sustituidos. Por lo tanto, se divulga un proceso adicional, en el que se prepara un sulfato de alcohol o sulfato de éter de C₁₀-C₁₂ internamente monoinsaturado. Este proceso comprende hacer reaccionar un alcohol o alcoxilato C₁₀-C₁₂ monoinsaturado terminalmente con trióxido de azufre en un reactor de película descendente, seguido por neutralización.

15 También observamos isomerización posicional tras la sulfatación de alcoholes C₁₀-C₁₂ insaturados internamente. Esto puede ocurrir a través de la regeneración de una olefina cuando un dialquilsulfato se elimina en la dirección "opuesta" (o lado de la cadena) desde donde se produjo la adición. No está claro si la olefina puede o no "deslizarse" completamente hacia arriba y hacia abajo de la cadena. La isomerización posicional podría ocurrir por adición/eliminación múltiple, migración de olefinas antes de la adición del éster de ácido sulfúrico, o algún otro mecanismo.

20 La composición surfactante de acuerdo con el primer aspecto se puede incorporar en diversas formulaciones y utilizar como emulsionantes, agentes de sensación dérmica, formadores de película, modificadores reológicos, solventes, agentes de liberación, biocidas, potenciadores de biocidas, acondicionadores, dispersantes, hidrótrofos o similares. Dichas formulaciones se pueden utilizar en aplicaciones de uso final que incluyen, entre otras: cuidado personal; productos de limpieza domésticos, industriales e institucionales; aplicaciones en campos petroleros; recuperación mejorada de petróleo; espumantes de yeso; recubrimientos, adhesivos y selladores; y formulaciones agrícolas.

25 Por lo tanto, la composición surfactante de acuerdo con el primer aspecto se puede utilizar en dichas aplicaciones de cuidado personal tales como jabones en barra, baños de burbujas, productos de limpieza líquidos, barras de acondicionamiento, productos para el cuidado bucal, champús, jabones corporales, limpiadores faciales, jabones de manos/líquidos, geles de baño, toallitas, productos de limpieza para bebés, cremas/lociones, productos para el tratamiento del cabello, antitranspirantes y desodorantes.

30 Las aplicaciones de limpieza incluyen, entre otros, limpiadores domésticos, desengrasantes, desinfectantes y higienizantes, detergentes para lavandería líquidos y en polvo para la ropa, detergentes líquidos para trabajos pesados, detergentes líquidos para trabajos ligeros, limpiadores de superficies duras y blandas para el hogar, detergentes autodisco, abrillantadores, aditivos para la ropa, limpiadores de alfombras, tratamientos localizados, suavizantes, suavizantes líquidos y de láminas, limpiadores y desengrasantes industriales e institucionales, limpiadores de hornos, lavados para automóviles, limpiadores de transporte, limpiadores de drenaje, limpiadores industriales, espumantes, antiespumantes, limpiadores institucionales, limpiadores para conserje, limpiadores de vidrio, removedores de graffiti, limpiadores de concreto, limpiadores de partes de metal/máquina y limpiadores de servicio de alimentos.

35 En aplicaciones especiales de espuma (extinción de incendios, yeso, hormigón, paneles de cemento), la composición surfactante de acuerdo con el primer aspecto funciona como espumante, agente humectante y agente de control de espuma.

40 En pinturas y recubrimientos, la composición surfactante de acuerdo con el primer aspecto se utiliza como solventes, agente coalescente o aditivo para la polimerización en emulsión.

45 En las aplicaciones en campos petrolíferos, la composición surfactante de acuerdo con el primer aspecto se puede utilizar para el transporte, producción, estimulación, recuperación mejorada de petróleo y gas, y como componente de fluidos de perforación.

50 En aplicaciones agrícolas, la composición surfactante de acuerdo con el primer aspecto se utiliza como solvente, dispersante, surfactante, emulsionante, agente humectante, formulación inerte o adyuvante.

55 Como se demuestra en los ejemplos a continuación, la composición surfactante de acuerdo con el primer aspecto es excepcionalmente útil en aplicaciones que requieren baja irritación, dispersantes agrícolas, herbicidas solubles en agua, desengrasantes acuosos de limpieza de superficies duras y limpiadores de vidrio, y aplicaciones surfactantes que requieren altos niveles activos o solubilidad mejorada. Aquellos ejemplos que no están abarcados por las reivindicaciones se dan solo con propósitos comparativos.

60 Preparación de sulfatos y sulfatos de éter a partir de alcohol undecilénico

Sulfato de alcohol undecilénico, sal de sodio

5 Un reactor discontinuo a gran escala, con camisa de agua (40°C) equipado con embudo de adición, agitación mecánica y entrada de nitrógeno (velocidad de flujo de 5 ml/min) se carga con alcohol undecilénico (125.5 g, 0.737 mol). El trióxido de azufre (70.7 g, 1.2 eq.) Se carga en el embudo de adición, luego se agrega cuidadosamente al vaporizador mientras se mantiene la temperatura de reacción por debajo de 50°C. El humo inicial en el espacio superior es severo. Después de la adición de SO₃, el reactor se purga con nitrógeno durante 5 minutos. Tiempo total de adición: 2 h, 15 min. El intermedio ácido es marrón oscuro con viscosidad moderada.

10 Un matraz de fondo redondo equipado con agitación mecánica se carga con agua (418.4 g) y solución de hidróxido de sodio (61.6 g de NaOH acuoso al 50%). El intermedio ácido anterior (160.0 g) se agrega a la solución base acuosa, y la mezcla resultante se calienta y se mantiene a 70°C durante 1 h. El producto se filtra para eliminar las partículas. El análisis de ¹H RMN muestra la migración del enlace doble carbono-carbono y aproximadamente el 44% de sulfato de alcohol primario monoinsaturado C₁₁. Sólidos: 28.1%; alcohol no sulfurado: 0.46%; sulfato inorgánico: 0.24%; activos: 27.4%. Rendimiento: 167.4 g (91%).

Sulfato de 1-undecanol, sal de sodio

20 Se sigue el procedimiento descrito anteriormente para preparar el sulfato de alcohol C₁₁ saturado a partir de 1-undecanol (125.1 g) y trióxido de azufre (71.9 g, 1.2 eq.). Tiempo total de adición para el trióxido de azufre: 1.5 h. El ácido es marrón oscuro con baja viscosidad.

25 La conversión al sulfato de sodio se realiza utilizando agua (471.3 g), solución de hidróxido de sodio (68.7 g de NaOH acuoso al 50%) y el ácido intermedio (180.0 g). El ácido se agrega mientras se mantiene la temperatura de reacción por debajo de 50°C, y el producto resultante se mezcla durante 1 h. El pH se ajusta a 8.6 con solución acuosa de H₂SO₄ al 10%, y el producto se transfiere a un frasco. Sólidos: 24.9%; alcohol no sulfurado: 1.27%; sulfato inorgánico: 2.45%; activos: 21.2%. Rendimiento: 190 g (100%).

30 Etoxilación de alcohol undecilénico para producir etoxilatos de alcohol de 1, 3 y 7 moles.

Se realizan etoxilaciones secuencialmente utilizando un reactor para preparar etoxilados de alcohol undecilénico que tienen, en promedio, 1, 3, o 7 unidades de oxietileno.

35 Alcohol undecilénico (1796 g) se carga a un reactor de presión. Se agrega KOH líquido (45%, 17.6 g). El reactor se sella y se calienta a 100°C bajo nitrógeno con agitación. A ~50°C, se aplica vacío (2.7 kPa (20 mm)) para eliminar el agua. Los contenidos se calientan adicionalmente a 105-115°C bajo vacío (2.7 kPa (20 mm)) y se mantiene durante 3 h con una purga de nitrógeno.

40 La carga restante de alcohol catalizado seco (1802 g) se calienta a 145°C. El reactor se presuriza con nitrógeno y se ventila tres veces. Se introduce óxido de etileno (460 g, 1 mol por mol de iniciador) el reactor a 145-160°C durante 1 h. Después de la adición de EO, la mezcla se digiere durante 1 h a 150-160°C hasta que se equilibra la presión del reactor. La mezcla se enfría a 50°C y se drena parcialmente (380 g eliminado) para proporcionar 1 mol de alcohol etoxilado insaturado. Valor de hidroxilo: 259 mg de KOH/g; valor de yodo: 149 g de I₂/100 g de muestra.

45 Los contenidos del reactor (1880 g) se volvieron a calentar a 145°C, y el reactor se ventila con nitrógeno como se describió anteriormente. Se agrega óxido de etileno (775 g, 2 moles adicionales por mol de iniciador; 3 moles de EO por mol de alcohol undecilénico cargado) a la carga a 145-160°C. Después de digerir 1 h a 150-160°C, la mezcla se enfría a 60°C y se drena parcialmente (470 g eliminado) para recuperar las 3 moles de alcohol etoxilado insaturado. Valor de hidroxilo: 183 mg de KOH/g; valor de yodo: 149 g de I₂/100 g de muestra.

50 Los contenidos del reactor (2185 g) se volvieron a calentar a 145°C, y el reactor se ventila con nitrógeno como se describió anteriormente. Se agrega óxido de etileno (1265 g, 4 moles adicionales por mol de iniciador; 7 moles de EO por mol de alcohol undecilénico cargado) a la carga a 145-160°C. Después de digerir 1 h a 150-160°C, la mezcla se enfría a 60°C y se drena para recuperar las 7 moles de alcohol insaturado etoxilado. Valor de hidroxilo: 116 mg de KOH/g; valor de yodo: 52 g de I₂/100 g de muestra. Rendimiento: 3450 g.

Etoxilación de 1-Undecanol para producir 1, 3, y 7 moles de etoxilados de alcohol

60 Se realizan etoxilaciones secuencialmente utilizando un reactor para preparar etoxilados de 1-undecanol que tienen, en promedio, 1, 3, o 7 unidades de oxietileno.

65 Se carga 1-Undecanol (1715 g) a un reactor de presión. Se agrega KOH líquido (45%, 18.0 g). El reactor se sella y se calienta a 100°C bajo nitrógeno con agitación. A ~50°C, se aplica vacío (2.7 kPa (20 mm)) para eliminar el agua. Los contenidos se calientan adicionalmente a 105-115°C bajo vacío (20 mm) y se mantienen durante 3 h con una purga de nitrógeno.

5 La carga restante de alcohol catalizado seco (1713 g) se calienta a 145°C. El reactor se presuriza con nitrógeno y se ventila tres veces. Se introduce óxido de etileno (440 g, 1 mol por mol de iniciador) al reactor a 145-160°C durante 1 h. Después de la adición de EO, la mezcla se digiere durante 1 h a 150-160°C hasta que se equilibra la presión del reactor. La mezcla se enfría a 50°C y se drena parcialmente (299 g eliminados) para proporcionar 1 mol de alcohol saturado etoxilado. Valor de hidroxilo: 257 mg de KOH/g.

10 Los contenidos del reactor (1854 g) se volvieron a calentar a 145°C, y el reactor se ventila con nitrógeno como se describió anteriormente. Se agrega óxido de etileno (750 g, 2 moles adicionales por mol de iniciador; 3 moles de EO por mol de 1-undecanol cargado) a la carga a 145-160°C. Después de digerir 1 h a 150-160°C, la mezcla se enfría a 60°C y se drena parcialmente (407 g eliminados) para recuperar las 3 moles de alcohol saturado etoxilado. Valor de hidroxilo: 184 mg de KOH/g.

15 Los contenidos del reactor (2197 g) se volvieron a calentar a 145°C, y el reactor se ventila con nitrógeno como se describió anteriormente. Se agrega óxido de etileno (1275 g, 4 moles adicionales por mol de iniciador; 7 moles de EO por mol de 1-undecanol cargado) la carga a 145-160°C. Después de digerir 1 h a 150-160°C, la mezcla se enfría a 60°C y se drena para recuperar las 7 moles de alcohol saturado etoxilado. Valor de hidroxilo: 116 mg de KOH/g. Rendimiento: 3472 g.

20 Preparación sulfatos de éter

Alcohol undecilénico, sulfato de éter 1EO, sal de sodio

25 El procedimiento utilizado para el alcohol undecilénico generalmente se sigue utilizando etoxilado 1EO de alcohol undecilénico (123.5 g, 0.578 mol) y trióxido de azufre (55.5 g, 0.693 mol, 1.2 eq.). Tiempo de adición total: 1 h, 50 min. El intermedio ácido (155.0 g) se combina con agua (414.3 g) y solución acuosa de hidróxido de sodio (50.7 g de NaOH 50%) y se calienta 1 h a 70°C. El análisis de ¹H RMN indica 57% de olefina interna y presente 13% de olefina terminal. Sólidos: 28.0%; alcohol no sulfatado: 0.97%; sulfato inorgánico: 0.14%; activos: 26.9%. Rendimiento: 162.0 g (95%).

30 1-Undecanol, sulfato de éter 1EO, sal de sodio

35 El procedimiento utilizado para el alcohol undecilénico generalmente se sigue utilizando etoxilado 1EO de 1-undecanol (123.2 g, 0.564 mol) y trióxido de azufre (53.9 g, 0.674 mol, 1.2 eq.). Tiempo de adición total: 1 h, 35 min. El intermedio ácido (160.0 g) se combina con agua (428.5 g) y solución acuosa de hidróxido de sodio (51.5 g de NaOH 50%) y se calienta 1 h a 70°C. Sólidos: 27.4%; alcohol no sulfatado: 0.76%; sulfato inorgánico: 0.52%; activos: 26.2%. Rendimiento: 165.4 g (98%).

40 Alcohol undecilénico. Sulfato de éter 3EO, sal de sodio

45 El procedimiento utilizado para el alcohol undecilénico generalmente se sigue utilizando etoxilato 3EO de alcohol undecilénico (118.9 g, 0.393 mol) y trióxido de azufre (37.6 g, 0.469 mol, 1.2 eq.). Tiempo de adición total: 1 h, 30 min. El intermedio ácido (140.0 g) se combina con agua (384.8 g) y solución acuosa de hidróxido de sodio (35.2 g de NaOH 50%) y se calienta 1 h a 70°C. El análisis de ¹H RMN indica 62% de olefina terminal y 19% de olefina interna presente. Sólidos: 27.2%; alcohol no sulfatado: 1.61%; sulfato inorgánico: 0.13%; activos: 25.4%. Rendimiento: 145.1 g (97%).

1-Undecanol, sulfato de éter 3EO, sal de sodio

50 El procedimiento utilizado para el alcohol undecilénico generalmente se sigue utilizando etoxilato 3EO 1-undecanol (150.2 g, 0.493 mol) y trióxido de azufre (47.3 g, 0.591 mol, 1.2 eq.). Tiempo de adición total: 1 h, 25 min. El intermedio ácido (180.0 g) se combina con agua (495.1 g) y solución acuosa de hidróxido de sodio (44.9 g de NaOH 50%) y se calienta 1 h a 70°C. Sólidos: 26.8%; alcohol no sulfatado: 1.09%; sulfato inorgánico: 0.27%; activos: 25.5%. Rendimiento: 186.4 g (98%).

55 Alcohol undecilénico, sulfato de éter 1EO, sal de amonio

60 Un matraz de cuatro cuellos equipado con agitador mecánico superior, condensador, entrada de nitrógeno, termopar, manto calefactor y controlador de temperatura se carga con etoxilado 1EO de alcohol undecilénico (111 g, 0.520 mol) y 1,4-dioxano (250 ml) Se agregan ácido sulfámico (53.0 g, 0.546 mol) y urea (1.64 g). La mezcla se calienta a reflujo (aproximadamente 103°C) durante 4 h. El análisis por ¹H RMN (MeOD) indica -99% de conversión a sulfato. Al enfriarse, la mezcla se convierte en una suspensión. Se agrega cloroformo (500 ml) y la mezcla se calienta a 55°C. Al enfriarse y reposar durante la noche, los insolubles muy finos se depositan en el fondo. La solución se filtra al vacío utilizando auxiliar de filtro y un embudo grueso, lavando con cloroformo fresco. El filtrado se concentra por evaporación rotativa. La pasta húmeda con dioxano se disuelve en metanol (500 ml), se ajusta a pH ~7 con hidróxido de amonio y luego se vuelve a concentrar. Este procedimiento se repite 5 veces, con la última

concentración detenida antes de que el producto se vuelva demasiado espeso. El material se transfiere a una fuente de vidrio para hornear, utilizando MeOH para transferir cuantitativamente los residuos. Los sólidos se dejan secar en una campana durante el fin de semana y luego se secan en un horno de vacío (70°C, 5 h). El producto es un semisólido amarillo. El análisis ¹H RMN indica una conversión del 99% en sulfato de amonio.

5 1-undecanol, sulfato de éter 1EO, sal de amonio

10 El procedimiento utilizado anteriormente para convertir el etoxilato de alcohol undecilénico 1EO en sulfato de amonio generalmente se sigue utilizando etoxilato de 1-undecanol 1EO (109.5 g, 0.508 mol), ácido sulfámico (51.8 g, 0.533 mol), 1,4-dioxano (250 ml) y urea (1.61 g). El producto es un semisólido amarillo. El análisis de ¹H RMN indica la conversión cuantitativa al sulfato de amonio.

Evaluación de sulfatos de alcohol y sulfatos de éter en aplicaciones de desarrollo de productos

15 Prueba de zeína

20 La prueba de zeína se basa en la solubilización por surfactantes de una proteína de maíz amarillo (maíz) que normalmente es insoluble en agua a menos que esté desnaturalizada. La prueba determina gravimétricamente la cantidad de zeína disuelta por una solución surfactante. La solubilidad de la zeína en las soluciones de surfactante se correlaciona bien con la irritación o aspereza de la piel causada por el surfactante. El "número de zeína" es un valor relativo a un control normalizado, es decir, una solución activa al 1% de Stepanol® WA-Extra PCK (laurilsulfato de sodio) en agua. Un mayor número de zeína corresponde a un mayor grado de irritación.

25 Se prepara una solución de activos al 1% de cada surfactante de prueba (120 ml). El pH de cada solución se ajusta a aproximadamente 7.0 con ácido sulfúrico diluido acuoso o hidróxido de sodio diluido acuoso. La solución surfactante se calienta a 45°C. Se agrega polvo de zeína (1.50 g) a cada uno de los tres frascos. Se agrega surfactante (25.0 g de solución de activos al 1%) a cada frasco y a un frasco vacío para utilizar como blanco. Las soluciones se mezclan utilizando agitación magnética en una placa calefactora de temperatura controlada a 45°C durante 60 min. Cada mezcla se centrifuga luego (2500 rpm, 15 min.). Y el polvo de zeína no disuelto se aísla por filtración al vacío. El residuo se lava con agua desionizada y se seca (55°C, 24 h) hasta peso constante. La cantidad de proteína zeína no disuelta se encuentra gravimétricamente, y los resultados de tres ejecuciones se promedian para dar el % de zeína solubilizada y el número de zeína. Los resultados aparecen en la Tabla 1.

30

Tabla 1. Resultados de la Prueba de zeína ¹			
	% de solubilidad de zeína	número de zeína	Comentario
Stepanol® WA-Extra PCK (SLS)	49.6	100	control
Sulfato de Na de alcohol C ₁₁ insaturado	9.6	19.3	El derivado insaturado es mucho menos irritante que el análogo saturado
Sulfato de Na de alcohol C ₁₁ saturado	52.9	107	
Sulfato de Na 1EO de alcohol C ₁₁ insaturado	8.3	16.7	El derivado insaturado es mucho menos irritante que el análogo saturado
Sulfato de Na 1EO de alcohol C ₁₁ saturado	33.7	68.0	
Sulfato de Na 3EO de alcohol C ₁₁ insaturado	16.5	31.6	El derivado insaturado es menos irritante que el análogo saturado
Sulfato de Na 3EO de alcohol C ₁₁ saturado	22.3	44.9	

¹ Promedio de tres series

35 Como se muestra en la Tabla 1, los derivados de sulfato y sulfato de éter hechos de alcohol undecilénico son menos o mucho menos irritantes que sus análogos saturados basados en los resultados de la prueba. Todos los derivados insaturados probados son mucho menos irritantes en comparación con el control, Stepanol® WA-Extra PCK (laurilsulfato de sodio). Parece haber menos diferencia en el número de zeína entre el derivado insaturado y su análogo saturado cuando el grado de etoxilación es mayor.

40 Limpiadores de superficies duras: limpiacristales

ES 2 755 108 T3

Control: Stepanol WA-Extra® SLS (lauril sulfato de sodio, 1.0 g, producto de Stepan, 29.4% de activo) se combina con alcohol isopropílico (2.0 g) y se diluye a 100 ml con agua desionizada.

5 Formulación de prueba: la muestra de prueba (1.2 a 1.4 g) se combina con alcohol isopropílico (2.0 g) y se diluye a 100 ml con agua desionizada.

Materiales de prueba:

10 Sulfato de alcohol C₁₁ saturado, sal de Na, 21.2% de activos
 Sulfato de alcohol C₁₁ insaturado, sal de Na, 27.4% de activos
 Alcohol de C₁₁ saturado 3EO sulfato de etoxilato, sal de Na, 25.5% de activos
 Alcohol de C₁₁ insaturado 3EO sulfato de etoxilato, sal de Na, 25.4% de activos

Formulaciones:

15 A: Sulfato de Na saturado (1.4 g). Transparente, pH 4-5
 B: Sulfato de Na insaturado (1.1 g). Transparente, pH 9-10
 C: Sulfato de Na 3EO saturado (1.2 g). Transparente, pH 6-7
 20 D: Sulfato de Na 3EO insaturado (1.2 g). Transparente, pH 7-8

Método: Para claridad se evalúa la formulación de prueba; solo se evalúan formulaciones transparentes en la prueba de película baja/raja baja. La prueba mide la capacidad del limpiador para dejar una raja y una superficie sin película en un espejo de prueba. La fórmula de prueba se aplica a un espejo en una cantidad controlada y se limpia con un sustrato estándar de un lado a otro, dejando que el producto extendido se seque. Una vez secos, los espejos son evaluados y calificados por un panel de dos personas. Los resultados aparecen en la Tabla 2.

30 Como se muestra en la Tabla 2 (A versus B), la formulación basada en el sulfato de alcohol insaturado C₁₁, sal de sodio (formulación B) supera a la formulación A, que se basa en un sulfato de alcohol saturado C₁₁, sal de sodio en términos de un grado reducido de rayas.

35 Comparando las formulaciones C y D, tanto el sulfato 3EO de alcohol insaturado como la sal de sodio y su análogo saturado funcionan de manera similar y bien en la prueba. Ambos funcionan casi tan bien como el control en términos de un bajo grado de formación de películas y rayado y ambas funcionan mejor en comparación con las formulaciones de sulfato de alcohol (A y B).

Tabla 2. Rendimiento del limpiador de vidrio			
A versus B	Observaciones	Formación de película en el panel de espejo	Rayas en el panel de espejo
Control	transparente; sin película o raja	0%	0%
B- Sulfato de Na de alcohol C ₁₁ insaturado	Ligero rayado	0%	5%
A- Sulfato de Na de alcohol C ₁₁ saturado	Ligado inaceptable	0%	30%
Mejor de A y B	B		
C versus D	Observaciones	Formación de película en el panel de espejo	Rayas en el panel de espejo
Control	transparente; sin película ni rayas	0%	0%
D- Sulfato de Na 3EO de alcohol C ₁₁ insaturado	mínimo de manchas; casi igual a control	0%	1%
C- Sulfato de Na 3EO de alcohol C ₁₁ saturado	Muy poco rayado/manchado	0%	3%
Mejor de C y D	D		

Limpiadores de superficies duras: Desengrasantes acuosos

40 Esta prueba mide la capacidad de un producto de limpieza para eliminar una suciedad grasienta de un azulejo de vinilo blanco. La prueba está automatizada y utiliza un aparato de lavado de línea recta Gardner estándar de la industria. Se utiliza una cámara y una iluminación controlada para tomar un video en vivo del proceso de limpieza. La máquina utiliza una esponja humedecida con una cantidad conocida de producto de prueba. A medida que la máquina pasa la esponja por el azulejo sucio, el video registra el resultado, a partir del cual se puede determinar un

ES 2 755 108 T3

porcentaje de limpieza. Se realizan un total de 10 recorridos utilizando la formulación de prueba diluida 1:32 con agua, y la limpieza se calcula para cada uno de los recorridos 1-10 para proporcionar un perfil de la eficiencia de limpieza del producto.

5 Muestras de prueba:

Se prepara un limpiador neutro diluible para todo propósito a partir de éter de n-propilo de propilenglicol (4.0 g), butil carbitol (4.0 g), citrato de sodio (4.0 g), alcohol etoxilado Bio-Soft® EC-690 (1.0 g, producto de Stepan), muestra de prueba (1.1 a 1.4 g) y agua desionizada (a 100.0 g de solución). La muestra de control para la prueba aniónica reemplaza la muestra de prueba con Stepanol® WA-Extra PCK (lauril sulfato de sodio, Stepan, 1.0 g, 29.4% de activo).

Materiales de prueba:

- 15 Sulfato de alcohol C₁₁ saturado, sal de Na, 21.2% activos
 Sulfato de alcohol C₁₁ insaturado, sal de Na, 27.4% activos
 Sulfato etoxilado 3EO de alcohol C₁₁ insaturado, sal de Na, 25.5% activos
 Sulfato etoxilado 3EO de alcohol C₁₁ insaturado, sal de Na, 25.4% activos

20 Formulaciones:

- A: Sulfato de Na saturado (1.4 g). Transparente, pH 7.5
 B: Sulfato de Na insaturado (1.1 g). Transparente, pH 7.5
 C: Sulfato de Na 3EO saturado (1.2 g). Transparente, pH 7.4
 25 D: Sulfato de Na 3EO insaturado (1.2 g). Transparente, pH 7.5

Composición del suelo (del método Gardner ASTM D4488-95):

30 Los azulejos se ensucian con un medio en partículas (50 mg) y un medio oleoso (5 gotas). El medio en partículas está compuesto por (en partes en peso) hiperhumo (39), aceite de parafina (1), aceite de motor utilizado (1.5), cemento Portland (17.7), sílice (18), negro molacca (1.5), óxido de hierro (0.3), arcilla negra bandy (18), ácido esteárico (2) y ácido oleico (2). El medio de aceite está compuesto de queroseno (12), solvente Stoddard (12), aceite de parafina (1), aceite de motor SAE-10 (1), manteca Crisco®, producto de JM Smucker Co. (1), aceite de oliva (3), ácido linoleico (3) y escualeno (3).

35 Los resultados aparecen en la Tabla 3. Como se muestra en la tabla, todas las muestras de prueba funcionan igual al control dentro de los límites del método de prueba.

Tabla 3. Prueba de lavabilidad en línea recta de Gardner						
	% promedio de limpieza después de 2, 4, 6, 8 o 10 pasadas					Clasificación
	2	4	6	8	10	
WA-Extra (sulfato de Na C ₁₂ saturado)	91.3	93.6	93.2	94.1	95.4	Control
Sulfato de Na de alcohol C ₁₁ insaturado	92.5	94.4	94.9	95.2	96.2	Igual
Sulfato de Na de alcohol C ₁₁ saturado	91.4	94.5	96.4	98.2	97.5	Igual
Sulfato de Na 3EO C ₁₁ insaturado	94.0	97.4	99.1	96.5	100	Igual
Sulfato de Na 3EO C ₁₁ saturado	97.5	98.9	98.9	99.3	100	Igual

40 Pruebas de formulación de herbicidas solubles en agua

Los candidatos surfactantes para aplicaciones de herbicidas solubles en agua se examinan como un reemplazo para la porción de mezcla aniónica, no iónica o aniónica/no iónica y se comparan con un estándar adyuvante industrial conocido para uso en paraquat, una formulación concentrada de herbicida soluble en agua. Se realiza una prueba de dilución estándar mediante la cual los concentrados se diluyen en agua para determinar si la solubilidad está completa.

Control: Se agrega paraquat (9.13 g de 43.8% de material activo) a un frasco de vidrio de 20 ml. Se agrega un adyuvante de paraquat conocido de la industria (2.8 g) y se mezcla vigorosamente durante 30 s. Se agrega agua desionizada (8.07 g), y la mezcla se reanuda durante 30 s. Se añaden 342 ppm de agua estándar (47.5 ml) a un cilindro Nessler de 50 ml, que se tapa y equilibra en un baño de agua a 30°C. Una vez que el agua de prueba se equilibra, el paraquat formulado (2.5 ml) se agrega con una pipeta al cilindro. El cilindro está tapado e invertido diez veces. La solubilidad se registra como completa o incompleta. Se deja reposar los cilindros y se registra la cantidad

ES 2 755 108 T3

(en ml) y el tipo de separación después de 30 min., 1 h, 2 h y 24 h. Los resultados de las pruebas de solubilidad aparecen en la Tabla 4 a continuación.

5 Muestra de prueba aniónica: Se agrega paraquat (4.57 g de 43.8% de material activo) a un frasco de vidrio de 20 ml. Se agrega un surfactante de etoxilato de alquilfenol de ocho a diez moles (0.7 g) y se mezcla vigorosamente durante 30 s. Se agrega la muestra de prueba (0.7 g) y se reanuda la mezcla durante 30 s. Se agrega agua desionizada (4.03 g), y la mezcla se reanuda durante 30 s. Se agrega una muestra de 2.5 ml del paraquat formulado a 47.5 ml de agua de dureza de 342 ppm, y la prueba continúa como se describió anteriormente para la muestra de control.

10 Muestra de prueba no iónica: Se agrega paraquat (4.57 g de 43.8% de material activo) a un frasco de vidrio de 20 ml. Se agrega una muestra de prueba (0.7 g) y se mezcla vigorosamente durante 30 s. Se agrega sulfonato de alquilbenceno lineal de sodio ("NaLAS", 0.7 g) y se reanuda la mezcla durante 30 s. Se agrega agua desionizada (4.03 g), y la mezcla se reanuda durante 30 s. Se agrega una muestra de 2.5 ml del paraquat formulado a 47.5 ml de agua de dureza de 342 ppm, y la prueba continúa como se describió anteriormente para la muestra de control.

15 Muestra de prueba adyuvante (aniónico/no iónico): Se agrega paraquat (4.57 g de 43.8% de material activo) a un frasco de vidrio de 20 ml. Se agrega la muestra de prueba (1.4 g) y se mezcla vigorosamente durante 30 s. Se agrega agua desionizada (4.03 g), y la mezcla se reanuda durante 30 s. Se agrega una muestra de 2.5 ml del paraquat formulado a 47.5 ml de agua de dureza de 342 ppm, y la prueba continúa como se describió anteriormente para la muestra de control.

Materiales de prueba:

25 Sulfato de alcohol C₁₁ saturado, sal de Na, 21.2% de activos
 Sulfato de alcohol C₁₁ insaturado, sal de Na, 27.4% de activos
 Sulfato de etoxilado 1EO de alcohol C₁₁ saturado, sal de Na, 26.2% de activos
 Sulfato de etoxilado 1EO de alcohol C₁₁ insaturado, sal de Na, 26.9% de activos
 Sulfato de etoxilado 1EO de alcohol C₁₁ saturado, sal de NH₄, 97.5% de activos
 Sulfato de etoxilado 1EO de alcohol C₁₁ insaturado, sal de NH₄, 95.5% de activos
 30 Sulfato etoxilado 3EO de alcohol C₁₁ saturado, sal de Na, 25.5% de activos
 Sulfato etoxilado 3EO de alcohol C₁₁ insaturado, sal de Na, 25.4% de activos

35 Criterios para la solubilidad de la emulsión: las muestras de prueba deben ser tan buenas o mejores que el control sin separación después de una hora. Todas las formulaciones probadas funcionan bien en comparación con los controles, particularmente cuando el derivado de alcohol C₁₁ saturado o insaturado se utiliza para reemplazar la porción aniónica de la formulación (conjunto izquierdo de columnas en la Tabla 4). En general, no se observa una diferencia significativa entre los derivados de alcohol C₁₁ insaturados y sus homólogos saturados en esta prueba. Los resultados aparecen en la Tabla 4.

Tabla 4: Formulación de herbicida soluble en agua: Estabilidad de la emulsión, separación de ml											
muestra de prueba	Aniónico			No iónico			Adyuvante			Calificación	
	sol	1 h	24 h	sol	1 h	24 h	sol	1 h	24 h		
Sulfato de Na insaturado	S	0	0	I	0.2 5	0.4	D	0	0.25	bueno	
Sulfato de Na saturado	S	0	0	I	0.2	0.3	I	0.2	0.4	bueno	
Sulfato de Na 1EO insaturado	S	0	0	D	0.2	0.25	D	0	0.5	bueno	
Sulfato de Na 1EO saturado	S	0	0	D	0.2	0.5	D	0	0.2	bueno	
Sulfato de Na 3EO insaturado	S	0	0	D	0.2	0.5	D	0	Tr	bueno	
Sulfato de Na 3EO saturado	S	0	0	D	0.1	0.5	D	0	Tr	bueno	
Sulfato de NH ₄ 1EO insaturado	S	0	0	D	0	Tr	S	0	0	bueno	
Sulfato de NH ₄ 1EO saturado	S	0	0	S	0	0	S	0	0	bueno	
D = dispersable; S = soluble; I = insoluble; Tr = traza											
Resultado del control: Solubilidad: D; 1 h: 0 ml; 24 h: 0.2											

Cribado de dispersantes agrícolas:

5 El potencial de una composición para uso como dispersante agrícola se evalúa por su rendimiento con cinco ingredientes activos de pesticidas típicos: atrazina, clorotalonil, diurón, imidacloprid y tebuconazol. El rendimiento de cada muestra de dispersante se evalúa en comparación con dos dispersantes Stepsperse® estándar: DF-200 y DF-500 (productos de Stepan Company).

10 Se prepara una muestra de cribado como se muestra a continuación para cada activo. Los agentes humectantes, arcillas y diversos aditivos se incluyen o excluyen del proceso de cribado según sea necesario. El porcentaje en peso de pesticida ("material técnico") en la formulación depende del nivel activo deseado del producto final. El nivel activo elegido es similar a otros productos en el mercado. Si se trata de un nuevo ingrediente activo, se utiliza el nivel activo más alto.

15 Las muestras se evalúan en aguas de dureza variable, en este caso 342 ppm y 1000 ppm. Las evaluaciones iniciales se realizan a temperatura ambiente. Se pueden evaluar otras temperaturas según se desee. El agua de 342 ppm se prepara al disolver cloruro de calcio anhidro (0.304 g) y hexahidrato de cloruro de magnesio (0.139 g) en agua desionizada y diluir a 1 L. Las 1000 ppm de agua se preparan de manera similar utilizando 0.89 g de cloruro de calcio y 0.40 g de hexahidrato de cloruro de magnesio.

20 El material técnico (60-92.5% en peso), agente humectante aniónico (0.5-1.0% en peso), sílice (0.5-1.0% en peso) y arcilla (balance) se mezclan en un recipiente adecuado. La mezcla se muele a un tamaño de partícula de al menos un d(90) de <20 µ utilizando un martillo y molinos de aire/chorro según sea necesario. Se agrega dispersante de prueba (0.1 g) al agua de prueba (50 ml) en un vaso de precipitados y se agita 1-2 minutos. El polvo molido que contiene el material técnico (1.0 g) se agrega a la solución dispersante y se agita hasta que todo el polvo esté húmedo (2-5 min.). La mezcla se transfiere a un cilindro de 100 ml utilizando agua de prueba adicional para enjuagar el vaso de precipitados y luego se diluye a volumen. El cilindro se tapa e invierte diez veces, luego se deja reposar. La inspección visual se realiza a t = 0.5, 1.0, 2.0 y 24 horas, y se registra la cantidad de sedimento observado (en ml). Traza de sedimento = "Tr" (véase Tabla 5).

30 Los resultados aparecen en la Tabla 5. Como se muestra en la tabla, tanto el sulfato de etoxilato 1EO de alcohol C₁₁ insaturado, la sal de sodio y su análogo saturado funcionan igual que los controles en esta prueba.

Tabla 5. Pruebas de dispersantes agrícolas: agente humectante aniónico					
Resultados de sedimentación a 1 h; 24 h (ml)					
	agua de prueba, ppm	DF-200	DF-500	Sulfato de sodio 1EO insaturado	Sulfato de sodio 1EO saturado
Diurón	342	1; 2	0.5; 1-1.5	0.5; 1	0.5; 1
	1000	1; 2-2.5	0.5-0.75; 2	1, 2	1, 2 (grupo)
Clorotalonil	342	0.25; 1-1.25	0.25; 1-1.25	Tr.; 1	0.5; 1
	1000	0.25-0.5; 1.25-1.5	2; 3	0.5; 1	0.5; 2
Imidacloprid	342	Tr; 1-1.5	0.5-1; 2	3, 4	1; 2
	1000	Tr; 1-1.5	0.5-1; 2-2.5	3, 3	2.5, 2 (grupo)
Tebuconazol	342	Tr; 1.25	Tr; 1.5	Tr.; 2	Tr.; 0.5
	1000	Tr; 3	Tr; 3	agrupado	5, 3 (grupo)
Atrazina	342	Tr-0.25; 1-1.5	0.5; 1	Tr.; 1	Tr.; 1
	1000	Tr-0.25; 1-1.5	6; 3	0.5; 1	0.5; 1
Clasificación		control	control	igual	igual

35

Tabla 6. Comparación de derivados de C ₁₁ monoinsaturados de versus Análogos saturados: Región de fase estimada en función del % de activos Nivel ¹
--

ES 2 755 108 T3

	Transparente Isotrópico	Lamelar	Hexagonal	Cúbico	Sólido/isotrópico	Sólido/goma/pasta
Sulfato de Na insaturado	0-68					68-100
sulfato de sodio saturado	0-33		33-43			43-100
Sulfato de Na 1EO insaturado	0-64				64-74	74-100
Sulfato de Na 1EO saturado	0-36	58-72	36-58			72-100
Sulfato de NH ₄ 1EO insaturado	0-31	58-91	31-58			91-100
Sulfato de NH ₄ 1EO saturado	0-26	67-85	26-58	58-67		85-100
Sulfato de Na 3EO insaturado	0-70				70-80	80-100
Sulfato de Na 3EO saturado	0-33	58-82	33-58			82-100
Etoxilado 7EO insaturado	0-38, 57-98 ²		38-57			
Etoxilado 7EO saturado	0-34, 78-98 ²	63-78	34-63			
¹ Todos los exámenes de microscopía se realizan a temperatura ambiente (20-22°C). Los límites de fase son estimaciones. ² A -98-100% de activos, se obtiene un líquido bifásico.						

Estudio de comportamiento de fase de surfactante:

5 El comportamiento de fase se observa utilizando un microscopio de polarización cruzada Olympus BH-2 a 100-400X y temperatura ambiente (20°C a 22°C). Los derivados de alcohol C₁₁ monoinsaturados (sulfatos, sulfatos de etoxilato y etoxilatos de alcohol) se comparan con sus análogos saturados.

10 Las muestras se preparan al diluir el producto más concentrado gradualmente con agua desionizada. Cuando la concentración de surfactante se aproxima a una transición de fase, la concentración se varía a intervalos de 2-4% para estimar el límite de fase. El nivel activo informado en la Tabla 6 para cada límite de fase está dentro del ± 5% del límite verdadero.

15 Las muestras se cargan entre un portaobjetos de microscopio y un cubreobjetos y se dejan equilibrar antes de la observación. La textura microscópica se analiza y se utiliza para determinar la fase. Para algunas muestras, se utiliza un reómetro AR 2000 (TA Instruments) para medir la viscosidad a 25°C para verificar aún más el comportamiento de la fase.

20 A bajas concentraciones de surfactante, generalmente predominan las micelas orientadas al azar (esferas o cilindros), dando como resultado un líquido transparente o isotrópico. A medida que aumenta la concentración, las micelas cilíndricas pueden organizarse en fases hexagonales o cúbicas, las cuales tienen viscosidades muy altas

(10-50 Pa · s (10-50K cP) a 25°C para la fase hexagonal, más altas para la fase cúbica) Por lo tanto, en las fases hexagonal y cúbica, el surfactante es difícil de procesar o formular. Aumentar más la concentración de surfactante puede generar una fase laminar, donde las bicapas micelares están separadas por agua. Debido a que la fase laminar es bombeable (1-15 Pa · s (1-15K cP) a 25°C), se pueden producir composiciones que tienen altos niveles de surfactantes activos. Una concentración adicional del surfactante puede conducir a micelas inversas, en algunos casos generando una mezcla isotrópica. En resumen, el comportamiento de fase es importante para la fabricación, procesamiento, transporte y formulación de composiciones que contienen surfactantes.

Una muestra ideal es isotrópica y transparente en todo el rango de niveles activos con baja viscosidad, ya que es más probable que esto evite cualquier problema de procesamiento relacionado con la gelificación o precipitación durante la formulación. Una fase laminar también se considera favorable para el procesamiento y el transporte. Las fases de gel menos favorables incluyen cúbica, hexagonal y sólida/goma/pasta. Todas las muestras analizadas tenían al menos un componente gel/sólido. La presencia de estas fases en un nivel activo particular sugiere que el procesamiento en o cerca de ese nivel activo será muy difícil.

Como se muestra en la Tabla 6, varios de los derivados de C₁₁ insaturados, en particular las sales de sodio de sulfato de alcohol y las sales de sodio de sulfato de éter de alcohol, tienen fases transparentes isotrópicas a niveles activos de 0 a 60 o 70% en peso. Esto sugiere que estos surfactantes tendrán una amplia latitud para formular a niveles activos relativamente altos. Cuando se compara con sus análogos saturados, los derivados de C₁₁ insaturados demuestran inesperadamente un comportamiento de fase favorable (combinación de fases isotrópicas claras y lamelares) en un rango mucho más amplio de niveles activos. Los resultados indican que los derivados insaturados serán más fáciles de procesar que los análogos saturados en productos intermedios o aplicaciones de uso final completamente formuladas.

Estudio de sinergia: Combinación de derivados con surfactante catiónico

Las mezclas de surfactantes probados se preparan en una relación molar 1:1 sin ningún ajuste de pH. Las diluciones se realizan utilizando agua desionizada hasta el nivel de activos deseado. Las cantidades activas son en % en peso a menos que se indique lo contrario. Las apariencias se informan a temperatura ambiente para las muestras preparadas en las últimas 24 h.

La tensión interfacial (IFT) de todos los componentes individuales y sus mezclas se mide a 0.1% en peso activo contra aceite mineral ligero a temperatura ambiente utilizando un tensiómetro de gota pendiente Kruss DSA-20. La gota se expulsa a 600 µl/min., y se graba un video durante 100 s. Los cuadros de video tomados durante los últimos 15 s son analizados y utilizados para el cálculo de IFT.

Para las mezclas que tienen un IFT inferior a 0.5 mN/m, el IFT se determina utilizando un tensiómetro de gota giratoria (University of Texas 500) a 25°C. La densidad del aceite = 0.877 g/cm³ y la densidad del surfactante = 0.997 g/cm³ se utilizan para el cálculo de IFT.

El IFT esperado para una mezcla se calcula en base a la mezcla ideal (no sinérgica) utilizando el componente activo en cada mezcla. La ecuación utilizada se da como:

$$\text{IFT esperado} = X \cdot \text{IFT}_a + (1-X) \cdot \text{IFT}_b$$

en la que X es el % de activo del componente A, IFT_a es el IFT del componente A e IFT_b es el IFT del componente B. Si el IFT medido para una mezcla es menor que el IFT esperado, entonces la mezcla es sinérgica. Si el IFT medido para una mezcla es mayor que el IFT esperado, el sistema es antagónico.

Como se muestra en la Tabla 7, el sulfato de alcohol C₁₁ insaturado, sal de sodio, cuando se combina con Ammonyx® Cetac 30, exhibe una sinergia muy alta y un carácter de solubilidad mejorado en comparación con el análogo saturado. Las tablas 8-10 confirman que la mejora de la solubilidad de los derivados insaturados es una tendencia general. En general, los derivados insaturados muestran un alto nivel de sinergia, es decir, tanto o más que los análogos saturados.

Tabla 7. Mezclas de sulfato de Na C₁₁ insaturado o saturado con surfactantes catiónicos

Muestra	aniónico	aniónico	catiónico
Tipo			
Nombre	Sulfato de Na C ₁₁ insaturado	Sulfato de Na C ₁₁ saturado	Ammonyx® Cetac 30 (cetrimonio Cl)
aniónico: catiónico (molar)	1:1	1:1	
Apariencia, 1.0%	líquido homogéneo, turbio	separados	líquido transparente.
Apariencia 0.1%	líquido ligeramente turbio	separados	líquido transparente.
IFT en 0.1% de activos (componente individual)	5.95	16.34	0.35

IFT a 0.1% de activos/ aceite mineral (mezcla)	0.17	2.67	
IFT calculado (sin sinergia)	3.16	8.35	
Sinergia?	muy por	encima del promedio	
Solubilidad	buenas	pobre	

Tabla 8. Mezclas de sulfato de Na 1EO C ₁₁ insaturado o saturado con surfactantes catiónicos			
Muestra			
Tipo	aniónico	aniónico	catiónico
Nombre	Sulfato de Na 1EO C ₁₁ insaturado	Sulfato de Na 1EO C ₁₁ saturado	Ammonyx® Cetac 30 (cetrimonio Cl)
aniónico: catiónico (molar)	1: 1	1: 1	
Apariencia, 1.0%	separados	separados	líquido transparente.
Apariencia 0.1%	líquido ligeramente turbio	líquido turbio	líquido transparente.
IFTa 0.1% de activos (componente individual)	6.18	12.52	0.35
IFT a 0.1% de activos/aceite mineral (mezcla)	0.13	0.23	
IFT calculado (sin sinergia)	3.27	6.44	
Sinergia?	muy alto	muy alto	
Solubilidad	buenas	regular-pobre	

Tabla 9. Mezclas de Sulfato de NH ₄ 1EO C ₁₁ insaturados o saturados con Surfactantes catiónicos			
Muestra			
Tipo	aniónico	aniónico	catiónico
Nombre	Sulfato de NH ₄ 1EO C ₁₁ insaturado	Sulfato de NH ₄ 1EO C ₁₁ saturado	Ammonyx® Cetac 30 (cetrimonio Cl)
aniónico: catiónico (molar)	1:1	1:1	
Apariencia, 1.0%	líquido homogéneo, turbio	separados	líquido transparente.
Apariencia 0.1%	líquido ligeramente turbio	separados	líquido transparente.
IFTa 0.1% de activos (componente individual)	17.22	12.40	0.38
IFT a 0.1% de activos/aceite mineral (mezcla)	0.60	0.85	
IFT calculado (sin sinergia)	8.8	6.2	
Sinergia?	Muy alta	Alta	
Solubilidad	Buena	Regular-pobre	

Tabla 10. Mezclas de Sulfato de Na 3EO C ₁₁ insaturados o saturados con Surfactantes catiónicos			
Muestra			
Tipo	aniónico	aniónico	catiónico
Nombre	Sulfato de Na 3EO C ₁₁ insaturado	Sulfato de Na 3EO C ₁₁ saturado	Ammonyx® Cetac 30 (cetrimonio Cl)
aniónico: catiónico (molar)	1:1	1:1	
Apariencia, 1.0%	líquido turbio	separados	líquido transparente.
Apariencia, 0.1%	líquido ligeramente turbio	líquido turbio	líquido transparente.
IFT a 0.1% de activos (componente único)	5.10	8.80	0.35
FT a 0.1% de activos/aceite mineral (mezcla)	0.17	0.03	
IFT calculado (sin sinergia)	2.73	4.58	
Sinergia?	Alta	Muy alta	
Solubilidad	Buena	regular-pobre	

5 Los ejemplos anteriores se entienden solo como ilustraciones; las siguientes reivindicaciones definen la invención.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de surfactante que comprende agua y 1 a 99% en peso de un surfactante que comprende:
 - 5 (a) 40 a 60% en peso de un sulfato de alcohol primario C₁₁ monoinsaturado; y
 - (b) 40 a 60% en peso de un sulfato de alcohol primario C₁₁ de hidroxialquilo secundario; en la que (a) y (b) se derivan de alcohol undecilénico.
- 10 2. La composición de la reivindicación 1 en la que el surfactante comprende adicionalmente 0.1 a 20% en peso de productos sulfonados.
3. La composición de la reivindicación 1 elaborada al sulfatar alcohol undecilénico con trióxido de azufre en un reactor de película descendente, seguida por neutralización.
- 15 4. La composición de la reivindicación 1 tiene una fase isotrópica clara a cualquier nivel activo hasta 60% en peso de activos.
5. Un herbicida soluble en agua o un dispersante agrícola que comprende la composición de la reivindicación 1.
- 20 6. Un limpiador de superficies duras o un limpiacristales que comprende la composición de la reivindicación 1.
7. Una mezcla que comprende un surfactante catiónico y la composición de la reivindicación 1.
- 25 8. Un proceso que comprende hacer reaccionar una composición que comprende alcohol undecilénico con trióxido de azufre en un reactor de película descendente, seguida por neutralización para producir un surfactante que comprende:
 - (a) 40 a 60% en peso de un sulfato de alcohol primario C₁₁ monoinsaturado; y
 - (b) 40 a 60% en peso de un sulfato de alcohol primario C₁₁ de hidroxialquilo secundario.