

FOLHA DO RESUMO

Modalidade e n.º (11)	T D	Data do pedido: (22)	Classificação Internacional (51)
0.1.nº101.100 Z		1992/11/27	
Requerente (71): THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, norte-americana, com sede em One Procter & Gamble Plaza, Cincinnati, Ohio 45202, Estados Unidos da América.			
Inventores (72): Vajih Aslam Khan; Barbara Kay Williams; Michael Timothy Creedon e Keith Homer Baker, todos residentes nos Estados Unidos da América.			
Reivindicação de prioridade(s) (30)			Figura (para interpretação do resumo)
Data do pedido	País de Origem	N.º de pedido	
Epígrafe: (54) PROCESSO PARA MELHORAR A COLORAÇÃO DE SURFACTANTES SULFATADOS OU SULFONATADOS, SEM BRANQUEAMENTO			
Resumo: (máx. 150 palavras) (57) Descreve-se um processo para melhorar as composições surfactantes sulf(on)atadas que apresentem uma coloração escura, e particularmente as composições de alquilo éster de alfa-sulfo ácido gordo, sem necessidade de branqueamento. O processo inclui os passos de (1) formar uma solução de um surfactante sulf(on)atado contendo impurezas de cor escura, num solvente apropriado e (2) separar as impurezas de cor escura da solução. São preferencialmente utilizados os metil éster sulfonatos e o solvente metanol. O tratamento da solução com um adsorvente, de preferência carvão activado, melhora a separação das impurezas escuras. O surfactante é então recuperado a partir da solução através de processos conhecidos, por exemplo, precipitação do surfactante e/ou evaporação do solvente. Após ser processado de acordo com a invenção o surfactante sulf(on)atado apresenta melhorias na cor, odor, e propriedades físicas.			

NÃO PREENCHER AS ZONAS SOMBRADAS

E. MAR 1993

1 " PROCESSO PARA MELHORAR A COLORAÇÃO DE SURFACTANTES SULFATADOS OU  
SULFONATADOS, SEM BRANQUEAMENTO "

5 CAMPO DA INVENÇÃO

10 A invenção destina-se a melhorar a cor de composições  
surfactantes sulfatadas ou sulfonatadas, particularmente as  
composições de alquilo éster de alfa-sulfo ácido gordo, sem  
necessidade de branqueamento.

15 ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

20 O fabrico de sais de metais alcalinos de  
alquilo ésteres de alfa-sulfo ácidos gordos (de aqui em  
diante referidos como "sulfonatos de éster") através da  
neutralização de ésteres de ácido gordo e ácido sulfónico  
com solução cáustica aquosa é bem conhecido. Estes sulfona-  
tos de éster são utilizados predominantemente como surfac-  
tantes em agentes e produtos de lavagem e de limpeza.

25 Os processos conhecidos para a produção  
destes sulfonatos de éster com bom rendimento têm como  
inconviniente a formação de impurezas de coloração escura.  
Os ácidos éster sulfónicos, dos quais derivam os sulfonatos  
de éster, são obtidos por sulfonação de ésteres de ácidos  
gordos ou, de um modo menos preferencial, através da sulfo-  
nação e esterificação de ácidos gordos. Com o objectivo de  
30 utilizar agentes sulfonatante em excesso em combinação com  
maiores tempos de processamento e/ou temperaturas mais  
elevadas. Estas condições podem ter como resultado reacções  
secundárias indesejáveis incluindo a formação de impurezas  
de cor escura. Exemplos destes processos de sulfonação são

CE. MAR 1993

1 descritos na Patente dos Estados Unidos da América nº. 3  
485 856 e no " The Journal of the American Orl Chemical So-  
ciety", 52 (1975), páginas 323-329.

5 Por razões estéticas e outras, as composi-  
ções de sulfonato de éster com cor escura não são adequadas  
para utilização directa nos agentes ou produtos de lavagem  
e limpeza. Deste modo, os produtos de sulfonato de ester de  
cor escura têm sido até ao presente sujeitos a um branquea-  
10 mento para aclarar a sua cor. Tipicamente os produtos de  
cor escura são tratados com um agente aquoso de branquea-  
mento, tal como peróxido de hidrogénio ou hipoclorito antes  
e/ou após neutralização. Estes processos de branqueamento  
são descritos nas Patentes dos Estados Unidos da América  
nºs. 3 159 657; 3 452 064; 4 547 318 e 4 617 900.

15 Têm sido reconhecidos certos problemas  
inerentes ao produto de branqueamento, particularmente  
dificuldades de manuseamento e hidrólise do grupo éster.  
Até ao momento, tem-se lidado com estes problemas através  
da optimização do processo de branqueamento por si, ou  
através da modificação do processo de sulfonação do éster  
20 para se alcançar um sulfonato de éster com menos cor, que  
permitam a utilização de condições de branqueamento mais  
suaves. Estes processos são descritos na Patentes dos  
Estados Unidos da América nº. 3 997 576; 4 080 372;  
4 547 318 e 4 6177 900. Contudo, nenhuma destas referências  
25 apresenta um processo para a preparação de surfactante de  
sulfonato de éster que seja completamente satisfatório.

Foi agora descoberto um método para melhorar  
a cor das composições, sem necessidade de efectuar um  
branqueamento. Mais especificamente, foi descoberto que as  
30 impurezas de cor escura podem ser separadas através de  
métodos de separação conhecidos, a partir de uma solução  
contendo o sulfonato de éster substancialmente dissolvido  
num solvente adequado. A separação das impurezas de cor  
escura a partir da solução pode ser melhorada com um mate-

35

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

U. MAR 1973

1 rial absorvente. Após a remoção das impurezas de cor escura  
o sulfonato de éster pode ser recuperado a partir do sol-  
vente para dar origem a um produto com uma cor melhor, isto  
é, com uma cor mais clara. O processo dá também origem a um  
5 surfactante de sulfonato de éster particulado, com melhores  
propriedades físicas, em relação ao obtido através da  
secagem do surfactante a partir de pastas aquosas bem assim  
como melhora o aroma do surfactante.

O processo da invenção pode também ser  
aplicado a outros surfactantes sulfatados ou sulfonatados  
10 cuja preparação possa ter como resultado a formação de  
impurezas de cor escura durante e/ou após a reacção de  
sulfonação ou sulfatação. Estes surfactantes incluem mas  
não se limitam a, alquilbenzenosulfonatos, sulfonatos de  
alcanos lineares, sulfonatos de alfa-olefinas, sulfatos de  
15 Alcool gordo (isto é, alquil sulfatos) e sulfatos de alquil  
éter.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

20 A presente invenção envolve um novo processo  
para melhorar a cor de uma composição sulfonatada ou sulfa-  
tada (de aqui em diante referida como sulf(on)atada), sendo  
a referida composição surfactante constituída por:

- 25 1) Um surfactante sulf(on)atado de preferênci  
selecionado entre o grupo constituído por  
alquilbenzeno sulfonatos, sulfonatos de  
alcanos lineares, sulfonatos de alfa-olefi-  
nas, sulfonatos de éster, sulfatos de álcool  
gordo, sulfatos de alquil éter e suas mistu-  
30 ras; e
- ii) impurezas de cor escura formadas durante a  
preparação do referido surfactante sulf(on)a-  
tado;  
sendo o referido processo constituído pelos

35

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

15 MAR 1993

passos de:

- 1           1) formação de uma solução contendo:
  - 5           (a) a referida composição surfactante constituída pelo referido surfactante sulf(on)atado e pelas referidas impurezas de cor escura; e
  - 10          (b) um solvente adequado de preferência um álcool C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, em quantidade suficiente para dissolver substancialmente o referido surfactante sulf(on)atado;
- 15          2) separação das referidas impurezas de cor escura a partir da solução referida; seguida de
- 20          3) recuperação do referido surfactante sulf(on)atado a partir da referida solução

tendo-se que neste processo a quantidade de água presente na referida solução no passo (1) deve ser suficientemente baixa para evitar a interferir com uma separação eficiente das impurezas de cor escura da referida solução.

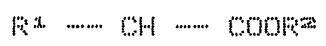
Esta invenção é particularmente significativa para melhorar a cor de composições de sulfonato de éster, uma vez que foram descobertos métodos para obter os outros surfactantes sulf(on)atados com reduzidos teores de impurezas escuras. A apresentação que se segue é portanto direccionada para o melhoramento da cor das composições de sulfonato de éster.

**DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO**

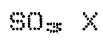
As composições de sulfonato de éster cuja cor é melhorada através desta invenção consistem num sulfonato de éster com a formula genérica preferencial (I)

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

15 MAR 1997



(I)



na qual R<sup>1</sup> representa uma cadeia alquilo linear ou ramificada C<sub>4</sub>-C<sub>22</sub>, R<sup>2</sup> representa um alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, e X representa um catião que forma um sal solúvel em água.

São particularmente úteis os sulfonatos de éster nos quais R<sup>2</sup> é o grupo -CH<sub>3</sub>, isto é, os metil éster sulfonatos, e mais particularmente os metil éster sulfonatos em que R<sup>1</sup> é C<sub>10</sub>-C<sub>14</sub>.

O catião X é obtido a partir do agente usado para neutralizar o ácido de éster sulfônico para formar o sulfonato de éster. Os catiões X adequados são catiões monovalentes, incluindo metais alcalinos tais como o sódio, potássio, e lítio; amônia substituída ou não; e catiões derivados de alcanolaminas de baixo peso molecular, por exemplo, monoetanolamina, dietanol amina, e trietanolamina; e suas misturas. Os catiões particularmente adequados são o sódio, potássio e lítio e os derivados das alcanolaminas de reduzido peso molecular. É contemplado que o agente de neutralização possa também fornecer um catião com um número de valência superior a um, por exemplo, metais alcalino terrosos tais como magnésio e cálcio. Neste caso, a fórmula genérica (I) seria modificada para reflectir o número mais elevado de moles de ácido éster sulfônico associado ao catião na forma de sal (de sulfonato de éster), sendo esse número igual ao número de valência do catião.

Os ácidos éster sulfônicos, a partir dos quais se preparam os sulfonatos de éster, podem ser obtidos por sulfonação seguida de esterificação de ácidos gordos naturais ou sintéticos, ou por sulfonação de ésteres de ácidos gordos sintéticos. Por razões comerciais, os ácidos éster sulfônicos são de preferência preparados por sulfonação de ésteres de ácidos gordos.

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

17 MAR 1993

1 Exemplos de ésteres de ácidos gordos adequa-  
dos incluem, mas não se limitam a, metil laurato, etil  
laurato, propil laurato, metil palmitato, etil palmitato,  
metil estearato, etil estearato, éster de ácido gordo de  
5 sebo metil hidrogenado, éster de ácido gordo de sebo etil  
hidrogenado, éster de ácido gordo de coco metil hidrogena-  
do, éster de ácido gordo de coco etil hidrogenado, éster de  
ácido gordo de palma metil hidrogenado, e suas misturas.  
São preferidos os metil ésteres de ácido gordo de sebo  
hidrogenado, metil ésteres de ácido gordo de óleo de palma  
10 hidrogenado, metil ésteres de ácido gordo de óleo de coco  
hidrogenado, e suas misturas.

Os ésteres de ácido gordo podem ser sulfona-  
tados para se transformarem nos ésteres de ácido sulfogordo  
através de processos conhecidos, por exemplo por sulfonação  
15 e camada fina ou em tratamentos sucessivos. Os agentes de  
sulfonação adequados incluem  $\text{SO}_2$  anidro,  $\text{SO}_2$  diluído com  
azoto ou ar seco, e agentes semelhantes. Como exemplo, os  
ésteres lineares de ácidos carboxílicos  $\text{C}_8$ - $\text{C}_{20}$  podem ser  
sulfonatados com  $\text{SO}_2$  gasoso de acordo com o "The Journal of  
20 the American Oil Chemists Society", 52 (1975), páginas 323-  
329.

A sulfonação dos ácidos gordos ou dos éster-  
res de ácido gordo pode resultar na formação de impurezas  
de cor escura no produto ácido de éster sulfônico. A neu-  
25 tralização do ácido éster sulfônico com um agente que  
fornece o catião X solúvel em água tem como resultado um  
sulfonato de éster contendo impurezas de cor escura, de  
acordo com a presente invenção, estas impurezas de cor  
escura podem ser separadas do sulfonato de éster de modo a  
30 obter-se um produto com uma cor significativamente mais  
clara.

O produto inclui o passo de formação de uma  
solução com o produto escuro de sulfonato de éster num  
solvente adequado. Os solventes adequados incluem todos os

35

CE. MAR 1997

capazes de dissolver de um modo substancial o sulfonato de  
1 éster sobn condições de temperatura e pressão apropriadas.  
Podem ser utilizadas misturas de solventes desde que a  
mistura seja capaz de dissolver de um modo substancial o  
sulfonato de éster sob condições de processo apropriadas.  
5 São solventes particularmente adequados para processar os  
sulfonatos de éster os alcoois C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> e os seus ésteres de  
reduzido peso molecular. De preferência são utilizados os  
alcoois C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, e portanto o processo é seguidamente descri-  
to em termos de alcoois de reduzido peso molecular a serem  
10 utilizados como solvente. Contudo, é contemplado que qual-  
quer solvente como descrito genéricamente acima pode ser  
usado no processo. Utiliza-se de preferência metanol,  
etanol e suas misturas, sendo o metanol o solvente mais  
preferencial.

15 é necessário que esteja presente suficiente  
álcool de reduzido peso molecular, numa quantidade relativa  
ao sulfonato de éster, de modo a solubilizar o sulfonato de  
éster a temperaturas e pressões de processamento que sejam  
práticas. Por melhores resultados, as concentrações e  
20 condições de processo são seleccionadas para dissolver de  
um modo substancial, e preferencialmente para dissolver  
totalmente o sulfonato de éster antes da separação das  
impurezas de cor escura. A selecção das condições de solu-  
bilização adequadas é considerada como estando dentro das  
25 capacidades de alguém minimamente experiente neste campo.  
Contudo, a razão mássica entre o álcool de reduzido peso  
molecular e o sulfonato de éster encontrar-se-à geralmente  
entre cerca de 10:1 e 0,75:1 a temperaturas entre cerca de  
100C e cerca de 1100C, e preferencialmente entre 5:1 e  
30 0,75:1, e mais preferencialmente ainda entre 3:1 e 0,75:1,  
sendo ainda mais preferentemente entre 2:1 e 1:1. Podem ser  
utilizadas razões mais elevadas entre o álcool de reduzido  
peso molecular e o sulfonato de éster (razões superiores a  
10:1), mas provavelmente não serão eficientes. A quantidade

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

35

W. King  
15 MAR 1993

1 de álcool reduzido do peso molecular necessária para solu-  
bilizar o sulfonato de éster pode ser adicionada em qual-  
quer um ou em todos os pontos anteriores, durante ou após a  
neutralização do ácido de éster sulfônico para formar o  
5 sulfonato de éster, aqui mais profundamente discutido. Com  
vantagem, algum ou todo o álcool de reduzido peso molecular  
é adicionado durante a neutralização, de preferência prati-  
camente todo o álcool de reduzido peso molecular é adicio-  
nado durante o passo de neutralização.

10 A quantidade de água na solução tem que ser  
suficientemente reduzida para evitar interferir com a  
separação eficiente das impurezas de cor escura a partir da  
solução. Sem se pretender limitar a invenção, tem-se a  
teoria de que demasiada água, em relação às quantidades de  
15 álcool de reduzido peso molecular e de sulfonato de éster  
presentes, pode resultar na formação de uma fase separada  
sulfonato de éster que pode dificultar a separação das  
impurezas de cor escura a partir da fase contendo o solven-  
te (álcool de reduzido peso molecular). Tem-se também a  
teoria que na presença de uma quantidade suficiente de  
20 água, o sulfonato de éster pode actuar como um surfactante  
para solubilizar de um modo efectivo pelo menos uma parte  
das impurezas de cor escura.

25 Tem-se também a teoria de que uma parte das  
impurezas de cor escura é solúvel ou pode ser suspensa no  
álcool de reduzido peso molecular e/ou na solução. Acredi-  
ta-se que estas impurezas solúveis ou suspensas podem ser  
separadas por adsorventes, tais como carvão activado. A  
outra parte das impurezas de cor escura, que não são solú-  
veis nem podem ser suspensas no álcool de reduzido peso  
30 molecular e/ou na solução, podem ser separadas a partir da  
solução através de outros métodos de separação como aqui  
descrito.

35 A selecção de razões adequadas entre o  
álcool de reduzido peso molecular e a água em relação a uma

Mod. 71 - 20.000 ex. - 9008

FEV 1997

1 dada quantidade de sulfonato de éster é considerada como  
encontrando-se dentro da capacidade experimental de alguém  
com alguma experiência neste campo. De preferência, a razão  
mássica entre o álcool e a água é pelo menos 3:1, de prefe-  
rência 10:1, e ainda preferencialmente 30:1. Mais preferen-  
5 cialmente ainda, a solução é praticamente isenta de água de  
modo a alcançar-se uma separação mais eficiente das impure-  
zas de cor escura.

10 é altamente preferencial que o processo de  
neutralização usado para preparar o sulfonato de éster  
minimize a quantidade de água no produto sulfonato de  
éster. Deste modo, as razões álcool:água requeridas para  
uma separação eficiente das impurezas de cor escura podem  
ser obtidas sem a necessidade de quantidades de álcool  
15 excessivamente elevadas ou a necessidades de um passo  
separado de desidratação do sulfonato de éster, antes da  
dissolução com álcool de reduzido peso molecular. De  
acordo com uma aplicação preferencial, efectua-se a neutra-  
lização com soluções praticamente anidras do agente de  
neutralização num solvente constituído por álcool de redu-  
zido peso molecular. A selecção do álcool específico que  
20 actua como solvente depende do éster desejado, uma vez que  
pode ocorrer uma transesterificação durante a neutraliza-  
ção. Por exemplo, quando se desejam metil éster sulfonatos,  
o metanol é o álcool preferencial para ser utilizado como  
25 solvente.

De acordo com uma aplicação particularmente  
preferencial, efectua-se a neutralização por adição do  
ácido éster sulfónico a uma solução de alcóxido em álcool,  
tendo o referido alcóxido a fórmula  $R^2OX$ , na qual  $R^2$  repre-  
30 senta um alquilo  $C_1-C_8$  e X representa um catião que forma  
um sal solúvel em água como aqui anteriormente definido  
(ver a Publicação de Patente Aberta Japonesa Nº.  
290842/1990). Em alternativa, o alcóxido em solução de  
álcool pode ser adicionada ao ácido éster sulfónico, ou as

5 MAR 1998

duas soluções podem ser misturadas simultaneamente, como acontece num misturador "ao vivo". A solução de alcóxido pode ser preparada através de métodos conhecidos, por exemplo, através da dissolução de um alcóxido  $C_1-C_6$  de metal alcalino ou alcalino-terroso no respectivo álcool de modo a fornecer directamente um sistema de neutralização essencialmente anidro. A solução de alcóxido pode também ser fornecido por dissolução de um hidróxido sólido de metal alcalino ou alcalino terroso no álcool, embora este método de formação da solução de alcóxido seja menos preferencial uma vez que se forma uma mole de água por cada mole de alcóxido que é gerada. Se se utilizar este último método, pode-se opcionalmente retirar a água obtida na preparação do alcóxido, utilizando métodos conhecidos para se obter um sistema de neutralização essencialmente anidro.

Fode ser usada uma quantidade de álcool de reduzido peso molecular suficiente para dissolver o sulfonato de éster neutralizado resultante no método de neutralização essencialmente anidra preferencial. Fode ser adicionado solvente adicional após a neutralização se necessário para dissolver o sulfonato de éster antes de separar as impurezas de cor escura. Este solvente adicional pode ser qualquer um dos acima definidos para a formação da solução contendo o surfactante de sulfonato de éster e o solvente álcool de reduzido peso molecular.

Como é evidente, o sulfonato de éster pode também ser preparado através da neutralização do ácido éster sulfónico por processos bem conhecidos, incluindo os processos de neutralização convencionais envolvendo soluções causticas aquosas a 5-50%. Qualquer água residual que exista no produto sulfonato de éster pode então ser removida se necessário por métodos conhecidos, tais como secagem, antes de se proceder à separação das impurezas de cor escura.

Quando está presente água durante o processo

W  
MAR 1983

1 de neutralização, de preferência pelo menos uma parte do  
álcool necessário para dissolver de um modo substancial o  
sulfonato de éster é misturado com o ácido éster sulfônico  
antes da neutralização. Através da pré-mistura do ácido  
éster sulfônico com o álcool, foi demonstrado que (ver, por  
5 exemplo, a Patente dos Estados Unidos da América Nº.  
4 404 143, de Sekiguchi e outros, datada de 13 de Setembro  
de 1983, aqui incorporada por referência) se formam níveis  
reduzidos de sais de ácidos gordos durante a neutraliza-  
ção, em relação ao que acontece nos sistemas em que não se  
10 efectua qualquer pré-mistura com o álcool. Adicionalmente,  
a pré-mistura suprime a formação de uma fase de sulfonato  
de éster/água, conseguindo-se assim uma melhor mistura e  
uma melhor neutralização.

15 O processo da presente invenção engloba  
ainda o passo de separação das impurezas de cor escura a  
partir da solução do sulfonato de éster em álcool. A sepa-  
ração pode ser efectuada por métodos convencionais tais  
como decantação/clarificação, centrifugação, filtração,  
adsorção, ou suas combinações. Um método ou métodos especí-  
20 ficos utilizados dependerá de uma série de factores, tais  
como a quantidade e proporção das impurezas de cor escura  
que são insolúveis no solvente, versus aqueles que são  
solúveis ou podem ser suspensos no solvente, e a quantidade  
e proporção de água em relação à quantidade de solvente e  
25 surfactante sulfonato de éster.

A clarificação pode ser efectuada por gravi-  
tação simples; numa escala industrial pode usar-se equipa-  
mento convencional tal como ancinhos ou arados revolventes  
para ajudar a separação. A centrifugação pode ser um método  
30 descontinuo ou um método contínuo, envolvendo decantação do  
sobrenadante a partir das impurezas de cor escuras sedimen-  
tadas.

A filtração pode ser efectuada através de  
filtros convencionais. Por exemplo, numa escala laborato-

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

35

FE. MAR. 1993/

1 rial, é adequada a filtração através de papel, terra de  
diatomáceas ou adsorvente. Numa escala industrial o equipa-  
mento de filtração adequado inclui filtros de pressão de  
construção tipo prato-e-armação ou tipo armação-e-folha, ou  
do tipo de tambor rotativo ou tipo disco; filtros de sucção  
5 ou de vácuo do tipo tambor rotativo ou tipo disco; filtros  
de borda, filtros de clarificação, etc.

10 Numa aplicação preferencial, a solução é  
tratada com uma substância adsorvente, tal como carvão  
activado, alumina activada, ou gel de sílica. Pensa-se que  
esta substância adsorvente seja particularmente eficiente  
para separar a parte das impurezas de cor escura que se  
pensa serem solúveis ou que possam ser suspensas no álcool  
e/ou na solução como aqui anteriormente descrita. De prefe-  
rência usa-se carvão activado como adsorvente.

15 Quando se utiliza um filtro adsorvente para  
a separação e tratamento adsorvente ou ocorre antes ou, de  
preferência, ocorre após a separação de impurezas escuras  
por um método não-adsorvente. Por exemplo, a solução pode  
ser misturada com uma quantidade de adsorvente particulado  
20 de tal modo que as impurezas de cor escura são adsorvidas  
no agente particulado, seguindo-se a separação do adsorven-  
te particulado por exemplo, através de centrifugação e/ou  
filtração não adsorvente. O tratamento pode também, e de  
preferência, ocorrer por passagem da solução líquida obtida  
25 após uma separação inicial das impurezas de cor escura,  
através de, por exemplo, centrifugação e/ou filtração não-  
adsorvente através de um leito adsorvente. Em alternativa,  
a solução obtida pode ser misturada com o agente adsorvente  
particulado fresco, de tal modo que as impurezas de cor  
30 escura se adsorvem no particulado, seguindo-se então a  
separação do adsorvente particulado usado ou gasto, por  
qualquer método adequado, tal como os métodos previamente  
descritos.

35 De preferência, a temperatura necessária

W  
5 MAR 1993

1 para solubilizar o sulfonato de éster (no passo de formação  
da solução solvente da composição de sulfonato de éster) é  
mantida durante a separação e durante o passo de recupera-  
ção do produto final. Pode ser adicionada uma quantidade  
5 adicional de álcool de reduzido peso molecular, se necessá-  
rio para solubilizar qualquer sulfonato de éster que possa  
precipitar durante a separação.

10 Nas aplicações comerciais, os passos de  
dissolução do sulfonato de éster e de separação de impure-  
zas são de preferência efectuados em equipamentos e siste-  
mas fechados e pressurizados de um modo conveniente, para  
evitar a evaporação do solvente à temperatura do solvente  
que foi seleccionada. Esta evaporação pode ter como efeito  
um indesejável arrefecimento por evaporação, e perda de  
vapores de solvente para o meio ambiente.

15 Após a separação das impurezas de cor escura  
a partir da solução, o produto sulfonato de éster com  
melhoria na cor, pode ser recuperado a partir da solução  
através de métodos conhecidos. Estes métodos de recuperação  
incluem, por exemplo, a precipitação do sulfonato de éster  
20 a partir da solução, evaporação do álcool de reduzido peso  
molecular que actua como solvente a partir da solução, ou  
uma combinação destes métodos. Pode obter-se a precipitação  
do sulfonato de éster através da redução da temperatura da  
solução, reduzindo-se deste modo a solubilidade do sulfona-  
to de éster no álcool de reduzido peso molecular. O sulfo-  
nato de éster precipitado pode então ser recuperado através  
25 de métodos conhecidos, por exemplo, filtração seguida de  
evaporação de praticamente todo o solvente residual. A  
evaporação pode ocorrer sob pressão normal ou reduzida, e  
30 com ou sem aquecimento, dando origem a um sulfonato de  
éster sólido ou fundido, o qual pode ser processado por  
métodos conhecidos e transformado em qualquer forma deseja-  
da, tal como pó, flocos, pedaços ou granulado.

Numa escala industrial, o álcool de reduzido

35

11 MAR 1993

1 peso molecular, e qualquer água que possa estar presente,  
pode ser removida por aquecimento da solução e destilação  
tipo flash ou evaporação do álcool (e água, se presente).  
Isto pode ser feito por qualquer método adequado, incluindo  
5 processos convencionais, tais como secagem em spray, seca-  
gem flash atmosférica, secagem tipo flash sob vácuo, seca-  
gem em tambor, evaporação em filme, ou uma combinação  
destes métodos. A secagem em spray pode ser utilizada para  
dar origem directamente a um produto sulfonato de éster na  
10 forma de pó ou na forma granular. Os outros métodos dão  
origem a produtos sulfonatos de éster sob a forma de peda-  
ços, tiras, ou partículas grandes, que podem então ser  
processadas por processos conhecidos para se obter qualquer  
forma que seja desejada, por exemplo, através de moagem  
15 para se obter uma forma granular, ou produzindo flocos que  
são então cortados e moídos para se obter uma forma granu-  
lar. Existe vantagem em condensar o álcool que é removido  
para recuperar o sulfonato de éster, álcool este que é  
recuperado e reciclado para reutilização em qualquer dos  
20 passos de adição de álcool aqui descritos. Quando o sulfo-  
nato de éster é recuperado por filtração de sulfonato de  
éster precipitado (re-cristalização), a solução líquida  
resultante obtida a partir da filtração, que contém o álcool  
de reduzido peso molecular e algum sulfonato de éster  
dissolvido, pode ser recirculado para qualquer passo prece-  
25 dente no processo, de preferência, para o passo em que se  
dissolve o sulfonato de éster de cor escura fresco em  
álcool de reduzido peso molecular para formar uma solução.

Como resultado deste processo, obtêm-se  
sulfonatos de éster de melhor cor, isto é, de cor mais  
30 clara. Quando o processo envolver também um tratamento  
absorvente da solução eficaz, o produto resultante apresen-  
ta uma cor esbranquiada e pode ser utilizado directamente  
em agentes e produtos de lavagem e de limpeza. O produto  
resultante pode também ser convertido numa pasta de cor

35

Mod. 71 - 20.000 ex. - 9/08

U.E. MAR. 1993

1 clara através da adição de água após separação das impurezas de cor escura. O tratamento absorvente eficiente tem também como resultado um melhor aroma do surfactante.

5 Através do presente processo, alcançam-se também melhores propriedades físicas para as partículas, em relação às que são obtidas através da secagem de um sistema aquoso convencional. Acredita-se que a quantidade de água em relação ao álcool na solução separada tenha um efeito importante nas propriedades físicas do produto sulfonato de éster de cor clara resultante. À medida que a razão água-álcool aumenta, torna-se cada vez mais difícil remover o solvente constituído por álcool e água. Deste modo, quando se encontra presente água na solução, é preferível efectuar a remoção do solvente com aquecimento, para melhores propriedades físicas.

15 O processo permite ainda uma maior flexibilidade nas matérias primas e condições de processo da sulfonação. Por exemplo, podem ser utilizados materiais de partida com maior grau de impurezas em si próprios que podem dar origem à formação de impurezas de cor escura, ou condições de processamento para obter maiores taxas de conversão em sulfonato de éster, sem que seja necessário preocupar-se com a necessidade de efectuar um branqueamento. As impurezas que podem resultar na formação de impurezas de cor escura são conhecidas no meio, e incluem glicerina, 20 mono-, di- ou tri-glicerídeos e éster de ácido gordo insaturado. Evitando a necessidade de branqueamento, o processo pode também evitar a formação de "sensibilizadores" como aqueles descritos no trabalho de D. Connor e outros; Identification of Certain Sulfones as the Sensitizers in an Alkyl Ethoxy Sulfate, "Fette Seifen Anstrichmittel", 77, 25-29 (1975).

35 Os sulfonatos de éster obtidos pelo método da presente invenção são úteis como um ingrediente activo para agentes e produtos de limpeza e de lavagem, e podem

17. MAR. 1993

ser usados independentemente ou misturados com outros surfactantes. Por exemplo, em composições detergentes, os co-surfactantes adequados incluem surfactantes aniônicos, surfactantes não-iónicos, surfactantes catiónicos, surfactantes zwitteriônicos e surfactantes anfotéricos. Podem também ser utilizados outros ingredientes convencionalmente utilizados em formulações detergentes. Estes ingredientes incluem aqueles geralmente utilizados como constituintes, enzimas, agentes branqueadores e ativadores, agentes libertadores da sujidade, agentes formadores de quelatos, agentes de remoção da sujidade e agentes anti-redeposição, agentes dispersores, abrilhantadores, supressores de espuma, etc.,

A invenção é ilustrada pelos seguintes exemplos não limitativos. Todas as partes e percentagens aqui apresentadas são mássicas, a não ser nos casos em que é especificado o contrário. Todas as medições de cor foram efectuadas usando um colorímetro Hunter, fornecendo leituras L, a, b.

EXEMPLOS

EXEMPLO 1

Foi produzido ácido éster sulfónico através de uma sulfonação convencional de metil éster de ácido gordo de estearina de palma. A componente ácida do metil éster consistia essencialmente em ácidos gordos saturados com um valor de Jodeto de 0,28 e a seguinte distribuição de comprimentos de onda (em percentagem mássica):

C12	-	0,23	;	C14	-	1,55	;	C15	-	0,08;
C16	-	66,75	;	C17	-	0,15	;	C18	-	31,28;
C20	-	0,19								

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

5. MAR. 1993  
*[Handwritten signature]*

1 A reacção de sulfonação foi efectuada a uma  
temperatura entre 80oC e 95oC num reactor anelar com filme  
descendente, usando uma mistura de trióxido de enxofre e ar  
(teor em SO<sub>2</sub>: 3-4 % em volume; excesso de SO<sub>2</sub> : 15-30 por  
cento molar). A mistura de ácido de metil éster sulfonatado  
5 foi então digerida num recipiente fechado durante 35 a 40  
minutos, a uma temperatura entre 80oC e 95oC. O grau de  
sulfonação após digestão era 95%.

Arrefeceu-se uma parte da mistura de ácido  
de metil éster sulfonatado até cerca de 20oC, movendo-se  
10 para se obter um pó. Este pó deu uma leitura de cor de  
L=14,9, a=0, b= 0,8. A percentagem de voláteis na amostra  
era de 2-3% (através da leitura cenco; consistindo essen-  
cialmente em humidade ocasional).

Com uma reduzida tensão de agitação, mistu-  
rou-se 500g de mistura ácida com metanol (100g) a uma  
temperatura entre 45oC, e 55oC, neutralizando-se com a  
adição de solução de CH<sub>3</sub>ONa em metanol a 25% (p/p). (Pefe-  
rencialmente, a mistura ácida pode ser adicionada ao seio  
da solução de CH<sub>3</sub>ONa em metanol a 25% (p/p). O teor em  
20 substâncias voláteis do produto neutralizado foi determi-  
nando (por secagem cenco de uma alíquota) como sendo 32%,  
constituído por metanol e humidade ocasional. Uma parte do  
produto neutralizado foi seco ao ar até possuir um teor de  
7% em substâncias voláteis (cenco), sendo moído para se  
25 obter um pó. A cor desta amostra seca era L=28,8, a=2,5,  
b=7,1. Uma segunda parte do produto neutralizado (73,5g ;  
voláteis cenco 32%) foi dissolvida em 176,5g de metanol.  
Adicionou-se à solução 2g de carvão activado (carvão acti-  
vado descolorante, Aldrich Chemical Co., número de catálogo  
30 16.155-1), agitando-se então a solução durante 60 minutos a  
uma temperatura entre 40oC e 50oC. Esta solução foi filtra-  
da sob vácuo através de um papel whatman N<sup>o</sup>. 41 de 15 cm de  
diâmetro, ao qual foi adicionada uma dose adicional de 2,0g  
de carvão activado. A solução líquida filtrada foi passada

Mod. 71 - 20.000 est. - 90/08

35

1 uma segunda vez através da mesma montagem de filtração. A  
solução líquida foi então seca ao ar até um teor de 10,4%  
em voláteis (Cenco), sendo moído até se obter um pó. A cor  
deste pó era L=81,5, a=-0,7, b=13,6.

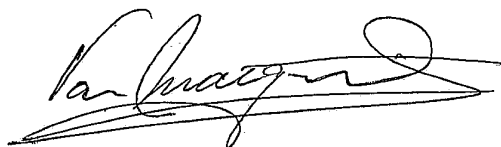
5 EXEMPLO 2 (comparativo)

10 Preparou-se uma mistura de ácido éster metil  
sulfonatado a partir do mesmo metil éster de ácido gordo de  
estearina de palma usado no Exemplo 1, utilizando essen-  
cialmente as mesmas condições de sulfonação. A cor de uma  
amostra moída e sob a forma de pó do ácido de metil éster  
sulfonatado era L=19,8, a= 0,7 e b= 1,4.

15 Após a digestão da mistura ácida, adicionou-  
-se metanol a 20% (p/p ácido éster sulfonatado) e solução  
de peróxido de hidrogénio (50%  $H_2O_2$  em água) a 8% (p/p  
Ácido éster sulfonatado), que se misturou com a mistura  
ácida. A mistura foi então digerida novamente com agitação  
adicional desprezável durante cerca de 50 minutos, a 70°C.  
20 A mistura ácida branqueada foi então neutralizada com  
solução de NaOH aquoso a 12,5% a 63°C para se obter uma  
pasta aquosa (humidade 55-57%). Evaporou-se a água da pasta  
(permutador de calor de pratos, temperatura de saída da  
pasta 146,1-151,6°C (295-305°F), flash para a atmosfera),  
seguindo-se o arrefecimento, para se obter flocos de sulfo-  
25 nato de éster branqueados, com humidade 3-5% (análise  
Cenco). Os flocos foram moídos para se obter um pó com uma  
cor de L=90,7, a=3,1 e b=10,8.

30 Lisboa, -5.MAR.1993

Por, THE PROCTER & GAMBLE COMPANY



35 19

VASCO MARQUES IETTO  
Agente Oficial  
da Propriedade Industrial  
Carmo - Arco da Conceição, 3, 1.º-1100 LISBOA

15 MAR 1997

- D E S C R I Ç Ã O -  
R E I V I N D I C A Ç Õ E S

1

1A. - Processo de melhorar a cor de uma  
composição de surfactante sulf(on)atado, sendo a referida  
composição surfactante constituída por:

5

- i) um surfactante sulf(on)atado, e,
- ii) impurezas de cor escura formadas durante a  
preparação do referido surfactante; sendo o  
referido processo caracterizado por ser cons-  
tituído pelos seguintes passos:

10

- 1) formação de uma solução compreendendo:
  - a) a referida composição surfactante  
contendo o referido surfactante  
sulf(on)atado e as referidas impu-  
rezas de cor escura; e
  - b) um solvente em quantidade sufi-  
ciente para dissolver praticamen-  
te todo o surfactante sulf(on)a-  
tado anteriormente referido;

15

- 2) separação das referidas impurezas de  
cor escura da solução referida; seguida  
da

20

- 3) recuperação do referido surfactante  
sulf(on)atado a partir da referida  
solução, caracterizada por se encontrar  
presente uma quantidade de água na  
referida solução formada durante o  
passo (1) que é suficientemente reduzi-  
da para evitar interferência com a  
separação eficiente das impurezas  
escuras no passo (2).

25

30

2A. - Processo de acordo com a reivindicação  
1, caracterizado por o referido surfactante sulf(on)atado  
ser seleccionado do grupo constituído por éster sulfonato,

35

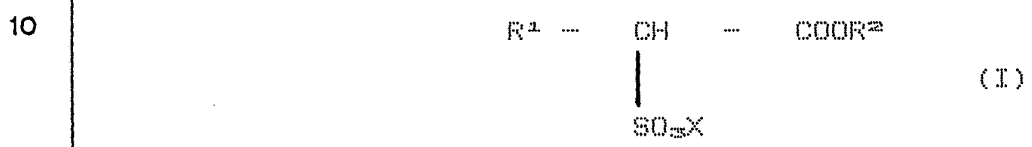
Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

E. MAR. 1993  
*[Handwritten signature]*

1 alquilbenzeno sulfonato, sulfonato de alcano linear, alfa-  
olefina sulfonato, sulfato de alcool gordo, alquilo éter  
sulfato e suas misturas.

5 3a. - Processo de acordo com a reivindicação  
1, caracterizado por o referido solvente no passo 1) ser um  
alcool C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>.

4a. - Processo de acordo com a reivindicação  
3, caracterizado por o surfactante ser um sulfonato de  
éster com a formula genérica (I)



15 na qual R<sup>1</sup> representa uma cadeia alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>22</sub> linear ou  
ramificada, R<sup>2</sup> representa um grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, e X um  
catião que forma um sal solúvel em água.

5a. - Processo de acordo com a reivindicação  
4, caracterizado por R<sup>2</sup> representar o grupo -CH<sub>3</sub>.

20 6a. - Processo de acordo com a reivindicação  
4, caracterizada por a razão mássica entre o alcool C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> e  
a água na referida solução no passo (1) ser no mínimo 3:1.

7a. - Processo de acordo com a reivindicação  
6, caracterizado por a referida solução no passo 1) se  
encontrar praticamente isenta de água.

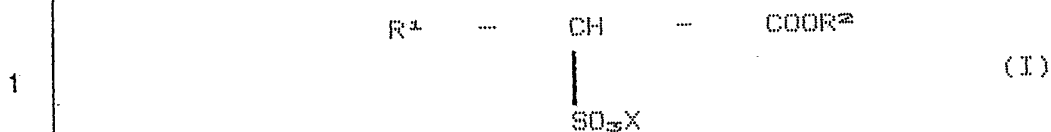
25 8a. - Processo de acordo com a reivindicação  
6 ou 7, caracterizado por a razão mássica entre o alcool  
C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> e o surfactante na referida solução no passo 1) se  
encontrar entre 10:1 e 0,75:1.

30 9a. - Processo para melhorar a cor de uma  
composição de metil éster sulfonato, sendo a referida  
composição constituída por:

- i) um metil éster sulfonato com a  
fórmula genérica (I)

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

CE MAR 1993



5 em que R<sup>1</sup> é uma cadeia alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>22</sub> linear ou ramificada, R<sup>2</sup> é um alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, e X ser um catião que forma sais solúveis em água, e

10 ii) impurezas de cor escura formadas durante a preparação do referido metil éster sulfonato; sendo o referido processo caracterizado por ser constituído pelos seguintes passos:

1) formação de uma solução contendo:

15 a) a referida composição de metil éster sulfonato contendo o referido metil éster sulfonato e as impurezas de cor escuras já referidas, e

20 b) um solvente constituído por um álcool de baixo peso molecular seleccionado entre metanol, etanol, e suas misturas, em que a razão mássica entre o referido solvente constituído por álcool de baixo peso molecular e a água no passo (1) ser no mínimo 3:1, e

25 2) separação das impurezas de cor escura da solução através de um passo que consiste na centrifugação da referida solução, na sua filtração, no tratamento da solução com carvão activado, na filtração da referida solução através de carvão activado, e suas combinações; seguido de

3) recuperação do referido metil éster sulfonato a partir da solução.

30 10a. - Processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado por o referido solvente constituído por álcool de baixo peso molecular ser metanol e a referida razão mássica entre o metanol e o metil éster sulfonato se encontrar entre 3:1 e 0,75:1.

35 11a. - Processo de acordo com a reivindicação

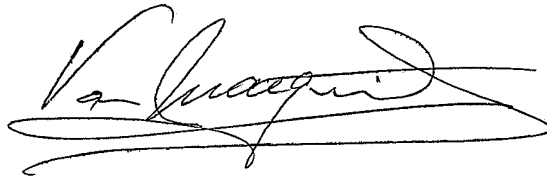
10 caracterizado por a referida razão mássica entre o  
1 metanol e a água ser no mínimo 10:1.

Lisboa, -5. MAR. 1993

5

Por, THE PROCTER & GAMBLE COMPANY

10



VASCO MARQUES LEITE  
Agente Oficial  
da Propriedade Industrial  
Genêro - Arco de Conceição, 3, 1.º - 1100 LISBOA

15

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

20

25

30

35