



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA TUTELA DELLA PROPRIETÀ INDUSTRIALE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

UIBM

DOMANDA NUMERO	101994900396079
Data Deposito	13/10/1994
Data Pubblicazione	13/04/1996

Priorità	8/137.450
Nazione Priorità	US
Data Deposito Priorità	

Priorità	8/311.723
Nazione Priorità	US
Data Deposito Priorità	

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	07	C		

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	11	D		

Titolo

PROCEDIMENTO PER LA PREPARAZIONE DI ALCHIL GLICERIL ETERE SOLFONATI ALCOSSILATI E RELATIVE COMPOSIZIONI OTTENUTE

DESCRIZIONE

RIV 94 11 000660

a corredo di una domanda di brevetto per invenzione dal titolo: "Procedimento per la preparazione di alchil gliceril etere solfonati alcossilati e relative composizioni ottenute".

a nome: COLGATE-PALMOLIVE COMPANY - NEW YORK, NEW YORK (USA) *ben*

STATO DELLA TECNICA ANTERIORE DELL'INVENZIONE

I sali di solfonati di allil gliceril etere (AGES), in modo particolare il sale sodico, sono ben conosciuti per la loro utilità commerciale nelle composizioni detergenti da molti anni. La sintesi di questi materiali è relativamente lineare ed anche conosciuta da molti anni. Un articolo di rassegna di David Whyte dal titolo "Alchyl Glyceryl Ether Sulfonates" che è apparso in Surfactant Science Series, Vol. 7, Anionic Surfactants Part 2, 1976 fornisce un buon sommario delle strade di sintesi. In una sintesi un alcool a catena lunga è fatto reagire con epicloridrina in catalisi acida per formare un cloridrin etere. Successivamente il cloridrin etere è sottoposto alla reazione di Strecker utilizzando solfito di sodio o bisolfito di sodio oppure una miscela degli stessi, per formare il sale di solfonato di alchil gliceril etere. Poichè la reazione di Strecker è una reazione a due fasi, è necessario un buon contatto di interfase come pure un

ING. BARZANO' & ZANARDO ROMA S.p.A.

opportuno catalizzatore in accordo con l'articolo di Whyte. Il prodotto di reazione è una pasta viscosa ed il trasferimento di calore è scarso. Conseguentemente il contenuto di acqua nel sistema è il miglior sistema di controllo della temperatura di reazione di picco come pure la processabilità del sistema, particolarmente la viscosità, mediante un apparecchio per mescolamento. Quantità eccessive di acqua portano a prodotti AGES diluiti in modo indesiderato. Inferiori contenuti di acqua danno come risultato un'elevata viscosità, bassa capacità termica e scarso controllo della temperatura. Per AGES con una catena alchilica nell'intervallo di C₁₂ è suggerito per il sale sodico un contenuto globale di acqua del 50 % o superiore. La superiore solubilità del solfito di potassio e dei sali di potassio di AGES permette che siano utilizzati livelli di solidi in qualche misura superiori a circa il 60 %.

Un'altra strada per AGES menzionata nell'articolo di Whyte è la solfonazione di un glicidato di epossietere terminale della struttura desiderata con una miscela di sale di solfito e bisolfito come mostrato di seguito.

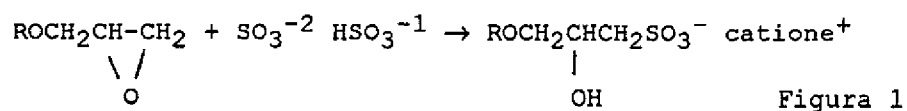


Figura 1

Un contenuto di solidi persino più elevato può essere raggiunto in questa reazione di solfonazione dell'eossido in accordo all'articolo di rassegna. Tuttavia l'articolo di rassegna stabilisce che difficoltà nel controllo della temperatura ed eccessive viscosità di prodotti rendono non desiderabile raggiungere questi più elevati livelli di solidi. In effetti elevate temperature sono utilizzate per iniziare la solfonazione dell'eossido con la miscela solfito-bisolfito, 300°F o meno. La temperatura più bassa utilizzata per iniziare la solfonazione dell'eossido in Whyte USP 2 989 547 è 275°F, Esempio 6. In ciascuno degli esempi in questo brevetto la reazione di continuazione è effettuata ad una temperatura significativamente più elevata rispetto alla temperatura di inizio.

I solfonati di alchil gliceril eteri alcossilati, da qui in avanti denominati NEGS, sono anche conosciuti da molti anni e sono descritti essere utili nei procedimenti di recupero secondario per aumentare la produzione dei pozzi petroliferi. La differenza tra AGES e NEGS è la presenza di uno o più gruppi alcossi tra l'ultimo atomo di carbonio del gruppo alchile e l'atomo di ossigeno di AGES. NEGS è rappresentato sotto come sale sodico etossilato.

$R(OCH_2CH_2)_nOCH_2CHOHCH_2SO_3^-Na^+$ Figura 2

n è un valore medio di uno o più

R è un gruppo alchile od alchenile

La sintesi di AGES delineata prima implica la trasformazione di gruppo funzionale, la conversione di un epossido ad idrossi solfonato. Poichè la stessa trasformazione di gruppo funzionale avviene nella preparazione di NEGS, i vantaggi e gli svantaggi che si presentano nella sintesi di AGES delineata sopra dovrebbero essere attesi nella sintesi di NEGS utilizzando lo stesso procedimento.

Sorprendentemente questo non avviene nella misura attesa. Piuttosto si verificano numerosi significativi vantaggi quando l'eossido alchil terminale etossilato viene fatto reagire preferibilmente con una miscela di sale di solfito-bisolfito.

In primo luogo la reazione può essere effettuata a temperatura ambiente od a temperatura elevata inferiore a 100°C, il punto di ebollizione dell'acqua, senza l'impiego di pressioni elevate. Questo determina inferiori costi di procedimento e permette che il tensioattivo sia prodotto nello stesso tipo di apparecchiatura di vasca o impastatore in cui può essere preparata una composizione per igiene personale. Per la sintesi di AGES viene impiegata una temperatura sostanzialmente elevata, inferiore rispetto a circa 300°F, per iniziare la conver-

ING. BARZANO & ZANARDO ROMA S.p.A.

sione di solfonazione del glicidato alla struttura dell'idrossi solfonato attraverso la reazione solfito-bisolfito. Tuttavia questa attuale trasformazione del glicidato NEGS inizia e va a completamento a temperature che sono uguali od inferiori al punto di ebollizione dell'acqua. Infatti, nonostante che la reazione sia esotermica, la temperatura di reazione può essere mantenuta uguale od inferiore a circa 110°C, preferibilmente uguale od inferiore a 100°C. Tali basse temperature eliminano la necessità di reattori a pressione o l'aggiunta di acqua.

In secondo luogo quando si trasforma il glicidato di AGES con solfito-bisolfito di metallo alcalino la viscosità aumenta in quanto la percentuale di solidi del prodotto aumenta in accordo a quanto detto in senso cautelativo nell'articolo di Whyte. Tuttavia quando si prepara NEGS da un materiale di partenza di glicidato (epossi) terminale la viscosità della massa di reazione misurata al completamento della reazione, con il contenuto di solidi superiore rispetto a valori da circa 50 % in peso a circa il 75 % in peso, rimane sostanzialmente inalterata oppure è ridotta rispetto alla viscosità presente al 50 % in peso o a circa questo valore. Questo è un importante fattore nel permettere la preparazione di prodotto NEGS a percentuale superiore in acqua. Un contenuto di solidi così elevato permette

maggiori vantaggi nella manipolazione, nei risparmi dei costi per il trasporto e nella lavorazione di NEGS attraverso un adeguato mescolamento in una composizione di pulizia.

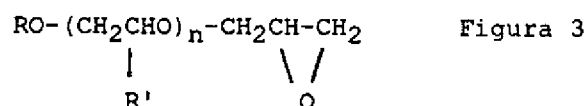
In terzo luogo può essere utilizzato il sale(i) sodico di una miscela solfito-bisolfito ed ancora vedere una composizione lavorabile, con solidi più elevati. Questo contenuto più elevato di solidi, in accordo con l'articolo di rassegna, è stato precedentemente ritenuto che fosse raggiungibile, o potenzialmente raggiungibile, solamente attraverso l'impiego del sale potassico. Tuttavia i sali potassici di un tensioattivo comportano una composizione di igiene personale solida più morbida e difficoltosa da lavorare rispetto ad una composizione di sale sodico.

In quarto luogo una quantità catalitica di un agente emulsionabile nella reazione NEGS comporta un tempo di induzione più breve ed un tempo di reazione totale abbreviato rispetto ad un agente simile od allo stesso agente utilizzato in una reazione AGES paragonabile.

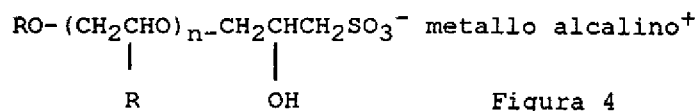
SOMMARIO DELL'INVENZIONE

In accordo con l'invenzione è presentato un procedimento per la preparazione di un solfonato di alchil gliceril etere alcossilato che comprende la reazione alla

presenza di acqua ed in assenza di alcool etilico di una miscela di un solfito e bisolfito di metallo alcalino con una miscela di glicidil eteri alcossilati comprendente una maggiore quantità di



ad una temperatura uguale od inferiore a circa 110°C in cui R è un alchile od alchenile da 10 a 20 atomi di carbonio, compresi, R' è idrogeno oppure metile ed ha un valore medio da 1 a 10 ed ottenimento del prodotto solfonato alcossilato comprendente una maggiore quantità di



DESCRIZIONE DETTAGLIATA DELL'INVENZIONE

La preparazione di un sale di un solfonato di alchil gliceril etere alcossilato, preferibilmente etossi, da un materiale di partenza di glicidato terminale (epossi) mediante l'utilizzazione di una miscela di solfito bisolfito procede regolarmente, economicamente e con significativi vantaggi rispetto alla preparazione di AGES da materiale di partenza glicidato terminale paragonabile. Il NEGS può essere preparato con una elevata concentrazione di solidi ad una temperatura inferiore durante un periodo di tempo più breve e con un periodo di induzione inferiore rispetto ad AGES.

Nel materiale di partenza con glicidato terminale e nel prodotto di sopra R' è preferibilmente idrogeno, n preferibilmente da 1 a 4, più preferibilmente da 1 a 2 ed R è preferibilmente da 12 a 15 atomi di carbonio, compresi ed è preferibilmente lineare piuttosto che ramificato. E' preferito alchile. La porzione maggiore del materiale di partenza alcossilato è quella mostrata nella Figura 3. Tuttavia esistono porzioni minori di "dimero" come mostrato sotto:

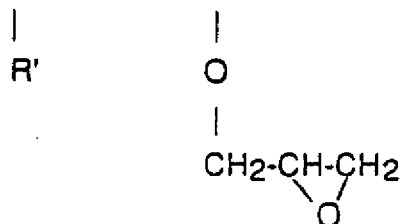
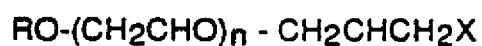


Figura 5

nella quale R, R' ed n sono come precedentemente definito ed X è alogeno, preferibilmente cloro od idrossi. Anche questo materiale è solfonato ed è parte del prodotto solfonato alcossilato. Materiali trimerici e piccole quantità di materiali tetramerici simili a quelli mostrati in U.S.P. 3 024 273 possono anche essere presenti e solfonati. I materiali cloridrinici analoghi sono mostrati in U.S.P. 2 989 547.

Dovrebbe altresì essere notato che quando il valore medio di n è basso, per esempio di 1 o 2, può esservi un quantità significativa di un materiale di partenza non

alcossilato che fornirà prodotto non alcossilato solfonato.

La reazione è effettuata alla presenza di acqua. La presenza di un qualsiasi solvente differente dall'acqua, particolarmente di un solvente organico, non è preferita. Sarebbero necessarie ulteriori fasi di purificazione e sostanze tali quali etanolo, per esempio, interferirebbero con l'impiego finale del tensioattivo. L'etanolo è un noto attenuatore di schiuma.

La temperatura alla quale avviene la reazione di solfonazione del glicidato è una temperatura uguale od inferiore a 100°C, il punto di ebollizione dell'acqua. Le temperature possono essere così basse come la temperatura ambiente, se desiderato, tuttavia a quel punto la reazione non catalizzata è piuttosto lenta. Generalmente un intervallo di temperatura all'incirca da 50 a 99°C, preferibilmente all'incirca da 75 a 95°C determina una velocità di reazione ben controllata per rese massime in una minima quantità di tempo.

Possono essere utilizzate temperature così elevate come 110°C, particolarmente se la quantità di acqua deve essere in una certa misura ridotta. Nel Brevetto U.S.P. 2 989 547 di Whyte la temperatura utilizzata per promuovere la solfonazione del glicidato AGES è stata scoperta essere all'incirca 149°C (300°F), in generale. La temperatura

più bassa per iniziare la reazione è stata riportata essere 135°C (275°F); vedere Esempio 6, colonna 7. Dopo l'induzione della reazione, la temperatura cresceva sempre a causa della natura esotermica della reazione. Anche la preparazione di NEGS è esotermica, ma le temperature possono essere facilmente mantenute uguali od inferiori a 110°C, preferibilmente uguali od inferiori a 100°C.

L'agente di solfonazione utilizzato è un sale di solfito, un sale di bisolfito oppure una miscela di sali di solfito e di bisolfito. Il sale di solfito presente è da circa lo 0,1 a circa il 35 % in peso, il rimanente essendo bisolfito, preferibilmente all'incirca dal 15 al 30 % di solfito. Il catione del sale è un qualsiasi metallo alcalino che determina la solubilità in acqua per la miscela di solfito-bisolfito. Esempi di tali cationi sono sodio e potassio. Nella reazione è preferibilmente utilizzato un eccesso di sale. I sali di potassio solfito-bisolfito sono più solubili in mezzi acquosi rispetto ai sali di sodio in accordo all'articolo di rassegna di Whyte. Tuttavia i sali di potassio di un tensioattivo, in questo caso il solfonato di alchil gliceril etere etossilato, quando impiegati in una composizione di pulizia solida, pongono una severa scelta

ING. BARZANO' & ZANARDO ROMA S.p.A.

nella lavorazione e determinano che la stecca sia morbida. E' preferito il sale sodico.

Ancora in aggiunta è stato sorprendentemente scoperto che possono essere raggiunti contenuti di solidi molto elevati del prodotto solfonato in acqua. La viscosità della massa di reazione del prodotto solfonato aumenta con il progredire della reazione e con la quantità di prodotto solfonato formato. Tuttavia la viscosità sorprendentemente diminuisce ad un certo contenuto di prodotto solfonato. Per esempio quando n è uguale ad un valore medio di 1, quel certo contenuto di solidi è all'incirca il 50 %. Il termine "prodotto solfonato" in questa circostanza si riferisce a qualsiasi molecola che è solfonato e di conseguenza comprende il glicidil etere solfonato della Figura 3, il "dimero" solfonato a cui si è alluso in precedenza e così pure le piccole quantità di trimero e di tetramero presenti. Esso inoltre comprende il materiale solfonato nel quale non ci sono gruppi alcossi. Nonostante che il punto massimo in cui la viscosità della massa di reazione aumenta significativamente una volta di più possa variare, generalmente è presente una quantità di prodotto solfonato di circa 73-75 % in peso, preferibilmente circa il 70 % o superiore al 65 % quando la viscosità può incominciare ad aumentare significativamente al di sopra

del punto in cui essa rimane uguale od incomincia a scendere. Un preferito intervallo è superiore da 50 a circa 70 % del prodotto solfonato. Un contenuto di solidi così alto, ma massa di reazione ancora lavorabile, fornisce un maggiore vantaggio nella manipolazione, nel risparmio dei costi di trasporto, e nella lavorazione del prodotto solfonato in composizioni di pulizia, in modo particolare in una composizione per igiene personale. La lavorabilità (la suscettibilità alla agitazione) della massa di reazione ed un opportuno controllo della reazione esotermica sono facilmente mantenuti.

Come notato nell'articolo di rassegna di Whyte relativo alla sintesi di AGES, possono essere raggiunti contenuti di solidi superiori al 60 % con il sale di potassio, ma difficoltà nel controllo della temperatura ed eccessive viscosità del prodotto rendono indesiderabile raggiungere questi livelli più elevati di solidi. Con questa invenzione sono raggiunti tali livelli di contenuto di solidi nel prodotto mentre si mantengono viscosità di reazione facilmente lavorabili ed un buon controllo della temperatura. Questi elevati contenuti di solidi sono ottenuti mentre si utilizza il sale di sodio della miscela solfito-bisolfito.

Nonostante che le velocità della reazione siano generalmente soddisfacenti, è preferita la presenza di un

catalizzatore per superare od accorciare il periodo iniziale di induzione. E' stato scoperto che un materiale che determina una emulsione della fase acquosa del sale e della fase organica dei materiali di partenza di glicidato (epossi) sostanzialmente accorcia il periodo di tempo globale della sintesi ed anche il periodo di induzione. In effetti sorprendentemente una sintesi non catalizzata di NEGS procede a completamento ad una velocità superiore rispetto ad una sintesi di AGES catalizzata da NEGS. In modo interessante una sintesi AGES catalizzata da NEGS procede più rapidamente rispetto ad una sintesi AGES catalizzata da AGES, entrambe essendo più lente rispetto ad una sintesi NEGS non catalizzata. Naturalmente il procedimento NEGS catalizzato è persino più veloce. Come catalizzatore può essere utilizzato un qualsiasi materiale che sia di ausilio nella formazione di una emulsione delle fasi. Esempi di tali materiali comprendono il prodotto della reazione od analogo (NEGS), AGES, sapone, tensioattivo anionico come solfato, solfonato, sarcosinato e simili. Possono anche essere utilizzati tensioattivi non ionici che siano emulsionanti. Le quantità del catalizzatore non sono eccessivamente significative e per definizione una quantità catalitica è efficace. Questa può variare da almeno 0,1 a circa 15 % in peso della massa di reazione, preferibilmente

all'incirca 1-5 % in peso. All'inizio della reazione può essere utilizzato persino più emulsionante. L'esatta quantità dell'agente emulsionante sarà un compromesso tra la velocità di reazione e la quantità di prodotto desiderato dal lotto di reazione.

Un ulteriore beneficio delle condizioni blande di questo procedimento è che il NEGS può essere sintetizzato nella medesima attrezzatura nella quale sono preparate le composizioni per igiene personale. Come recipiente di reazione può essere utilizzato una semplice vasca od impastatore. Come mezzo di riscaldamento può essere impiegato vapore facilmente disponibile. Successivamente per produrre una composizione di pulizia liquida o solida contenente NEGS possono essere seguite le usuali procedure di produzione di saponi. Come precedentemente stabilito l'impiego dei sali sodici permette la preparazione di una composizione di pulizia solida. Nel procedimento di preparazione della composizione di pulizia possono essere aggiunti ulteriori tensioattivi come sapone, anionici, non ionici, zwitterionici, anfoterici e simili.

Di seguito ci sono esempi e dati dell'invenzione ed esempi comparativi che mostrano i vantaggi del procedimento e della composizione dell'invenzione. Questi

esempi sono intesi esemplificare l'ampio concetto dell'invenzione e non limitare tale concetto.

In questi esempi il glicidato utilizzato è una miscela di glicidati caratterizzati dal fatto che la maggiore porzione del glicidato alcossilato è della struttura della Figura 3 in cui R è alchile da quattordici a quindici atomi di carbonio. R' è idrogeno ed n è un valore medio di 1. Questi materiali sono solfonati e producono il "prodotto solfonato". La percentuale del "prodotto solfonato" è il contenuto dei solidi. Dopo che la sintesi è stata completata un campione da 4 g di miscela di acido è stato accuratamente pesato in un beaker da 100 ml e disciolto in acqua deionizzata. La soluzione è stata trasferita in un pallone volumetrico e portata a 100 ml con acqua deionizzata. Una aliquota (10 ml) di questa soluzione è stata mescolata con 25 ml di indicatore di blu di metilene e 15 ml di cloroformio in un cilindro di mescolamento da 100 ml chiuso di vetro. La miscela è stata titolata con soluzione di Cloruro di Benzetonio (Hyamine 1622) sotto una agitazione vigorosa. Il punto finale era raggiunto quando lo strato acquoso era più blu rispetto allo strato organico (dopo l'aggiunta di un incremento di 0,5 ml). La dimensione del campione è stata approntata in modo che 6-14 ml di

Cloruro di Benzetonio 0,004882 fossero necessari per la titolazione.

Il contenuto in solidi del prodotto solfonato nei campioni è stato calcolato utilizzando la seguente equazione:

$$\% \text{ di Prodotto Solfonato} = \frac{\text{Hyamine} - 0,05 \times \text{Hyamine} \times \text{MW} \times 100}{\text{peso del campione in aliquota} \times 1000}$$

Un ulteriore beneficio della reazione è che la quantità di "olio libero", materiale non ionico, alla fine della reazione è piuttosto basso.

Esempio 1

Sintesi di NEGS in cui n è un valore medio di uno, R' è idrogeno ed R è un alchile lineare di quattordici o quindici atomi di carbonio (approssimativamente 3 % di catalizzatore NEGS)

Una miscela di solfito di sodio (14,4 g, 0,114 moli) e di bisolfito di sodio (35,68 g, 0,243 moli) è stata disciolta in 72,5 grammi di acqua distillata in un reattore di vetro a pareti spesse dotato di condensatore raffreddato ad acqua. Alla suddetta soluzione è stato aggiunto glicidato (epossi) (157,1 g, 0,42 moli). E' stato aggiunto un tensioattivo anionico, alchiletossilatoglicerilettersolfonato, avente gli stessi valori di R ed n come il glicidato (30 g, ingrediente

attivo 33 %, umidità 58,4 %, approssimativamente 3 % in peso) come catalizzatore per iniziare la reazione. la miscela di reazione è stata riscaldata a 95°C, 1 atm. di pressione ed agitata a 200-300 gpm. La reazione è stata controllata durante il suo corso per mezzo del procedimento di titolazione identificato prima. In queste condizioni di reazione sono state necessarie 4 ore per il completamento della reazione ed il 95 % del glicidato è stato trasformato nel sale sodico del prodotto solfonato (NEGS).

Analisi: 62,3 % di prodotto solfonato, 29 % di umidità e 9,4 % di olio libero (sulla base del prodotto solfonato al 100 %).

Esempio 2

Sintesi di NEGS (non catalizzata)

Solfito di sodio (14,4 g, 0,114 moli), bisolfito di sodio (35,7 g, 0,343 moli), glicidato identificato nell'Esempio 1 (157,0 g, 0,424 moli) e 90 g di acqua distillata sono stati pesati ed aggiunti alla reazione. E' è stata utilizzata la medesima procedura come menzionata prima nell'Esempio 1 con la differenza che non è stato impiegato catalizzatore NEGS. Sono state necessarie più di 6 ore per il completamento della reazione ed il 93 % del glicidato è stato trasformato nel prodotto solfonato.

Analisi: 59,7 % di prodotto solfonato, 30 % di umidità e 9,98 % di olio libero (sulla base del prodotto solfonato al 100 %).

Esempio Comparativo 1

Sintesi di AGES (solidi di prodotto, approssimativamente 3 % di catalizzatore NEGS)

Solfito di sodio (14,4 g, 0,114 moli), bisolfito di sodio (35,7 g, 0,343 moli), sono stati disciolti in 72,2 g di acqua distillata. E' stato aggiunto glicidato non etossilato (con una catena alchilica da 14 a 15 atomi di carbonio (137,3 g, 0,425 moli)). Come catalizzatore è stato aggiunto NEGS come definito nell'Esempio 1 (32,3 g, Al 33,3 %, umidità 58,4 %, approssimativamente 3 % in peso). La velocità di reazione è stata sostanzialmente più bassa rispetto alla reazione catalizzata da NEGS dell'Esempio 1. Sono state necessarie 7 ore per il completamento della reazione ed il 95 % del glicidato è stato trasformato nel prodotto solfonato, principalmente alchilgliceriletersolfonato (AGES).

Analisi: 59 % di prodotto solfonato, 31 % di umidità e 9,2 % di olio libero (sulla base del prodotto solfonato al 100 %).

Esempio Comparativo 2

Sintesi di AGES (non catalizzata)

Solfito di sodio (14,4 g, 0,114 moli), bisolfito di sodio (35,7 g, 0,343 moli), sono stati disciolti in 90,9 g di acqua distillata ed è stato aggiunto glicidato come nell'Esempio Comparativo 1 (137,3 g, 0,125 moli). E' è stata utilizzata la medesima procedura come descritto nell'Esempio 1. La reazione è stata molto lenta ed in 7 ore solamente il 2 % del glicidato è stato trasformato in AGES.

Analisi: 2,02 % di prodotto solfonato, 32 % di umidità e 65,9 % di olio libero (sulla base del prodotto solfonato al 100 %).

Esempio 3

NEGS (3 % di sapone, 85/15 di sego/cocco come catalizzatore)

Solfito di sodio (14,4 g, 0,114 moli), bisolfito di sodio (35,7 g, 0,343 moli), sono stati disciolti in 85,5 g di acqua distillata. E' stato aggiunto glicidato dell'esempio 1 (157 g, 0,424 moli). Come catalizzatore è stato aggiunto sapone (85/15 sego/cocco; umidità 30 %, approssimativamente 3 % in peso). La reazione è stata più rapida rispetto alla reazione NEGS non catalizzata; tuttavia essa è stata più lenta rispetto alla reazione catalizzata da NEGS. Dopo 7 ore l'86,2 % del glicidato è stato trasformato nel prodotto solfonato.

Analisi: 53,5 % di prodotto solfonato e 29 % di umidità

I risultati sono riassunti nella Tabella seguente.

Esempio	Prodotto	% di Glicidato		
		3 % di catalizzatore	Tempo di reazione ore	trasformato in prodotto
1	NEGS	Si	4	95
2	NEGS	No	6+	93
Comp. 1	AGES	Si	7	95
Comp. 2	AGES	No	7	2

La superiorità del procedimento di preparazione di NEGS rispetto ai parametri dello stesso procedimento nella preparazione di AGES è chiara. Persino la reazione NEGS non catalizzata è più rapida della reazione AGES catalizzata.

Esempio 4

Sono state effettuate numerose reazioni NEGS per fornire differenti concentrazioni di prodotto solfonato nella massa di reazione. Questa concentrazione di prodotto solfonato è anche denominata contenuto percentuale di solidi. Dopo il completamento della reazione il prodotto solfonato (contenuto % di solidi) è stato sottoposto a saggio e la viscosità della massa di reazione è stata misurata su un Carrimed Rheometer dalla TA Instrument. La viscosità è stata misurata a differenti velocità di ta-

ING. BARZANO' & ZANARDO ROMA S.p.A.

glio, le velocità di taglio essendo variate per mezzo del Rheometer. Di seguito ci sono i risultati.

Contenuto % di solidi	Velocità di taglio sec ⁻¹	Viscosità Pa. s.
33	22,76	5,33
44	23,17	11,28
50	23,19	13,98
65	24,49	6,55
33	43,85	3,64
44	43,99	7,97
50	44,17	8,33
65	43,47	4,94
33	74,21	2,48
44	69,83	3,73
50	71,60	5,36
65	72,56	4,94

Questi dati mostrano che il contenuto di solidi aumenta alla stessa velocità di taglio, la viscosità aumenta fino a circa il 50 %; successivamente, fino ad almeno il 65 % di contenuto di solidi, la viscosità è ridotta od almeno rimane uguale.

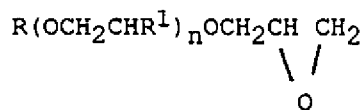
UN MANDATARIO
per se e per gli altri
Antonio Tallero
(N° d'iscr. 171)

Tallero

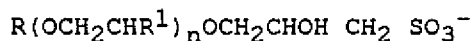


ING. BARZANO & ZANARDO ROMA S.p.A.

1. Procedimento per la preparazione di solfonati di alchil gliceril eteri alcossilati che comprende la reazione alla presenza di acqua ed in assenza di alcool etilico di una miscela di glicidil eteri alcossilati aventi come maggiore quantità di materiale alcossilato



con un sale di una miscela di solfito bisolfito ad una temperatura uguale od inferiore a circa 110°C caratterizzato dal fatto che R è un alchile od alchenile da 10 a 20 atomi di carbonio, compresi. R' è idrogeno oppure metile ed n ha un valore medio da 1 a 10 ed ottenimento di un prodotto alcossilato solfonato avente come quantità maggiore di detto prodotto alcossilato un sale di



2. Procedimento in accordo con la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che R' è idrogeno ed n ha un valore medio da uno a quattro.

3. Procedimento in accordo con la rivendicazione 2 caratterizzato dal fatto che la temperatura è uguale od inferiore a circa 100°C ed n è un valore medio di 1.

4. Procedimento in accordo con la rivendicazione 3 caratterizzato dal fatto che la temperatura è almeno temperatura ambiente.

ING. BARZANO & ZANARDO ROMA S.p.A.

5. Procedimento in accordo con la rivendicazione 4 caratterizzato dal fatto che la temperatura è almeno circa 50°C.
6. Procedimento in accordo con la rivendicazione 3 caratterizzato dal fatto che R è da dodici a quindici atomi di carbonio inclusi.
7. Procedimento in accordo con la rivendicazione 6 caratterizzato dal fatto che R è almeno principalmente alchile.
8. Procedimento in accordo con la rivendicazione 7 caratterizzato dal fatto che R è lineare.
9. Procedimento in accordo con la rivendicazione 5 caratterizzato dal fatto che il catione della miscela solfito bisolfito è sodio o potassio.
10. Procedimento in accordo con la rivendicazione 9 caratterizzato dal fatto che il catione è sodio.
11. Procedimento in accordo con la rivendicazione 10 caratterizzato dal fatto che la % in peso di solfito nella miscela di solfito bisolfito è all'incirca dal 15 al 30 % in peso.
12. Procedimento in accordo con la rivendicazione 8 caratterizzato dal fatto che il contenuto in solidi della massa di reazione è all'incirca dal 50 al 73 % in peso della massa di reazione.

13. Procedimento in accordo con la rivendicazione 12 caratterizzato dal fatto che il contenuto in solidi è da sopra 50 a circa 70 % in peso.
14. Procedimento in accordo con la rivendicazione 2 caratterizzato dal fatto che il prodotto solfonato preparato nella rivendicazione 1 è ulteriormente trattato in una composizione di pulizia.
15. Procedimento in accordo con la rivendicazione 14 caratterizzato dal fatto che la composizione di pulizia è in forma di stecca ed n è un valore medio di 1.
16. Procedimento in accordo con la rivendicazione 15 caratterizzato dal fatto che il sale è sodico.
17. Procedimento in accordo con la rivendicazione 2 caratterizzato dal fatto che il procedimento è effettuato in una attrezzatura che è normalmente utilizzata per produrre sapone.
18. Procedimento in accordo con la rivendicazione 17 caratterizzato dal fatto che il procedimento è effettuato in una vasca o impastatore.
19. Procedimento in accordo con la rivendicazione 18 caratterizzato dal fatto che l'attrezzatura è un impastatore.
20. Procedimento in accordo con la rivendicazione 2 caratterizzato dal fatto che nel procedimento è utiliz-

zato un catalizzatore in quantità per ridurre il tempo di induzione della reazione.

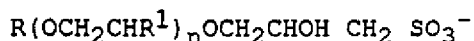
21. Procedimento in accordo con la rivendicazione 20 caratterizzato dal fatto che il catalizzatore aiuta nella formazione di una emulsione di una fase acquosa e di una fase organica.

22. Procedimento in accordo con la rivendicazione 21 caratterizzato dal fatto che il catalizzatore è un tensioattivo anionico ed n è un valore medio di 1.

23. Procedimento in accordo con la rivendicazione 22 caratterizzato dal fatto che il tensioattivo è scelto dal gruppo costituito da un prodotto della rivendicazione 1, sapone, un solfonato di alchil gliceril etere oppure una miscela di due o più di questi tensioattivi.

24. Composizione comprendente

(a) composizione solfonata alcossilata avente come quantità maggiore dei componenti alcossilati un sale di



caratterizzato dal fatto che R è alchile od alchenile da dieci a venti atomi di carbonio, R^1 è idrogeno o metile ed n è un valore medio da uno a dieci, e

(b) acqua

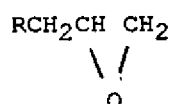
caratterizzata dal fatto che il contenuto di solidi della composizione è all'incirca dal 50 al 73 % in peso di (a).

25. Composizione in accordo con la rivendicazione 24 caratterizzata dal fatto che il contenuto di solidi è da più del 50 a circa 70 % in peso.

26. Composizione in accordo con la rivendicazione 24 caratterizzata dal fatto che R è alchile da 12 a 15 atomi di carbonio, compresi, R' è idrogeno, n è un valore medio di 1 ed il sale è sodico.

27. Composizione in accordo con la rivendicazione 25 caratterizzata dal fatto che R è alchile da 12 a 15 atomi di carbonio, compresi, R' è idrogeno, n è un valore medio di 1 ed il sale è **potassio**.

28. Procedimento che comprende la reazione di un glicidato della formula



caratterizzato dal fatto che R è un alchile od alchenile da 10 a 20 atomi di carbonio con un sale di solfito, sale di bisolfito oppure una miscela di sale di solfito bisolfito alla presenza di un sale di un solfonato della formula



caratterizzato dal fatto che R₁ è alchile od alchenile da dieci a venti atomi di carbonio, R¹ è idrogeno o metile ed n è un valore medio da uno a dieci.

29. Procedimento in accordo con la rivendicazione 28
caratterizzato dal fatto che il solfonato è in quantità
per emulsionare una fase acquosa od una fase organica.

Roma, 13 OTT. 1994

p.p. Colgate-Palmolive Company

Ing. Barzanò & Zanardo Roma S.p.A.

LB/14277

UN MANDATARIO
per se e per gli altri
Antonio Taliensio
(N° d'iscr. 171)

Taliensio

ING. BARZANO' & ZANARDO ROMA S.p.A.

