



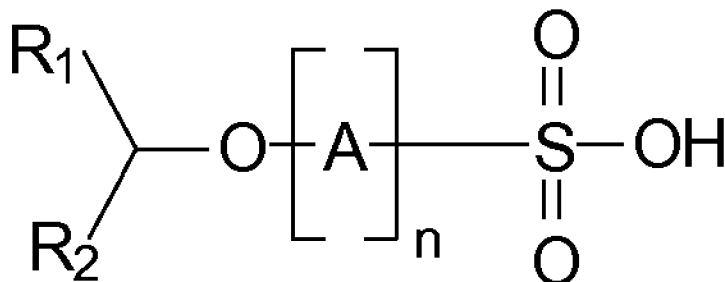
(12) **DEMANDE DE BREVET CANADIEN
CANADIAN PATENT APPLICATION**

(13) **A1**

(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2018/11/08
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2019/05/16
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2020/04/23
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 2018/052763
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2019/092368
(30) Priorité/Priority: 2017/11/10 (FR1760597)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C07C 305/10* (2006.01),
B01F 17/00 (2006.01), *C11D 1/29* (2006.01)
(71) Demandeur/Applicant:
ARKEMA FRANCE, FR
(72) Inventeurs/Inventors:
GILLET, JEAN-PHILIPPE, FR;
GONZALEZ LEON, JUAN ANTONIO, FR;
BOURET, CARL, FR
(74) Agent: ROBIC

(54) Titre : SULFATES D'ALCOOLS SECONDAIRES ALCOXYLES
(54) Title: ALKOXYLATED SECONDARY ALCOHOL SULFATES



(I)

(57) Abrégé/Abstract:

L'invention concerne les composés de formule (I) dans laquelle R_1 et R_2 représentent un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé ou insaturé, comprenant de 1 à 6 atomes de carbone, la somme des atomes de carbone des groupements R_1 et R_2 allant de 2 à 7, A représente un enchaînement d'un ou plusieurs motifs oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, oxyde de butylène et leurs mélanges, et n est un nombre entier compris entre 1 et 100 bornes incluses, ainsi que ses sels minéraux ou organiques. L'invention concerne également l'utilisation des composés de formule (I), et/ou un de ses sels, comme agent tensioactif, agent de mouillage, détergent, agent émulsifiant, dispersant, inhibiteur de corrosion, et autres. L'invention concerne également les compositions comprenant au moins un composé de formule (I), et/ou un de ses sels.

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international(10) Numéro de publication internationale
WO 2019/092368 A1(43) Date de la publication internationale
16 mai 2019 (16.05.2019)(51) Classification internationale des brevets :
C07C 305/10 (2006.01) C11D 1/29 (2006.01)
B01F 17/00 (2006.01)(74) Mandataire : PRAS, Jean-Louis ; 420, rue d'Estienne
d'Orves, 92705 COLOMBES CEDEX (FR).(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2018/052763(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO,
AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA,
CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ,
EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR,
HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR,
KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG,
MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,
PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC,
SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR,
TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.(22) Date de dépôt international :
08 novembre 2018 (08.11.2018)

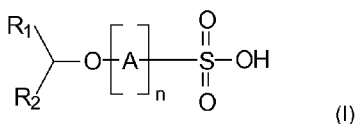
(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1760597 10 novembre 2017 (10.11.2017) FR(71) Déposant : ARKEMA FRANCE [FR/FR] ; 420 rue
d'Estienne d'Orves, 92700 COLOMBES (FR).(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM,
KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), eurasiatique (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM),
européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES,
FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK,
MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI(72) Inventeurs : GILLET, Jean-Philippe ; 39, Rue du Ga-
rel, 69530 BRIGNAIS (FR). GONZALEZ LEON, Juan
Antonio ; 10 rue Saint Fulbert, 69008 LYON (FR). BOU-
RET, Carl ; 67 rue Chateaubigny, 36000 CHATEAU-
ROUX (FR).

(54) Title: ALKOXYLATED SECONDARY ALCOHOL SULFATES

(54) Titre : SULFATES D'ALCOOLS SECONDAIRES ALCOXYLÉS



(57) **Abstract:** The invention relates to the compounds of formula (I), in which R₁ and R₂ represent a linear, branched or cyclic, saturated or unsaturated hydrocarbon group, comprising 1 to 6 carbon atoms, wherein the sum of the carbon atoms of the groups R₁ and R₂ is from 2 to 7, A represents a chain of one or a plurality of units of ethylene oxide, propylene oxide, butylene oxide and the mixtures thereof, and n is an integer between 1 and 100 inclusive. The invention also relates to the mineral or organic salts thereof. The invention further relates to the use of the compounds of formula (I) and/or to one of the salts thereof as a surfactant, a wetting agent, a detergent, an emulsifying agent, a dispersant, a corrosion inhibitor, and the like. The invention further relates to the compositions comprising at least one compound of formula (I) and/or to one of the salts thereof.

(57) **Abrégé :** L'invention concerne les composés de formule (I) dans laquelle R₁ et R₂ représentent un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé ou insaturé, comprenant de 1 à 6 atomes de carbone, la somme des atomes de carbone des groupements R₁ et R₂ allant de 2 à 7, A représente un enchaînement d'un ou plusieurs motifs oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, oxyde de butylène et leurs mélanges, et n est un nombre entier compris entre 1 et 100 bornes incluses, ainsi que ses sels minéraux ou organiques. L'invention concerne également l'utilisation des composés de formule (I), et/ou un de ses sels, comme agent tensioactif, agent de mouillage, détergent, agent émulsifiant, dispersant, inhibiteur de corrosion, et autres. L'invention concerne également les compositions comprenant au moins un composé de formule (I), et/ou un de ses sels.

WO 2019/092368 A1 

(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML,
MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée:

- *avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))*
- *avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues (règle 48.2(h))*

SULFATES D'ALCOOLS SECONDAIRES ALCOXYLÉS

5 **[0001]** La présente invention concerne le domaine général des alcools secondaires alcoxylés auxquels on fait subir une réaction de sulfatation.

[0002] La sulfatation des alcools organiques est une voie bien connue pour obtenir des sulfates d'alcools organiques. Les sulfates d'alcools gras sont connus en tant que tensioactifs dans différentes applications. En effet, ils sont dotés d'un certain nombre de propriétés intrinsèques en comparaison avec d'autres tensioactifs cationiques et anioniques.

[0003] L'intermédiaire principal pour la synthèse de sulfates d'alcools organiques est l'alcool organique lui-même. Différentes propriétés pour un sulfate d'alcool peuvent être obtenues, selon l'alcool organique choisi comme matière première.

15 **[0004]** Les alcools organiques utilisés pour synthétiser ces sulfates peuvent être de nature très différente, par exemple : linéaires ou ramifiés, de petite ou de grande masse molaire, mono ou plurifonctionnel, entre autres.

[0005] Ils peuvent être aussi des alcools organiques qui ont subi une étape d'alcoxylation, dans laquelle un ou plusieurs motifs d'un oxyde d'alkyle, par exemple d'oxyde d'éthylène, d'oxyde de propylène, d'oxyde de butylène, ont été incorporés audit alcool organique.

[0006] La synthèse des sulfates d'alcools organiques présente un réel intérêt industriel, tout particulièrement lorsque cette synthèse est simple à mettre en œuvre et peu onéreuse, notamment à partir de matières premières disponibles et facilement modifiables pour obtenir des propriétés différentes.

25 **[0007]** En outre, à l'heure où l'enjeu environnemental est véritablement important, l'utilisation d'un réactif bio-sourcé ou biodégradable et présentant un bon profil écotoxicologique est tout à fait intéressant à envisager.

[0008] Les alcoxyllats d'alcools secondaires représentent une famille de composés offrant un large éventail de propriétés. En effet, les applications sont multiples. Ils peuvent notamment être utilisés en tant que solvants, en tant qu'hydrotopes ou encore en tant que tensioactifs non ioniques. Ils peuvent également jouer le rôle de matière première pour d'autres composés tels que les étheramines ou des tensioactifs anioniques obtenus par phosphatation ou sulfatation. Ainsi, les alcoxyllats d'alcools secondaires constituent une classe de composés revêtant un intérêt industriel majeur pour de nombreux acteurs.

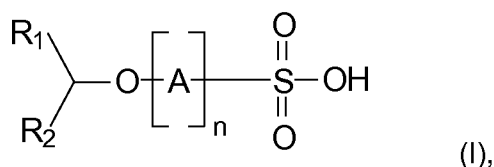
— 2 —

[0009] De manière classique, les alcoxyllats d'alcools secondaires sont synthétisés à l'aide d'une catalyse basique, en utilisant par exemple de l'hydroxyde de potassium. Un autre type de catalyseur peut également être employé, le catalyseur de type cyanure dimétallique, communément appelé catalyseur DMC. Divers documents font référence à l'alcoxylation de divers composés, dont les alcools, par une catalyse basique et/ou par une catalyse DMC.

[0010] Ainsi, il est recherché un sulfate d'alcool secondaire, ledit alcool étant à chaîne courte et alcoxylé, dont l'alcoxylation est réalisée par un procédé simple et permet un développement industriel et commercial à faible coût. Il serait également avantageux de développer un procédé de préparation de ces sulfates mettant en œuvre des alcools secondaires alcoxylés dont le composé de départ est un réactif bio-sourcé et biodégradable.

[0011] La présente invention a pour objet de proposer une solution permettant de résoudre les problèmes mentionnés ci-dessus.

[0012] L'invention a pour objet les composés de formule (I) suivante :



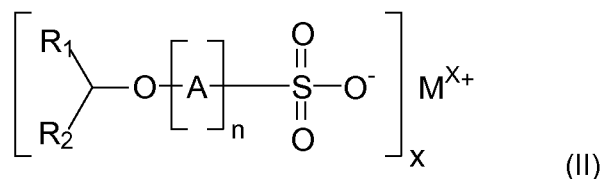
dans laquelle :

- les groupements R_1 et R_2 , identiques ou différents, représentent, indépendamment l'un de l'autre, un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé ou insaturé, comprenant de 1 à 6 atomes de carbone, étant entendu que la somme des atomes de carbone des groupements R_1 et R_2 va de 2 à 7, R_1 et R_2 pouvant former ensemble et avec l'atome de carbone qui les porte, un cycle à 6, 7 ou 8 sommets,
- A représente un enchaînement d'un ou plusieurs motifs choisis parmi les motifs oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, oxyde de butylène et leurs mélanges, et
- n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 1 et 100, de préférence entre 2 et 100, de préférence encore entre 3 et 100, plus particulièrement entre 5 et 100, et de manière très préférée entre 10 et 100.

[0013] La présente invention a également pour objet les sels des composés de formule (I) ci-dessus avec un ou plusieurs groupements cationiques porteurs d'au moins un cation choisi parmi cation ammonium, cation métallique, cation azoté, cation boré, cation phosphoré.

— 3 —

[0014] Des exemples de ces sels peuvent être décrits par la formule (II) suivante :



dans laquelle :

- M^{X+} représente un groupement cationique porteur d'au moins un cation choisi parmi cation ammonium, cation métallique, cation azoté, cation boré, cation phosphoré,
- x est un nombre entier allant de 1 à 7, et
- R_1 , R_2 , A et n étant tels que définis précédemment.

[0015] La présente invention a également pour objet un mélange d'au moins un composé de formule (I) et d'au moins un composé de formule (II). Dans la suite du présent exposé, et sauf indication contraire, l'expression « composé de formule (I) » désigne au moins un composé de formule (I) ou au moins un de ses sels de formule (II) ou un mélange d'au moins un composé de formule (I) avec au moins un de ses sels de formule (II).

[0016] Un autre objet de l'invention est l'utilisation du composé de formule (I) selon l'invention, en tant qu'agent tensioactif, agent tensio-actif à faible pouvoir moussant (« low-foaming surfactant » en langue anglaise), agent de mouillage, agent moussant, hydrotrophe, détergent, solvant, solvant réactif, agent de coalescence, compatibilisant, agent émulsifiant, dispersant, intermédiaire chimique, inhibiteur de corrosion, désémulsionnant, plastifiant, séquestrant, inhibiteur de dépôts minéraux, liquide ionique, stabilisant, lubrifiant, additif pour bitumes, additif pour désencrage, agent gélifiant dans les huiles, collecteur de flottation pour les minerais, adjuvant de fabrication (« processing aid » en langue anglaise) dans la manufacture des objets plastiques, agent antistatique, additif pour les revêtements d'engrais, pour la protection des plantes, pour le traitement des textiles et pour la récupération assistée du pétrole, pour la production d'électrodes et d'électrolytes pour batteries.

[0017] D'autres avantages et caractéristiques de l'invention apparaîtront plus clairement à l'examen de la description détaillée. Il est précisé que les expressions « de... à... » utilisées dans la présente description doivent s'entendre comme incluant chacune des bornes mentionnées.

[0018] Au sens de la présente invention, on entend par « motif oxyde d'éthylène » le motif issu de l'oxyde d'éthylène après ouverture du cycle oxirane. De même on entend par « motif oxyde de propylène » le motif issu de l'oxyde de propylène après ouverture du cycle oxirane. De manière similaire également, on entend par « motif oxyde de butylène » le motif issu de l'oxyde de butylène après ouverture du cycle oxirane.

— 4 —

[0019] Le composé selon l'invention est un composé de formule (I) telle que mentionnée ci-dessus ou un de ses sels de formule (II) telle que mentionnée ci-dessus.

[0020] En d'autres termes, les groupements R_1 et R_2 , avec l'atome de carbone auquel ils sont rattachés, désignent un radical secondaire comprenant de 3 à 8 atomes de carbone, de préférence de 6 à 8 atomes de carbone.

[0021] De préférence, les groupements R_1 et R_2 , identiques ou différents, sont choisis, indépendamment l'un de l'autre, parmi les radicaux méthyle, éthyle, n-propyle, *iso*-propyle, n-butyle, *sec*-butyle, *tert*-butyle, pentyles, et hexyles.

[0022] De préférence, le radical formé par R_1 , R_2 et l'atome de carbone auquel ils sont rattachés, est choisi parmi le radical 2-octyle et le radical 4-méthyl-2-pentyle. Plus particulièrement, le radical formé par R_1 , R_2 et l'atome de carbone auquel ils sont rattachés est le radical 2-octyle.

[0023] Avantageusement, n est compris entre, bornes incluses, 1 et 75, de préférence entre 2 et 75, de préférence encore entre 3 et 75, plus particulièrement entre 5 et 75, et de manière très préférée entre 10 et 75.

[0024] Avantageusement, n est compris entre, bornes incluses, 1 et 50, de préférence entre 2 et 50, de préférence encore entre 3 et 50, plus particulièrement entre 5 et 50, et de manière très préférée entre 10 et 50.

[0025] Avantageusement, n est compris entre, bornes incluses, 1 et 30, de préférence entre 2 et 30, de préférence encore entre 3 et 30, plus particulièrement entre 5 et 30, et de manière très préférée entre 10 et 30.

[0026] De préférence, n va de 2 à 30.

[0027] Comme indiqué précédemment, A représente un enchaînement d'un ou plusieurs motifs choisis parmi les motifs oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, oxyde de butylène et leurs mélanges. Selon un mode de réalisation particulier, lorsque le composé de formule (I) comporte un mélange desdits motifs différents, ils peuvent être répartis de manière aléatoire, alternée ou par blocs.

[0028] Selon un mode de réalisation préféré, A représente un enchaînement d'au moins un motif oxyde d'éthylène et d'au moins un motif oxyde de propylène, répartis de manière alternée, aléatoire ou par blocs.

[0029] Selon encore un autre mode de réalisation préféré, A représente un enchaînement d'au moins un motif oxyde d'éthylène et d'au moins un motif oxyde de butylène, répartis de manière alternée, aléatoire ou par blocs.

— 5 —

[0030] Selon encore un autre mode de réalisation préféré, A représente un enchaînement d'au moins un motif oxyde de propylène et d'au moins un motif oxyde de butylène, répartis de manière alternée, aléatoire ou par blocs.

[0031] Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, le groupe formé par R₁, R₂ et l'atome de carbone auquel R₁ et R₂ sont attachés représente le radical 2-octyle, n va de 3 à 15, et A représente un enchaînement d'un ou plusieurs motifs choisis parmi les motifs oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, oxyde de butylène et leurs mélanges.

[0032] L'invention porte également sur les mélanges des sulfates d'alcool secondaire selon la formule (I) tels que définis ci-dessus.

[0033] L'invention a également pour objet les sels des composés de formule (I) telle que définie ci-dessus.

[0034] Plus précisément l'invention a pour objet le composé de formule (I) sous forme de sel avec un cation alcalin, un cation alcalino-terreux, un cation métallique ou avec un composé organique, incluant les bases organiques.

[0035] Comme indiqué précédemment, ces sels peuvent être des sels d'addition d'un composé de formule (I) avec une base, organique ou minérale.

[0036] Ces sels peuvent être des sels d'amines organiques, lesdites amines pouvant contenir un ou deux ou plusieurs groupements amine. Les amines utilisables pour salifier les composés de formule (I) telle que définie précédemment, sont choisies de préférence, et à titre non imitatif, parmi les alkylamines, les cycloalkylamines, les amines aromatiques, et les alcanolamines, lesdites amines pouvant être primaires, secondaires ou tertiaires, et pouvant être également alcoxylées.

[0037] Les composés de formule (I) peuvent également être des sels d'amines hétérocycliques ou d'urée. Les sels des composés de formule (I) avec le cation ammonium (NH₄⁺) font également partie de l'invention.

[0038] Ces sels peuvent être des sels inorganiques. Avantagusement, ce sont les sels des composés de la formule (I) avec les éléments de la colonne 1 du tableau périodique des éléments (métaux alcalins) comme par exemple le lithium, le sodium, le potassium, le rubidium et le césium.

[0039] Selon un autre mode de réalisation avantageux de la présente invention, les sels des composés de formule (I) sont les sels avec les éléments de la colonne 2 du tableau périodique des éléments (alcalino-terreux), par exemple le magnésium et le calcium.

[0040] Selon encore un autre mode de réalisation avantageux de la présente invention, les sels des composés de formule (I) sont les sels avec les éléments des colonnes 3 à 13 du tableau périodique des éléments (métaux de transition), par exemple vanadium, manganèse, cobalt, zirconium, yttrium, fer, cadmium, aluminium et zinc.

— 6 —

[0041] Encore selon un autre mode de réalisation avantageux de la présente invention, les sels des composés de la formule (I) sont ceux avec les terres rares (lanthanides et actinides), comme par exemple lanthane, cérium, thorium, uranium et plutonium.

[0042] Le composé de formule (I) selon la présente invention peut être obtenu
5 avantageusement par sulfatation d'un alcool secondaire alcoxylé, selon les méthodes bien connues de l'homme du métier. Par exemple, la sulfatation consiste à faire réagir l'alcool secondaire avec un composé sulfaté choisi parmi le trioxyde de soufre, l'acide sulfurique, l'oléum, le trioxyde de soufre, les complexes des trioxydes du soufre, l'acide sulfamique, l'acide chlorosulfonique, entre autres.

[0043] Comme indiqué précédemment, la synthèse de ces sulfates et les caractéristiques
10 de leurs procédés de préparation sont connus de l'homme du métier et sont par exemple décrits par X. Domingo dans « *Anionic Surfactants* », vol. 5, H. W. Stache, (1996), pages 224-279, « *Encyclopedia of Chemical Technology* », Kirk Othmer, 4^e édition, (1997), vol. 23, pp. 146-175 ; « *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry* », 5^e édition, Elvers,
15 B., Hawkins, S., Schulz, G., (1994), vol. A25, pp. 778-783.

[0044] De manière préférée, l'alcool secondaire utilisé pour synthétiser le composé de formule (I) est choisi parmi le 2-octanol et le méthylisobutylcarbinol, de préférence l'alcool secondaire est le 2-octanol.

[0045] Cet alcool présente un intérêt particulier à plusieurs titres. En effet, il s'agit d'un
20 produit bio-sourcé, biodégradable et présentant un bon profil écotoxicologique. En outre, le point d'ébullition du 2-octanol est élevé et son prix de revient est tout à fait raisonnable.

[0046] Selon un mode de réalisation préféré, l'alcoxylation de l'alcool secondaire utilisé pour synthétiser le composé de formule (I) est obtenu à l'aide d'un catalyseur de type cyanure dimétallique, encore appelé catalyseur DMC. De manière préférée, le catalyseur
25 de type cyanure dimétallique peut être de toute nature connue de l'homme du métier. Ce catalyseur est notamment décrit dans les brevets US6429342, US6977236 et PL398518. Plus particulièrement, le catalyseur utilisé est l'hexacyanocobaltate de zinc, par exemple commercialisé par la Société Bayer sous le nom Arcol[®] ou encore par la société Mexeo sous la dénomination MEO-DMC[®].

[0047] Un autre objet de l'invention est l'utilisation du composé de formule (I) selon
30 l'invention définie précédemment, et/ou un de ses sels, seul ou en mélange, comme agent tensioactif, agent tensio-actif à faible pouvoir moussant, agent de mouillage, agent moussant, hydrotrope, détergent, solvant, solvant réactif, agent de coalescence, compatibilisant, agent émulsifiant, dispersant, intermédiaire chimique, inhibiteur de
35 corrosion, désémulsionnant, plastifiant, séquestrant, inhibiteur de dépôts minéraux, liquide

— 7 —

ionique, stabilisant, lubrifiant, additif pour bitumes, additif pour désencrage, agent gélifiant dans les huiles, collecteur de flottation pour les minerais, adjuvant de fabrication dans la manufacture des objets plastiques, agent antistatique, additif pour les revêtements d'engrais, pour la protection des plantes, pour le traitement des textiles et pour la
5 récupération assistée du pétrole, pour la production d'électrodes et d'électrolytes pour batteries, pour ne citer que certaines applications parmi les plus courantes connues pour ce type de composés.

[0048] Selon encore un autre objet, la présente invention concerne une composition comprenant au moins un composé de formule (I) tel que défini précédemment, et/ou un de
10 ses sels, seul ou en mélange, avec un ou plusieurs solvants aqueux, organiques, hydro-organiques, tels que par exemple eau, alcools, glycols, polyols, huiles minérales, huiles végétales, et autres, seuls ou en mélanges de deux ou plusieurs d'entre eux, en toutes proportions.

[0049] La composition selon l'invention peut également contenir un ou plusieurs additifs
15 et charges bien connus de l'homme du métier, tels que par exemple, et à titre non limitatif, tensio-actifs anioniques, cationiques, amphotères, non-ioniques, modificateurs de rhéologie, dés-émulsionnants, agents anti-dépôt, agents anti-mousse, dispersants, agents de contrôle du pH, colorants, anti-oxydants, conservateurs, inhibiteurs de corrosion, biocides, et autres additifs tels que par exemple produits soufrés, borés azotés,
20 phosphatés, et autres. Les natures et quantités des additifs et charges peuvent varier dans de grandes proportions selon la nature de l'application envisagée et pourront facilement être adaptées par l'homme du métier.

[0050] L'invention est à présent illustrée par les exemples suivants, qui ne sont nullement
25 limitatifs.

EXEMPLES

[0051] Le 2-octanol (CAS RN 123-96-6) utilisé est le 2 octanol Oleris® de grade « Refined » (pureté > 99%), commercialisé par Arkema France.

Exemple 1 : Synthèse du sulfate de 2-octanol propoxylé.

Étape 1a : Propoxylation du 2-octanol

[0052] Dans un autoclave de 4 L, propre et sec, on charge 591 g (4,54 mol) de 2-octanol séché à moins de 200 ppm d'eau et 0,06 g (100 ppm) de catalyseur DMC Arcol®. Le réacteur est refermé, purgé à l'azote et l'étanchéité sous pression est vérifiée. On
35 pressurise le réacteur à l'azote sous 0,225 MPa à 27°C.

— 8 —

[0053] Le milieu réactionnel est porté à 90°C sous agitation, puis la température est augmentée jusqu'à 120°C. À cette température de 120°C, on introduit 40 g d'oxyde de propylène. Lorsque l'amorçage de la réaction est constaté, on introduit le reste de l'oxyde de propylène, soit en tout 792 g (13,62 M) sur une durée de 60 minutes, à une température

5 de 140-150°C. En fin d'addition, on maintient la température pendant 30 minutes puis on élimine par balayage sous courant d'azote (« stripping ») l'oxyde de propylène résiduel. On refroidit le réacteur à 60°C et on soutire 1381 g de 2-octanol alcoxylé comprenant 3 motifs oxyde de propylène (3 OP).

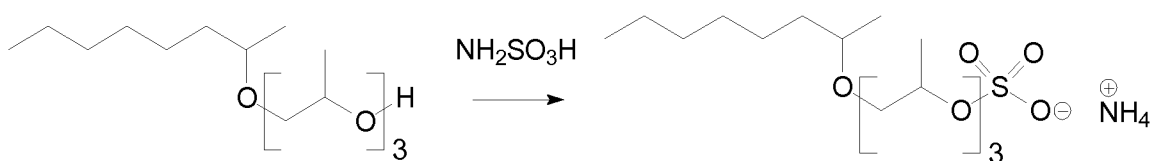
Étape 1b : Sulfatation du 2-octanol propoxylé

10 **[0054]** Dans un réacteur agité de 500 cm³ muni d'une agitation, d'une ampoule de coulée à solide et d'un inertage à l'azote, on charge le 2-octanol propoxylé à 3 OP (304 g ; 1 M) obtenu à l'Étape 1a ci-dessus. On porte à 110°C sous agitation et barbotage d'azote. On vérifie par dosage la teneur en eau qui doit être inférieure à 2500 ppm. On porte ensuite la température à 130°C et on commence à introduire l'acide sulfamique (101,5 g ; 1,05 M). La

15 vitesse d'introduction est gérée pour maintenir une température de 130°C. On laisse ensuite sous agitation pendant 1 heure à 130°C.

[0055] On refroidit ensuite à 70°C. On ajoute ensuite goutte à goutte une solution aqueuse ammoniacale 0,05 M, de façon à neutraliser l'excès d'acide sulfamique. On vidange ensuite en flacon. On récupère 390 g de produit.

20 **[0056]** La réaction est schématisée ci-dessous :



Exemple 2 : sulfate de 2-octanol éthoxylé

Étape 2a : éthoxylation du 2-octanol

25 **[0057]** Dans un autoclave de 4L, propre et sec, on charge 619 g (4,76 M) de 2-octanol séché à moins de 200 ppm d'eau et 0,06 g (100 ppm) de catalyseur DMC Arcol®. Le réacteur est refermé, purgé à l'azote et l'étanchéité sous pression est vérifiée. On pressurise le réacteur à l'azote sous 0,269 MPa à 20°C.

30 **[0058]** Le milieu réactionnel est porté à 120°C sous agitation. À cette température de 120°C, on introduit 40 g d'oxyde d'éthylène. Lorsque l'amorçage de la réaction est constaté, on introduit le reste de l'oxyde d'éthylène soit en tout 628 g (14,27 M) pendant 60 minutes à une température de 140-150°C. En fin d'addition, on maintient la température pendant

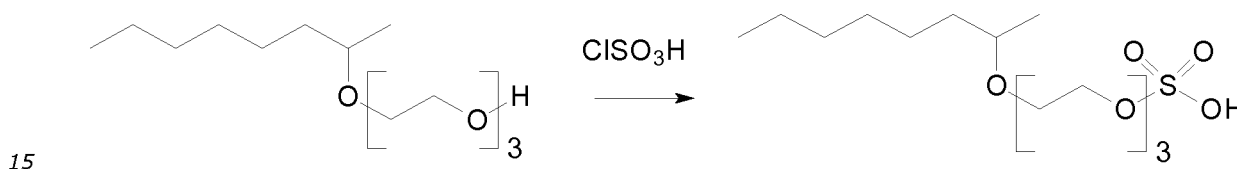
30 minutes, puis on strippe à l'azote l'oxyde d'éthylène résiduel. On refroidit le réacteur à 60°C et on soutire 1240 g de 2-octanol alcoxylé comprenant 3 motifs oxyde d'éthylène. (IOH : 210 mg de KOH/g et coloration de 26 Hz).

Étape 2b : sulfatation du 2-octanol éthoxylé

5 **[0059]** Dans un réacteur de 500 cm³, sous atmosphère d'azote, on charge 262 g (1 M) de 2-octanol éthoxylé obtenu à l'Étape 2a, puis 116 g (1 M) d'acide chlorosulfonique sont alors ajoutés goutte à goutte sous agitation. L'addition d'acide chlorosulfonique est réalisée tout en contrôlant la température qui ne doit pas dépasser 30°C. À la fin de l'addition, la température du réacteur est maintenue à 30°C pendant 20 minutes sous agitation. L'acide chlorhydrique est éliminé en continu par un barbotage d'azote dans le milieu réactionnel.

10 **[0060]** La réaction est suivie par la quantité d'acide chlorhydrique produit. Il est considéré que la réaction est terminée lorsque les valeurs ne varient pas. On récupère environ 340 g de sulfate de 2-octanol alcoxylé comprenant 3 motifs oxyde d'éthylène (3 OE).

[0061] La réaction est schématisée ci-dessous :



Exemple 3 : Salification avec l'hydroxyde de sodium

20 **[0062]** Dans un réacteur de 1 L, on charge 342 g (1 M) du sulfate de 2-octanol éthoxylé obtenu comme décrit précédemment (exemple 4). Sont ajoutés ensuite 80 g (2 M) d'hydroxyde de sodium sous agitation. À la fin de l'addition, la température du réacteur est maintenue à 60°C pendant 15 minutes sous agitation. Le réacteur est ensuite refroidi et le produit est isolé.

[0063] On récupère environ 380 g du sel de sodium du sulfate de 2-octanol alcoxylé comprenant 3 motifs oxyde d'éthylène.

25

Exemple 4 : Salification avec une amine grasse

30 **[0064]** Dans un réacteur de 1 L, on charge 342 g (1 M) du sulfate de 2-octanol éthoxylé obtenu à l'exemple 2 comme décrit précédemment. Le réacteur est chauffé à 80°C, puis 259 g (1 M) d'une amine grasse comportant une chaîne d'environ 18 atomes de carbone commercialisée par Arkema France sous le nom de NORAM SH[®] sont alors ajoutés sous agitation, tout en contrôlant la température qui ne doit pas dépasser 80°C. À la fin de

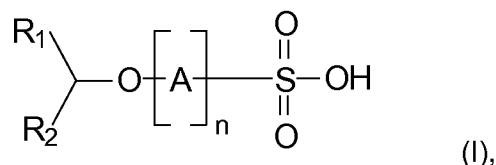
— 10 —

l'addition, la température du réacteur est maintenue à 80°C pendant 15 minutes sous agitation. Le réacteur est ensuite refroidi et le produit synthétisé est récupéré.

[0065] On récupère ainsi environ 600 g du sel d'amine grasse du sulfate de 2-octanol alcoxylé comprenant 3 motifs oxyde d'éthylène.

REVENDEICATIONS

5 1. Composé de formule (I) suivante :



dans laquelle :

- les groupements R_1 et R_2 , identiques ou différents, représentent, indépendamment l'un de l'autre, un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé ou insaturé, comprenant de 1 à 6 atomes de carbone, étant entendu que la somme des atomes de carbone des groupements R_1 et R_2 va de 2 à 7, R_1 et R_2 pouvant former ensemble et avec l'atome de carbone qui les porte, un cycle à 6, 7 ou 8 sommets,
- A représente un enchaînement d'un ou plusieurs motifs choisis parmi les motifs oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, oxyde de butylène et leurs mélanges, et
- n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 1 et 100, de préférence entre 2 et 100, de préférence encore entre 3 et 100, plus particulièrement entre 5 et 100, et de manière très préférée entre 10 et 100.

2. Composé selon la revendication 1, sous forme de sel avec un cation alcalin, un cation alcalino-terreux, un cation métallique ou avec un composé organique, incluant les bases organiques.

3. Composé selon la revendication 1 ou la revendication 2, dans lequel les groupements R_1 et R_2 , identiques ou différents, sont choisis, indépendamment l'un de l'autre, parmi les radicaux méthyle, éthyle, n-propyle, *iso*-propyle, n-butyle, *sec*-butyle, *tert*-butyle, pentyles, et hexyles.

4. Composé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel le radical formé par R_1 , R_2 et l'atome de carbone auquel ils sont rattachés, est choisi parmi le radical 2-octyle et le radical 4-méthyl-2-pentyle, de préférence le radical formé par R_1 , R_2 et l'atome de carbone auquel ils sont rattachés est le radical 2-octyle.

5. Composé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel n est compris entre, bornes incluses, 1 et 75, de préférence entre 2 et 75, de préférence encore entre 3 et 75, plus particulièrement entre 5 et 75, et de manière très préférée entre 10 et 75.

5

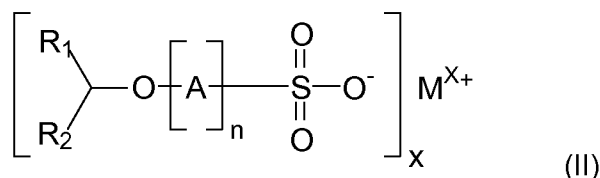
6. Composé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel n est compris entre, bornes incluses, 1 et 50, de préférence entre 2 et 50, de préférence encore entre 3 et 50, plus particulièrement entre 5 et 50, et de manière très préférée entre 10 et 50.

10

7. Composé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel le groupe formé par R₁, R₂ et l'atome de carbone auquel ils sont rattachés représente le radical 2-octyle, n va de 3 à 15, et A représente un enchaînement d'un ou plusieurs motifs choisis parmi les motifs oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, oxyde de butylène et leurs mélanges.

15

8. Sel du composé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, répondant à la formule (II) suivante :



20

dans laquelle ;

- M^{X+} représente un groupement cationique porteur d'au moins un cation choisi parmi cation ammonium, cation métallique, cation azoté, cation boré, cation phosphoré,
- x est un nombre entier allant de 1 à 7, et
- R₁, R₂, A et n étant tels que définis dans l'une quelconque des revendications 1 à 7.

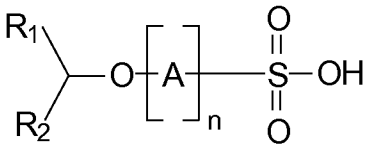
25

9. Utilisation d'un composé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comme agent tensioactif, agent tensio-actif à faible pouvoir moussant, agent de mouillage, agent moussant, hydrotrope, détergent, solvant, solvant réactif, agent de coalescence, compatibilisant, agent émulsifiant, dispersant, intermédiaire chimique, inhibiteur de corrosion, désémulsionnant, plastifiant, séquestrant, inhibiteur de dépôts minéraux, liquide ionique, stabilisant, lubrifiant, additif pour bitumes, additif pour désencrage, agent gélifiant

30

dans les huiles, collecteur de flottation pour les minerais, adjuvant de fabrication dans la manufacture des objets plastiques, agent antistatique, additif pour les revêtements d'engrais, pour la protection des plantes, pour le traitement des textiles et pour la récupération assistée du pétrole, pour la production d'électrodes et d'électrolytes pour
5 batteries.

10. Composition comprenant au moins un composé de formule (I) et/ou un de ses sels, seul ou en mélange, tel que défini à l'une quelconque des revendications 1 à 8, avec un ou plusieurs solvants aqueux, organiques, hydro-organiques, et éventuellement un ou
10 plusieurs additifs et charges.



(1)