

P.- 43.221

373486

1319/69
Expiration délai
Prioritaire 14
Novembre 1969

Memoria descriptiva

CLASE e-07
SUBCLASE c

JICA

C.

e-11

D 1



1969

13 NOV. 1969

para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de UGINE KUHLMANN

entidad / de nacionalidad sociedad anónima francesa

con domicilio en 10, Rue du Général Foy, París, Francia

por: "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE ACEBALES MIXTOS"

(Clase Internacional C07c)



El invento tiene como objeto un nuevo procedimiento para la obtención de acetales mixtos. Conciérne igualmente a los productos susceptibles de ser obtenidos por tal procedimiento, especialmente compuestos tensioactivos no iónicos, estables en medio alcalino y poco formadores de espuma.

Se sabe, por ejemplo, que la utilización de los compuestos polioxialcohilénicos en calidad de compuesto tensioactivos en diversas operaciones de limpieza está grandemente extendida. No obstante, estos productos presentan importantes inconvenientes en ciertas de sus aplicaciones. Por una parte, un gran número de ellos, en presencia de agentes alcalinos, se degradan y esta degradación se manifiesta en particular por la aparición de coloración y por la pérdida de sus propiedades tensioactivas. Por otra parte, forman, con mucha frecuencia, espumas abundantes que dan lugar a importantes perturbaciones durante las operaciones de limpieza, lo cual es incompatible con las técnicas modernas.

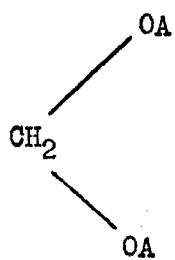
Para remediar estos inconvenientes, numerosos documentos de la técnica anterior preconizan reemplazar funciones hidroxilo terminales de los compuestos tensioactivos no iónicos por grupos éter. Para llegar a este fin es necesario efectuar operaciones largas y difíciles que consisten en preparar, en medio disolvente, el derivado sódico del compuesto no iónico, en hacer reaccionar un halogenuro de alcoholilo con este derivado sódico, y en separar después del halogenuro de sodio y el disolvente desde el compuesto tensioactivo no iónico así transformado.

Otro medio para reemplazar las funciones hidro-

373486



5 xilo terminales de los compuestos tensioactivos no iónicos
consiste en hacer reaccionar dos moléculas de compuesto
tensioactivo no iónico con una molécula de aldehído o con
una molécula de cetona para obtener de esta manera el ace-
tal o el cetal de dicho compuesto no iónico. Esta reacción
está descrita, por ejemplo, en la patente francesa número
1.434.981; se observará que, en esta reacción, cada nueva
molécula formada engloba dos moléculas del compuesto no
iónico de partida dispuestas simétricamente, que pueden ser
10 representadas de modo típico por la fórmula



15 en que A designa un radical no iónico cualquiera. Los com-
puestos de este tipo no son, por lo tanto, acetales mixtos.

Otros documentos de la técnica anterior se re-
fieren a acetales mixtos. Se puede citar, a título de ejem-
plo, la patente de los Estados Unidos de América número
20 3.244.753 que concierne esencialmente a un procedimiento
de preparación de acetales tensioactivos no iónicos de los
monoéteres de mono- o poli- alcohilenglicoles, que consis-
te en hacer reaccionar, con un éter vinílico, éteres de gli-
25 coles, a título de compuestos hidroxílicos, con la parti-
cularidad de que se emplean agentes específicos a base de
derivados fosforosos para impedir la coloración de la mez-
cla de reacción. Los acetales mixtos resultantes son única-
mente acetales derivados del acetaldehído, teniendo en cuen-
30 ta el empleo de un éter vinílico. Ocurre lo mismo con los



productos descritos en la patente francesa número 1.395.977, que son acetales mixtos tensioactivos no iónicos con pequeño poder formador de espuma.

5 Además, la reactividad de los éteres alfa-halogenados y sus reacciones con los alcoholes simples son bien conocidos y están citadas, por ejemplo, en la obra "Methoden der Organischen Chemie" de Houben-Weyl, tomo 6, volumen 3 página 237. No obstante, la reacción de los éteres alfa-halogenados con los alcoholes de alto peso molecular o los polioles es mucho más difícil. Así es como la patente de los Estados Unidos de América número 3.300.413 tiene como objeto un procedimiento de preparación de éteres de compuestos orgánicos polihidroxilados que emplea éteres alfa-halogenados, Según las enseñanzas de dicha patente, 15 la reacción del tal éter alfa-halogenado, especialmente con azúcares, necesita imperativamente ser efectuada en el seno de un disolvente no acuoso, tal como un disolvente aprotico polar (dimetilformamida, sulfóxido de dimetilo, etc). Por lo tanto, no es posible prever cual será, en ausencia 20 de tales disolventes, el desarrollo de las reacciones de los éteres alfa-halogenados con clases particulares de compuestos polihidroxilados, tales como los productos de condensación de polioles con ócidos de alcoholeno.

25 Para ilustrar adicionalmente el estado anterior de la técnica, se puede citar la patente alemana número 917.488, que describe un procedimiento en el cual la reacción de éteres alfa-halogenados se efectúa en la ausencia de disolventes, pero únicamente con alcoholes simples o con glicoles de pesos moleculares poco elevados.

30 Las patentes de los Estados Unidos de América nú-

373486



5 meros 2.905.718, 2.905.719, 2.905.720 y 2.905.721 describen un procedimiento en el cual se hace reaccionar un éter alfa-halogenado con un alcohol en presencia de un agente inorgánico. Este procedimiento posee, por lo tanto, los mismos inconvenientes que se describen precedentemente para la preparación de los éteres.

El invento concierne a un procedimiento mejorado de preparación de los acetales mixtos.

10 De una manera general, el procedimiento del invento consiste en hacer reaccionar al menos un éter de dialcoholo que comprende un átomo de halógeno en posición alfa, con un compuesto con una o varias funciones hidroxilo, en presencia de un óxido de alcoholeno que desempeña el papel de aceptador de hidrazida.

15 El procedimiento del invento representa un progreso considerable con relación a la técnica anterior, dado que, gracias a tal procedimiento, sin utilizar disolvente y sin operaciones largas y difíciles, se obtienen los acetales mixtos con un rendimiento muy elevado.

20 Se observará que ya se ha propuesto utilizar un óxido de alcoholeno como aceptador de hidrazida en la patente de los Estados Unidos de América 2.991.313, para una reacción entre compuestos diclorometilados, que tienen átomos de carbono alfa- y betainsaturados, y alcoholes, y en que la halohidrina es eliminada del medio de reacción, por
25 destilación, a medida que se forma, exento de otros productos ligeros.

30 Por el contrario, el procedimiento del invento está caracterizado por que se hace reaccionar un éter alfa-halogenado de punto de ebullición cualquiera con un com-



puesto con función o funciones hidroxilos a una temperatura comprendida entre 0 y 150°C, con reacción simultánea o consecutiva de al menos un óxido de alcohileno.

5 Se puede hacer actuar el éter alfa-halogenado con el compuesto con función hidroxilo en proporciones estequiométricas, pero preferentemente se utiliza un exceso de éter alfa-halogenado.

10 Durante la reacción, se conserva, una presión suficiente para mantener a los reactivos líquidos a la temperatura de reacción, por ejemplo por medio de un gas inerte tal como nitrógeno.

15 En la puesta en práctica continua, el procedimiento del invento consiste en hacer reaccionar un éter alfa-halogenado con un compuesto con función o funciones hidroxilos en una primera zona de reacción alargada a una temperatura comprendida entre 0 y 150°C, encontrándose los reactivos sensiblemente en proporciones estequiométricas, pero preferentemente con un exceso de éter alfa-halogenado, y en hacer reaccionar después consecutivamente el óxido de alcohileno con la mezcla que ha reaccionado de éter alfa
20 halogenado y de compuesto hidroxilado, en una segunda zona de reacción alargada a una temperatura comprendida entre 0 y 150°C .

25 En tal procedimiento, el tiempo de permanencia de cada zona de reacción es de aproximadamente 1 a 30 minutos y preferentemente de 5 a 15 minutos.

30 Se conserva en las zonas de reacción una presión de gas inerte, preferentemente de nitrógeno, que permite mantener los reactivos bajo forma líquida, y habitualmente es suficiente una presión de 5 a 10 kg/cm².

373486

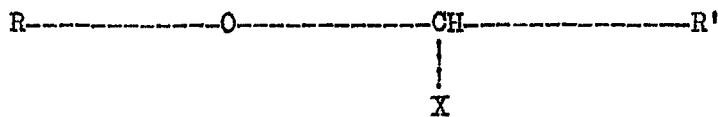


Se eliminan desde la mezcla de reacción los reactivos en exceso y la halohidrina de alcoholenglicol formada por medios conocidos, por ejemplo por destilación bajo vacío y se aísla así el acetal mixto formado. Cuando se trabaja de modo continuo, se efectúa por ejemplo la destilación en columnas de película descendente.

En la puesta en práctica continua, la reacción se efectúa ventajosamente en reactores tubulares que presentan una pequeña sección transversal con relación a su longitud, tales como tubos de diámetros comprendidos entre 1 y 30 mm y de longitud de 0,5 a 20 m.

Según la característica ventajosa esencial del invento, el empleo de óxido de alcoholeno permite la obtención de rendimientos elevados de acetales mixtos así como la eliminación del ácido halohídrico bajo forma de halohidrina de alcoholenglicol, la cual representa una sustancia fácil de separar desde el medio de reacción.

Los éteres alfa-halogenados convenientes para las necesidades del invento pueden ser representados por la fórmula:



en que R es un grupo alcoholilo de 1 a 5 átomos de carbono; R' es un átomo de hidrógeno o un grupo alcoholilo que tiene 1 a 5 átomos de carbono y X es un halógeno, en particular cloro, bromo o yodo, y preferentemente cloro.

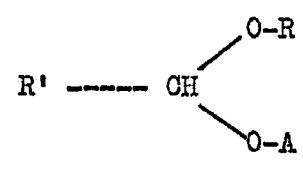
A título de éter alfa-halogenado, se utiliza ventajosamente el éter clorometilmetílico. Entre los óxidos de alcoholeno utilizados en el procedimiento del invento



se pueden citar óxido de etileno, óxido de propileno u óxi-
do de butileno.

Los acetales mixtos obtenidos por el procedimien-
to del invento responden a la fórmula general:

5



10

en que R' es un hidrógeno o un grupo alcoholo de 1 a 5 áto-
mos de carbono; R es un grupo alcoholo de 1 a 5 átomos de
carbono, preferentemente un grupo metilo; A es el resto de
un compuesto que comprende una o varias funciones hidroxi-
los, de fórmula A-OH, escogido entre los productos siguien-
tes:

15

(1) Un monoalcohol alifático saturado que contie-
ne 5 a 20 átomos de carbono, natural o sintético, de cade-
na recta o ramificada, tal como un alcohol oxo, un alcohol
de cadena recta obtenido por el procedimiento Ziegler u
otros, y sus productos de alcoxilación.

20

(2) Un poliol, por ejemplo uno de los siguientes:
etilénglicol, glicerina, trimetilopropano, pentaeritrita,
azúcares, y sus productos de alcoxilación.

25

(3) Un polioxialcoholenglicol, tal como polioxi-
etilenglicol, polioxipropilenglicol, o los compuestos mixtos
de polioxipropilenglicol del tipo de los que
se encuentran disponibles en el mercado bajo la denomina-
ción de "Pluronic".

30

(4) El fenol o un fenol sustituido tal como octil
fenol o nonilfenol, así como sus productos de alcoxilación.

(5) Un producto de alcoxilación de un ácido car-

13 NOV



boxílico de cadena larga que contiene al menos 10 átomos de carbono.

(6) Un producto de alcoxilación de un mercaptano de cadena larga que contiene al menos 10 átomos de carbono.

5 (7) Un producto de alcoxilación de un aceite vegetal o animal.

Ciertos de los acetales mixtos antes definidos constituyen productos nuevos que no parece que hayan sido descritos en los documentos de la técnica anterior. Así,
10 los acetales mixtos que responden a la fórmula anterior en que A es el resto de un polioxialcoholenglicol, son en parte productos nuevos. Clases particularmente interesantes de tales productos corresponden al caso en que R es un radical metilo, R' representa un átomo de hidrógeno y A es
15 el resto de un polioxialcoholenglicol.

Los compuestos tensioactivos constituidos por los acetales mixtos preparados según el invento se caracterizan por una notable estabilidad en presencia de álcalis y especialmente en contacto con sosa en forma de escamas.

20 En contacto con sosa en forma de escamas, en efecto, los compuestos tensioactivos clásicos que poseen funciones hidroxilo, adoptan un color pardo más o menos intenso. El examen por cromatografía sobre capa delgada de estos compuestos puestos en contacto con la sosa, muestra
25 que se forman productos de degradación en cantidad importante.

Por el contrario, los productos preparados según el invento permanecen perfectamente blancos en contacto con la sosa, y su examen por cromatografía sobre capa delgada
30 indica que no se degradan,

373486



Los compuestos tensioactivos preparados según el invento se caracterizan por un conjunto excelente de propiedades tensioactivas. La Tabla I siguiente da a título comparativo, las tensiones superficiales de compuestos conforme al invento y de los compuestos de base que sirven para su preparación.

5

TABLA I

Tensión superficial en solución acuosa de 1 g/litro a 20°C en dinas/cm

	<u>Compuesto de base</u>	<u>Del compuesto no iónico de base</u>	<u>Del producto según el invento</u>
10	Pluronic L 61 (1)	insoluble	insoluble
	Pluronic L 62 (2)	42,8	35,6
	Pluronic L 63 (3)	43,3	35,6
	Pluronic L 64 (4)	43,2	39,0
15	Plurafac (5) RA-30	32,5	32,0

15

(1) "Pluronic L 61: polioxipropilen-polioxietilenglicol, peso molecular medio (P.M): 1950; número de radicales de propileno por molécula (OP): 30; número de radicales de óxido de etileno por molécula (OE): 5.

20

(2) Pluronic L 62: polioxipropilen-polioxietilenglicol, PM: 2.200; número de radicales OP: 30; número de radicales OE: 10.

25

(3) Pluronic L 63: Polioxipropilen-polioxietilenglicol, PM: 2500; número de radicales OP: 30; número de radicales OE: 17.

(4) Pluronic L 64: Polioxipropilen-polioxietilenglicol: PM: 2900; número de radicales OP: 30; número de radicales OE: 26.

30

(5) Plurafac RA-30: alcohol de cadena recta eto-

11.11.69

373486



13 NOV

xilado-propoxilado.

Los productos preparados según el invento se caracterizan igualmente por un muy pequeño poder formador de espuma o incluso, en ciertos casos, por un poder formador de espuma nulo. Los poderes formadores de espuma de los compuestos conformes al invento y de los compuestos de base que sirven para su preparación están indicados a título comparativo en la tabla II siguiente. Estos poderes formadores de espuma han sido medidos según la norma AFNOR NFF 73.404.

TABLA II

Poder formador de espuma en solución acuosa con 1 g/litro a 20°C (volumen de espuma)

Compuesto de base	De compuesto no iónico de base	Del producto según el invento.
Pluronic L 61	anillo (x)	0 ml
Pluronic L 62	anillo	0 ml
Pluronic L 63	20 ml	anillo
Pluronic L 64	40 ml	anillo
Pluronic P 65 (1)	90 ml	anillo
Pluronic F 68 (2)	60 ml	anillo
Nonilfenol con 9 moles de óxido de etileno	200 ml	75 ml
Plurafac RA-30	130 ml	20 ml

(x) El término "anillo" significa la formación de una espuma muy ligera, cuyo volumen no puede ser medido.

(1) Pluronic P 65: PM = 3500; OP = 30; OE = 39

(2) Pluronic F 68: PM = 8750; OP = 30; OE = 160.

Una de las características mas interesantes de los productos obtenidos según el invento concierne al po-



13 NOV. 1969

der antiespumante de ciertos de ellos. Este poder antiespumante es aumentado muy netamente con relación al del compuesto no iónico de base que sirve para su preparación. La tabla III siguiente da los poderes antiespumantes comparados con las dos clases de productos. Estos poderes antiespumantes han sido determinados con una solución a 70°C que contiene: 1% de sosa, 0,5% de tripolifosfato de sodio, 0,05% de alcohilbencenosulfonato de sodio, según la norma AFNOR NPT 73.404.

5

10

TABLA III

Volúmen de espuma, en ml, después de 30 segundos, 3 minutos y 5 minutos, a 70°C

Sin antiespumante	470 - 460 - 460	
Con 1 parte por 1000	del compuesto no iónico de base	del producto según el invento
Pluronic L 62	150-25-15	40-anillo-anillo
Pluronic L 63	250-150-50	60 - 30 - 20
Nonilfenol con 9 moles de óxido de etileno	200-100-100	60-50-50
Plurafac RA-30	60-40-30	20-anillo-0

15

20

Los ejemplos siguientes ilustran el procedimiento para la obtención de los compuestos según el invento:

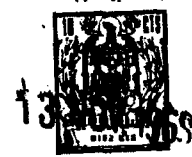
Ejemplo 1. En un reactor provisto de un agitador y de un termómetro, se introducen 1100 partes de Pluronic L 62 y 132 partes de éter clorometilmetílico. Se mezcla, se purga con nitrógeno y se calienta durante 2 horas a 100°C. Se enfría la mezcla de reacción a 50°C y después se introducen 127 partes de óxido de propileno y se calienta durante 2 horas a 100°C. El producto de reacción a continuación es separado de la fracción de cabezas a

25

30

11.11.69

373486



170°C bajo 20 mm de Hg. Se recogen 120 partes de fracción de cabezas que comprende esencialmente la clorhidrina de propilenglicol. El rendimiento es de 1125 partes, que representan 95% de formal de Pluronic L 62 y de metilo.

5 Ejemplo 2. En las condiciones indicadas en el Ejemplo 1, se hacen reaccionar 605 partes de nonilfenol con 9 moles de óxido de etileno y 120 partes de éter clorometilmetílico y después 116 partes de óxido de propileno, Después de reacción, se recogen 118 partes de fracción de
10 cabezas; el rendimiento es de 633 partes, que representan 98% de formal de nonilfenol con 9 moles de óxido de etileno y de metilo.

Ejemplo 3. En las condiciones indicadas en el Ejemplo 1 se hacen reaccionar 690 partes de una mezcla de
15 alcohol de cadena recta de C₁₂ a C₁₈ etoxilado y después propoxilado (Plurafac RA-30) y 162 partes de éter cloro metilmetílico y después 175 partes de óxido de propileno, Después de reacción, se recogen 153 partes de fracción de
20 cabezas y el rendimiento es de 725 partes, que representan 90,5% de formal del alcohol alcoxilado y de metilo.

Ejemplo 4. En las condiciones dadas para el ejemplo 1 se hacen reaccionar 520 partes de butanol alcoxilado con una mezcla de óxido de etileno-óxido de propileno, que comprende por molécula 3 unidades de óxido de etileno y 3
25 unidades de óxido de propileno, con 120 partes de éter clorometilmetílico y después 116 partes de óxido de propileno. Se recogen 105 partes de fracción de cabezas y el rendimiento es de 556 partes, que representan 95,5% de formal del
butanol alcoxilado y de metilo.

30 Ejemplo 5. En las condiciones dadas para el ejem-



5 plo 1 se hacen reaccionar 355 partes de trimetilolpropano
alcoxilado con una mezcla de óxido de etileno-óxido de
propileno que comprende, por molécula, 9 unidades de óxi-
do de etileno y 3 unidades de óxido de propileno, con 130
partes de éter clorometilmetílico y después 130 partes
de óxido de propileno. Se recogen 104 partes de fracción
de cabezas y el rendimiento es de 390 partes, que repre-
sentan 89% de formal del trimetilolpropano alcoxilado y
de metilo.

10 Ejemplo 6. En las condiciones dadas para el ejem-
plo 1, se hacen reaccionar 400 partes de ácido laurico
etoxilado con 4 moléculas de óxido de etileno y 120 par-
tes de éter clorometilmetílico y después 115 partes de
óxido de propileno. Se recogen 120 partes de fracción de
15 cabezas y el rendimiento es de 438 partes, que representan
96,8% de formal del ácido laurico etoxilado y de metilo.

20 Ejemplo 7. En las condiciones dadas para el
Ejemplo 1 se hacen reaccionar 605 partes de dodecilmercap-
tano etoxilado con 8 moléculas de óxido de etileno y 120
partes de éter clorometilmetílico y después 115 partes de
óxido de propileno. Se recogen 107 partes de fracción de
cabezas y el rendimiento es de 635 partes que representan
92% de formal del mercaptano etoxilado y de metilo.

25 Ejemplo 8. En las condiciones dadas para el ejem-
plo 1, se hacen reaccionar 1000 partes de Pluronic L 61 y
120 partes de éter clorometilmetílico y después 110 par-
tes de óxido de etileno. Se recogen 80 partes de fracción
de cabezas y el rendimiento es de 1040 partes que represen-
tan 85,5% de formal de Pluronic L 61 y de metilo.

30 Ejemplo 9. En el aparato descrito en el Ejemplo



1 se hacen reaccionar 1000 partes de Pluronic L 61 y 120 partes de éter clorometilmetílico a 20°C durante 1 hora y después 120 partes de óxido de propileno a 100°C durante dos horas. Después de reacción, se recogen 110 partes de fracción de cabezas y el rendimiento es de 1040 partes que representan 88% de formal de Pluronic L 61 y de metilo.

5

Ejemplo 10. En el aparato descrito en el Ejemplo 1 se hace reaccionar simultaneamente una mezcla de 1.100 partes de Pluronic L 62, 132 partes de éter clorometílico y 127 partes de óxido de propileno, durante 2 horas a 60°C. Después de reacción, se recogen 110 partes de fracción de cabezas y el rendimiento es de 1.120 partes, que representan 80% de formal de Pluronic L 62 y de metilo.

10

Ejemplo 11. En las condiciones indicadas en el Ejemplo 1, se hacen reaccionar 470 partes de ácido oleico etoxilado (3 moléculas de óxido de etileno) y 160 partes de éter clorometilmetílico y después 170 partes de óxido de propileno. Se recogen 140 partes de fracción de cabezas y el rendimiento es de 542 partes que representan 93% de formal del ácido oleico etoxilado y de metilo.

15

20

Ejemplo 12. En las condiciones indicadas en el Ejemplo 1, se hacen reaccionar 202 partes de alcohol etílico etoxilado con 4 moléculas de óxido de etileno y 120 partes de éter clorometilmetílico y después 116 partes de óxido de propileno. Se recogen 110 partes de fracción de cabezas y el rendimiento es de 244 partes que representan 90% de formal de alcohol etílico etoxilado y de metilo.

15

Ejemplo 13. En las condiciones indicadas en el Ejemplo 1, se hacen reaccionar 300 partes de un alcohol oxo C₁₃ etoxilado con 3 moléculas de óxido de etileno y 120

30



partes de éter clorometilmetílico y después 115 partes de óxido de propileno. Se recogen 125 partes de fracción de cabezas y el rendimiento es de 335 partes, que representan 90% de formal del alcohol oxo C₁₃ etoxilado y de metilo.

5

Ejemplo 14. En las condiciones indicadas en el Ejemplo 1, se hacen reaccionar 530 partes de aceite de ricino etoxilado con 18 moléculas de óxido de etileno y 180 partes de éter clorometilmetílico y después 175 partes de óxido de propileno. Se recogen 88 partes de fracción de cabezas y el rendimiento es de 530 partes que representan 88,5% de formal del aceite de ricino etoxilado y de metilo.

10

15

Ejemplo 15. En el aparato descrito en el Ejemplo 1, se hacen reaccionar 45 partes de trimetilolpropano y 120 partes de éter clorometilmetílico. Se calienta durante 2 horas a 50-55°C, y después se introducen 116 g de óxido de propileno y se calienta durante 1 hora a 50-55°C. Se recogen 60 partes de producto de cabezas y el rendimiento es de 75 partes que representan 98,3% de formal de trimetilol propano y de metilo.

20

25

Ejemplo 16. En un primer reactor tubular (longitud: diámetro interno) llevado a 60°C, se introducen, bajo 5 kg/cm² de nitrógeno, 550 partes de "Pluronic" L 62" (polioxipropilén-polioxietilenglicol peso molecular medio (PM): 2.200; número de restos óxido de propileno por molécula (OP): 30; número de restos óxido de etileno por molécula (OE): 10; y 75 partes de éter clorometilmetílico en 1 hora asegurando un tiempo de contacto de 11 minutos, y se introducen en una hora 65 partes de óxido de propileno en un segundo reactor situado a continuación del primero,

30



alimentado por este último con la mezcla de los dos primeros reactivos y calentado a 60°C, adoptando un tiempo de permanencia de 11 minutos.

5 El producto de la reacción es separado a continuación de la fracción de cabezas a 150°C bajo 3 mm de Hg de modo continuo y se recogen en una hora 115 partes que comprenden esencialmente el clorhidrato de propilenglicol. El rendimiento en una hora es de 575 partes que representan 74% de formal de "Pluronic L 62" y de metilo.

10 Ejemplo 17. De la misma manera que en el Ejemplo 16, se introducen 200 partes de "Pluronic L 62" y 25 partes de éter clorometilmetílico en 24 minutos asegurando un tiempo de contacto de 12 minutos a 60°C en el primer reactor tubular continuo, y después esta mezcla es introducida de modo continuo en el segundo reactor tubular
15 con 25 partes de óxido de propileno para un tiempo de permanencia de 12 minutos a 60°C. La separación de fracción de cabezas permite recoger 43 partes de fracción de cabezas y el rendimiento es de 207 partes que representan 74%
20 de formal de "Pluronic L 62" y de metilo.

Ejemplo 18. Trabajando en las mismas condiciones que en el ejemplo 16 con 240 partes de "Pluronic L 62" 35 partes de éter clorometilmetílico y 32 partes de óxido de propileno en 20 minutos a 70°C, con tiempos de contacto de 8 minutos para los dos reactores, después de separación de la fracción de cabezas, se obtienen 50 partes de fracción de cabezas y un rendimiento de 255 partes que representan 72% de formal de Pluronic L 62 y de metilo.
25

Ejemplo 19. Trabajando en las mismas condiciones que en el Ejemplo 16, con 340 partes de "Pluronic L 62",
30

373486



130 partes de éter clorometilmetílico y 40 partes de óxido de propileno introducidos en 40 minutos a 70°C para tiempos de contacto de 10 minutos en los dos reactores, se obtienen 110 partes de fracción de cabezas y un rendimiento de 400 partes que representa 87% de formal de Pluronic L 62 y de metilo.

Ejemplo 20. Como en el Ejemplo 16, e introduciendo en 47 minutos en los reactores tubulares 450 partes de "Pluronic L 62", 70 partes de éter clorometilmetílico, 52 partes de óxido de propileno a 73°C con tiempos de contacto de 8 minutos en los dos reactores, se obtienen 100 partes de fracción de cabezas y un rendimiento de 470 partes, que representan 87% de formal de Pluronic L 62 y de metilo.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia el 14 de noviembre de 1.968, bajo el número PV 173.813, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

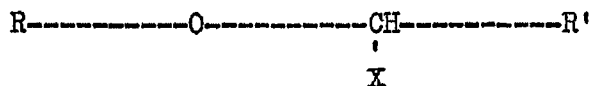
REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Procedimiento de preparación de acetales mixtos de compuestos que comprenden una o varias funciones hidroxilo, por una parte, y de alcoholes con bajo peso



molecular por otra parte, caracterizado por que se hace reaccionar un éter alfa-halogenado de fórmula



5

en que R es un grupo alcoholilo de 1 a 5 átomos de carbono, R' es un hidrógeno o un grupo alcoholilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, y X es un halógeno, con un compuesto con una o varias funciones hidroxilos, a una temperatura comprendida entre 20 y 150°C, con reacción simultánea o consecutiva de al menos un óxido de alcoholeno.

10

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se hace reaccionar el óxido de alcoholeno ulteriormente con la mezcla que ha reaccionado de éter alfa-halogenado y de compuesto hidroxilado utilizando una gama de temperaturas de 20 hasta 150°C.

15

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se hace reaccionar dicho compuesto que comprende una o varias funciones hidroxílicas y dicho éter alfa-halogenado en una primera zona de reacción alargada y por que después se hace reaccionar la mezcla obtenida, que ha reaccionado de esta manera, con un óxido de alcoholeno en una segunda zona de reacción alargada en una gama de temperaturas de 0 hasta 150°C y con tiempos de contacto de 1 a 30 minutos y preferentemente de 5 a 15 minutos, efectuándose dichas reacciones de modo continuo, y porque el producto de reacción es evacuado de manera continua de la segunda zona de reacción con vistas a una operación de tratamiento ulterior eventual.

20

25

30

4.- Procedimiento según las reivindicaciones



1 a 3, caracterizado porque se elimina desde la mezcla de reacción los reactivos en exceso y la halohidrina de alcoholenglicol formada por medios conocidos, por ejemplo por destilación bajo vacío, y se aísla de esta manera el acetal mixto formado.

5

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se utiliza un exceso de éter alfa-halogenado con relación a la cantidad estequiométrica necesaria para la reacción con el compuesto con función o funciones hidroxilos.

10

6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque, en calidad de óxido de alcoholeno, se utiliza óxido de etileno, óxido de propileno u óxido de butileno.

15

7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se utiliza un éter alfa-clorado.

8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque se utiliza éter clorometilmetílico.

20

9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, durante la reacción, se conserva una presión suficiente para mantener a los reactivos líquidos a la temperatura de reacción, por ejemplo mediante un gas inerte, tal como nitrógeno.

25

10.- Procedimiento de preparación de acetales mixtos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

30

373486

Esta Memoria consta de veintiuna hojas escritas
a máquina por una sola cara.

Madrid, 13 NOV. 1969

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder



373486