



407924

PATENTE DE INVENCIÓN

Case 150-3333.

3700/JK/Ce.

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE ACETALES Y
MERCAPTALES CÍCLICOS.

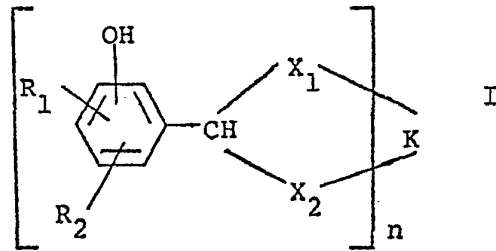
Solicitante SANDOZ A.G., entidad suiza, residente en Basilea,
Suiza.

F.C. 21-5-75

Int. Cl.²: C07D

La presente invención se refiere a un
procedimiento para la obtención de nuevos acetales y
mercaptales cíclicos.

En particular, la presente invención
5, proporciona compuestos de la fórmula I



en la que R_1 significa un radical alquilo ter-
 terciario conteniendo de hasta 12 áto-
 mos de carbono y hallándose en una
 posición adyacente al grupo hidroxil,
 5 R_2 significa un átomo de hidrógeno, un
 radical alquilo o cicloalquilo con-
 teniendo de hasta 20 átomos de car-
 bono, o un radical fenilo que puede
 estar sustituido por uno o por dos
 10 radicales alquilo de 1 a 4 átomos de
 carbono,
 n significa 1 o 2,
 K significa un radical hidrocarburo de
 valencia $2n$, conteniendo de 2 a 12
 15 átomos de carbono y componiéndose de
 unidades aromáticas y/o alifáticas
 saturadas, en las que un enlace -C-C-
 puede estar reemplazado por un enlace

407924

- 3 -

150-3333



-C-O-C-, y

5 X_1 y X_2 , que pueden ser iguales o diferentes, significan, cada una, un átomo de oxígeno o de azufre; X_1 y X_2 están enlazadas con los átomos del radical K adyacentes o lo más vecinos, a condición de que, en el caso de que n significa 2, los dos radicales bivalentes enlazados con el radical K
10 puedan ser iguales o diferentes.

Como ejemplos de apropiados radicales alquilo terciario representados por R_1 , se pueden citar los siguientes: butilo terciario, 2-metil-2-butilo, 2,3-dimetil-2-butilo, 2-metil-2-pentilo, 3-etil-3-pentilo, 2,4-dimetil-2-pentilo, 2-metil-2-hexilo, 3-metil-3-hexilo, 3,4-dimetil-3-hexilo, 3,5-dimetil-3-hexilo, 2-metil-2-heptilo, 3-metil-3-heptilo, 4-metil-4-heptilo, 2,3,4-trimetil-3-pentilo, 2,4,4-trimetil-2-pentilo, 3-etil-3-heptilo, 2-metil-2-octilo, 4-metil-4-octilo, 3,6-dimetil-3-octilo, 3,7-dimetil-3-octilo, y 2,4,4,6,6-pentilmetil-2-heptilo. Sin embargo, R_1 contiene preferentemente de 4 a 8 átomos de carbono y significa, de preferencia, butilo terciario.
20



Los radicales alquilo apropiados, representados por R_2 , pueden ser normales, secundarios, terciarios o bien de otra ramificación. Como ejemplos de tales radicales se pueden citar los siguientes: todos los radicales n-alquilo de 1 a 20 átomos de carbono, en particular de 1 a 12, preferentemente de 1 a 8 átomos de carbono, de más preferencia el metilo; los radicales alquilo secundarios que contienen de 3 a 20, en particular de 3 a 12, de preferencia de 3 a 8 átomos de carbono, tales como el isopropilo, 2-butilo, 3-metil-2-butilo, 2-pentilo, 2,2-dimetil-3-butilo, 2-hexilo, 3-hexilo, 2-metil-3-pentilo, 3-metil-2-pentilo, 4-metil-2-pentilo, 2,2-dimetil-3-pentilo, 2,4-dimetil-3-pentilo, 2-heptilo, 3-heptilo, 4-heptilo, 2-metil-3-hexilo, 4-metil-3-hexilo, 5-metil-3-hexilo, 3-etil-4-hexilo, 2,2-dimetil-3-hexilo, 2,4-dimetil-3-hexilo, 2,5-dimetil-3-hexilo, 3,4-dimetil-2-hexilo, 2-metil-3-heptilo, 3-metil-2-heptilo, 3-metil-4-heptilo, 4-metil-3-heptilo, 5-metil-3-heptilo, 6-metil-2-heptilo, 2-octilo, 3-octilo, 4-octilo, 2,2,4-trimetil-3-pentilo, 5-etil-2-heptilo, 2,2-dimetil-3-heptilo, 2,6-dimetil-4-heptilo, 2-metil-3-octilo, 3-metil-4-octilo, 6-etil-3-octilo, 2- o 5-decilo, 2,2-dimetil-3-octilo,

407924

- 5 -

150-3333



2-metil-4-nonilo, 3-metil-4-nonilo, 6-etil-3-decilo,
7-etil-2-metil-4-nonilo, 2-dodecilo, 2,2,8-trimetil-
4-nonilo, 2-tridecilo, 2-tetradecilo, 2-pentadecilo,
2-hexadecilo, 2-nonadecilo; los radicales alquilo
5 ligados al ciclo bencénico vía un átomo de carbono
primario y ramificados de otro modo y conteniendo de
3 a 20, en particular de 3 a 12, de preferencia de 3
a 8 átomos de carbono, tales como el 2-metil-1-pro-
pilo, 2,2-dimetil-1-propilo, 2-metil-1-butilo, 2-
10 etil-1-butilo, 2,2-dimetil-1-butilo, 2-metil-1-pen-
tilo, 3-metil-1-pentilo, 4-metil-1-pentilo, 2,4-di-
metil-1-pentilo, 2-etil-1-hexilo, 2,2-dimetil-1-
hexilo, 2,2,4-trimetil-1-pentilo, 4-metil-2-propil-
1-pentilo, 3,7-dimetil-1-octilo y 2,2-dimetil-1-
15 decilo; los radicales alquilo terciario conteniendo
de 4 a 20, en particular de 4 a 12, de preferencia
de 4 a 8 átomos de carbono, tales como los indica-
dos anteriormente para el símbolo R_1 .

Entre los radicales cicloalquilo preferi-
20 dos, representados por R_2 , se incluyen los radicales
cicloalquilo conteniendo de 3 a 8, preferiblemente
de 5 a 7 átomos de carbono, tales como el ciclohexilo.

Los apropiados radicales fenilo sustitui-
dos, representados por R_2 , incluyen el fenilo susti-



tuído por uno o por 2 de los radicales alquilo C_{1-4} mencionados más arriba, particularmente el metilo o el butilo terciario.

5 R_2 significa preferiblemente hidrógeno, metilo, butilo terciario, fenilo o butil terciario, de más preferencia metilo, butilo terciario o fenilo.

10 Entre los radicales alifáticos bivalentes, representados por K, se incluyen los que contienen de 2 a 12, en particular de 2 a 9 átomos de carbono, tales como etileno, trimetileno, propileno, 1,3- y 2,3-butileno, 2,2-dimetil-1,3-propileno, 2,4-pentileno, 3-metil-2,4-pentileno, 2,2-diethyl-1,3-propileno, 2-metil-2-propil-1,3-pentileno, 2-etil-1,3-hexileno, 3-metil-2,4-heptaleno, 2,2,4-trimetil-1,3-pentileno, 2-etil-2-butyl-1,3-propileno y 1,2-ciclohexileno.

20 Entre los radicales aromáticos bivalentes se incluyen los que contienen de 6 a 12, particularmente de 6 a 8 átomos de carbono, tales como el 1,2-fenileno, 2,3-naftaleno-diilo y 5-metil-1,2-fenileno. Los radicales aralifáticos bivalentes apropiados son los que contienen de 7 a 12, en particular de 7 a 9 átomos de carbono, tales como α ,2-toluenodiilo, 5-metil- α ,2-toluenodiilo. Entre los radicales

25

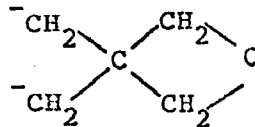
407924

- 7 -

150-3333



apropiados conteniendo un átomo de oxígeno, se incluyen el 3-metoxi-1,2-fenileno, metoxi-metiletileno y el benciloximetiletileno. Entre los radicales bivalentes preferidos, representados por K, se incluyen el 2,2-dimetil-1,3-propileno, el etileno, el 5-metil-1,2-fenileno, y el radical



Entre los radicales tetravalentes apropiados, representados por K, se incluyen los radicales hidrocarburo alifático conteniendo de 4 a 8 átomos de carbono, tales como el meso-1,2,3,4-butanotetraílo y el neopentanotetraílo

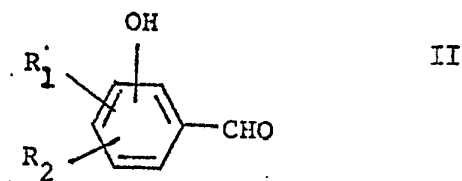
Cada una de X_1 y X_2 significa, preferiblemente, oxígeno.

Los compuestos de la fórmula I preferidos son los que tienen un peso molecular de 300 como mínimo, preferiblemente de 500 como mínimo.

La invención proporciona asimismo un procedimiento para la producción de compuestos de la fórmula I, caracterizado por el hecho de que se hace reaccionar un compuesto, o una mezcla de compuestos,



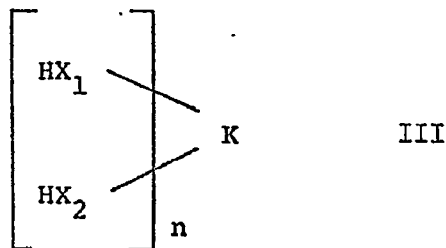
que corresponden a la fórmula II,



en la que R_1 y R_2 son tales como definidas más arriba,

o un derivado funcional de los mismos,

5 con un compuesto de la fórmula III,



en la que K , X_1 , X_2 y n son tales como definidas más arriba,

o un derivado funcional de éste.

10 El procedimiento se puede llevar a cabo de acuerdo con métodos convencionalmente utilizados para la producción de acetales y mercaptales a partir de aldehídos y alcoholes o mercaptanos, véase, por ejemplo, Houben-Weyl, Methoden der Organischen Chemie, IV edición, 1965, tomo VI/3, pá-

1407924

- 9 -

150-3335



gina 199 ff., tomo IX, página 195 ff, y Bachler and
Pearson, Survey of Organic Syntheses, 1970, página
513 ff. Conviene acelerar el proceso catalíticamen-
te mediante donadores de protones y ácidos de Lewis,
5 tales como haluros de hidrógeno, eteratos de boro-
trifluoruro, ácido trifluoroacético, ácido sulfúri-
co, así como resinas intercambiadoras de ácidos
fuertes a partir de cationes tales como Dowex SO.
Al utilizarse alcoholes de la fórmula III, conviene
10 efectuar el proceso a una temperatura de 50°C, como
mínimo, preferiblemente entre 80°C y 170°C. Conviene
efectuar el proceso en presencia de un disolvente
capaz de eliminar el agua de condensación que viene
evaporizándose. Como disolventes apropiados se pue-
den citar el benceno, el tolueno, el xileno, el ci-
15 meno y el clorobenceno, eventualmente en mezcla con
disolventes polares, tales como dimetil-sulfóxido o
butil terc.-fenol.

Al utilizarse mercaptanos, el proceso pue-
20 de efectuarse de manera más suave que el efectuado
con alcoholes, pudiéndose lograr resultados satis-
factorios con operar a temperatura ambiente y en
presencia de ácido acético glacial y de cloruro de
hidrógeno.

407924



Los apropiados derivados funcionales de la fórmula II son bien conocidos, p.ej. de las publicaciones mencionadas más arriba, e incluyen los acetales y mercaptales con alcoholes inferiores, monovalentes, anilos, 2,4-dinitrofenil-hidrazonas y oximas.

Los compuestos de la fórmula III apropiados son los alcoholes y tioles correspondientes a los radicales indicados más arriba para el símbolo K. Sus derivados funcionales apropiados son bien conocidos y dependen, hasta cierto grado, del compuesto III particular. Así, p.ej., en los casos en los que el compuesto es un compuesto 1,2-bis-hidroxi, éste puede ser reemplazado por un 1,2-epóxido. Conviene, en este caso, efectuar el proceso a temperaturas entre 20°C y 50°C y en presencia de un tetracloruro de estaño. Otros derivados apropiados de alcoholes de la fórmula III son sus orto-ésteres con ácido fórmico o silícico y los correspondientes ésteres imido y ésteres del ácido sulfuroso. Alternativamente, puede utilizarse, con ventaja, un cetal o acetal derivados de una cetona inferior o de un aldehído, siendo conveniente, en tal caso, condensarlos (reacetalización) con un aldehído de la fórmula II en presencia de ácidos fuertes.

407924



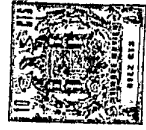
Entre los particulares derivados funcionales de dioles y de tetroles de la fórmula III, los cuales se pueden utilizar, si se desea, en lugar de los alcoholes libres, se incluyen el ciclohexen-óxido, el ciclohexano-epimetilen-óxido, el fenil-etilen-
5 óxido, el 1,3-butadien-diepoóxido y el 1-epoxi-etil-3,4-epoxi-ciclohexano.

Los compuestos de la fórmula I resultantes se pueden aislar y purificar de acuerdo con técnicas convencionales.
10

Los compuestos de la fórmula II y sus derivados funcionales o son conocidos o se pueden producir de manera convencional a partir de materias disponibles. Métodos apropiados están descritos, por ejemplo, en Coppinger and Campbell, Am. Soc. 75,
15 736 (1953); Vilsmeier und Haak, Ber. 60B, 119 (1927); Ferguson, Chem. Rev. 38, 227 (1946); Raisen, J. Chem. Soc. 1949, 3319; y en la Patente estadounidense No. 2,903,483 (1959).

Los compuestos de la fórmula III y sus derivados funcionales o son conocidos o se pueden producir de manera usual partiendo de materias disponibles.
20

Los compuestos de la fórmula I tienen



utilidad como agentes estabilizadores para materias orgánicas, particularmente para materiales plásticos, contra la degradación causada por la acción del calor o del oxígeno.

5 Para tal efecto, los compuestos se pueden incorporar en las sustancias sensibles al oxígeno o al calor, o se los puede aplicar a las sustancias mencionadas en forma de una capa protectora. En la tecnología de los plásticos, los compuestos encuentran un amplio campo de aplicación, siendo, por ejemplo, apropiados como estabilizadores para los polímeros sintéticos y resinas sintéticas siguientes:

10 acetato de celulosa, acetobutirato de celulosa, polietileno, polipropileno, cloruro polivinílico, acetato de cloruro polivinílico, poliamidas, poli-

15 estireno, celulosa etílica, nitrato de celulosa, alcohol polivinílico, goma de silicona, propionato de celulosa, resinas de melamina-formaldehído, resinas de urea-formaldehído, resinas de fusión de alilo,

20 polimetil-metacrilato, poliésteres y poliacrilonitrilo. Los compuestos de la invención son apropiados asimismo para estabilizar materias naturales, tales como la celulosa, la lana y seda. Las materias estabilizadoras pueden estar, por ejemplo, en

407924

- 13 -

150-3333



5 forma de películas o láminas, coladas, barras,
tableros, recubrimientos, fibras, gránulos, polvos,
o bien en otras formas sólidas, o en forma de solu-
ciones, emulsiones o dispersiones. La aplicación de
los compuestos se lleva a cabo según métodos con-
vencionales, pudiéndoselos incorporar en la materia
a estabilizar o bien revestir ésta con aquéllos. Un
método importante de aplicación consiste en mezclar
10 intimamente el compuesto estabilizador con el ma-
terial plástico, por ejemplo el polipropileno en
forma granulada, en una amasadora o en otra máquina
apropiada, y luego moldearlo por extrusión. Con este
método se logra una distribución homogénea del
agente estabilizador, lo cual es de gran importan-
15 cia para una buena protección.

Se puede extrusionar el material, por ejem-
plo en forma de películas, tuberías o como filamento.
Este último se puede convertir en textiles; para tal
fin, el agente estabilizador se incorpora, de acuer-
do con dicha aplicación particular, en el polipro-
20 pileno antes de la producción de éste a un textil.
Sin embargo, existe también la posibilidad de apli-
car el nuevo agente estabilizador a hilados y artí-
culos textiles, por ejemplo, desde un medio acuoso



conteniendo un compuesto de la fórmula (I) finamente dispersionado. Este método de aplicación es apropiado para fibras de poliéster y fibras de acetato de celulosa.

5 No es necesario que los polímeros sintéticos estén en la forma final cuando se les incorporan los nuevos compuestos estabilizadores. Los compuestos de la fórmula I se pueden mezclar con los monómeros o los prepolímeros anteriormente a la condensación o a otra reacción de polimerización que proporciona el polímero final.

10

Aparte de ser apropiados para la estabilización de películas claras, plásticos y similares, los nuevos compuestos son aplicables asimismo a materias opacas, semi-opacas y transparentes cuya superficie es sensible a la degradación causada por la irradiación ultra-violeta, el aire y el calor. Como ejemplos de tales materias se pueden citar los plásticos espumosos, películas y revestimientos

15

opacos, papeles opacos, plásticos pigmentados, opacos y transparentes, pigmentos fluorescentes, automóviles, pulimentos para muebles, cremas, lociones y productos referidos que pueden ser opacos, claros o translucientes.

20

25 Como ejemplo de la relación entre la con-

407 924

- 15 -

150-3333



stitución de los compuestos de la fórmula (I) y su
acción, se puede mencionar que la acción estabiliza-
dora satisfactoria es evidente en los polialquilenos,
particularmente en el polipropileno, cuando los susti-
5 tuyentes en la molécula son predominantemente grupos
alifáticos saturados.

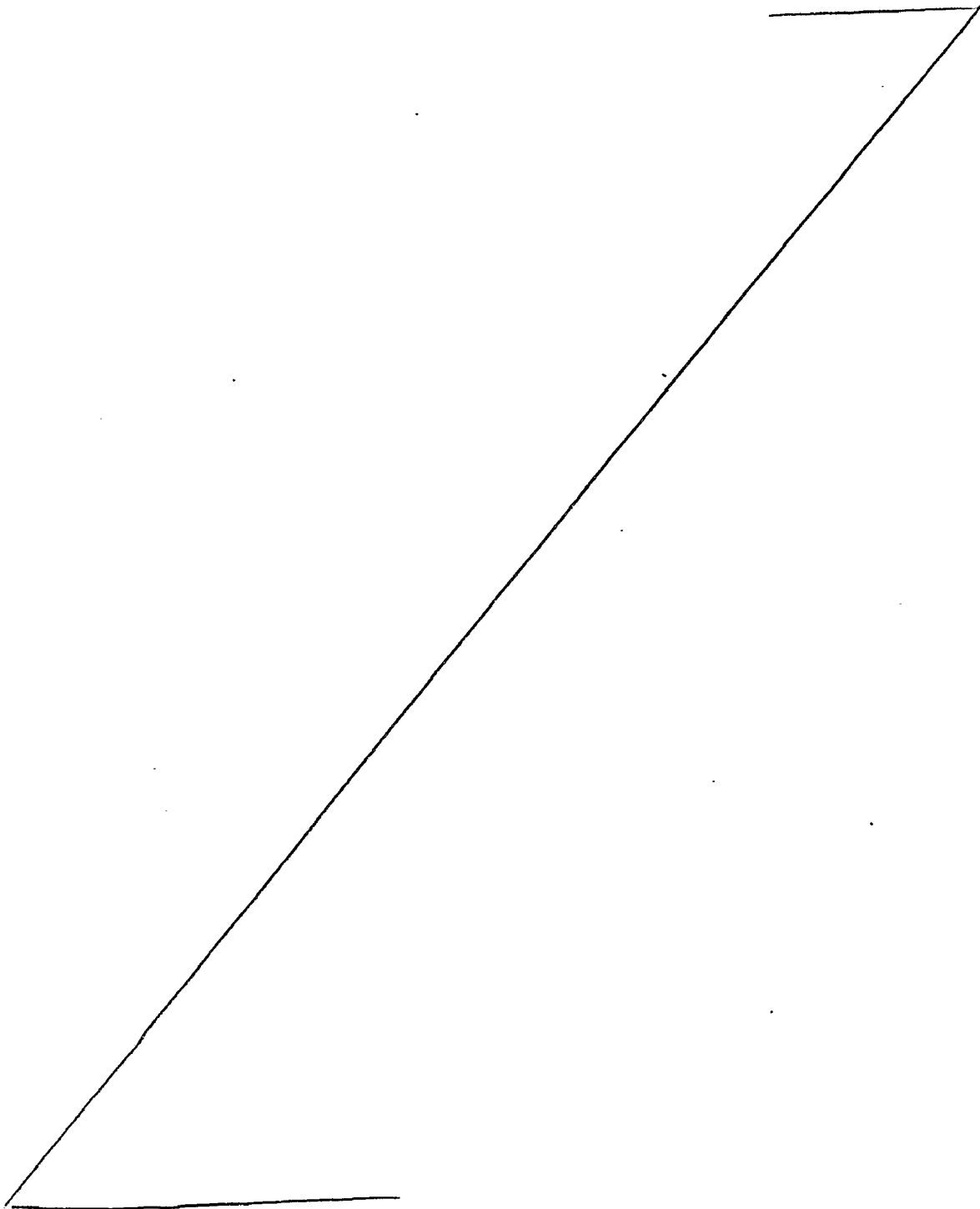
Como ya indicado, los nuevos compuestos
se pueden incorporar en las materias a estabilizar
durante cualquier etapa de la manufactura de éstas,
10 utilizando métodos normalmente usados. La cantidad
del agente estabilizador utilizado puede variar entre
amplios límites, por ejemplo entre un 0,01 y un 5 %, o,
de preferencia, entre un 0,05 y un 1 % en rela-
ción al peso de la materia. Las materias orgánicas
15 estabilizadas pueden contener compuestos de la fór-
mula I arriba definida, en mezcla con ulteriores
agentes aditivos, por ejemplo absorbedores ultra-
violetas y otros estabilizadores contra la degrada-
ción causada por el calor o el oxígeno. Como ejemplos
20 de estos últimos se pueden citar el azufre orgánico,
el fósforo y compuestos de estaño, así como las sa-
les de níquel de ácidos carboxílicos orgánicos. En
muchos casos, tales mezclas de estabilizadores pro-
porcionan una estabilización particularmente satis-

407924



factoria ya que pueden ejercer una acción sinérgica.

5 En los Ejemplos siguientes, las partes y porcentajes se entienden en peso y las temperaturas están indicadas en grados centígrados.



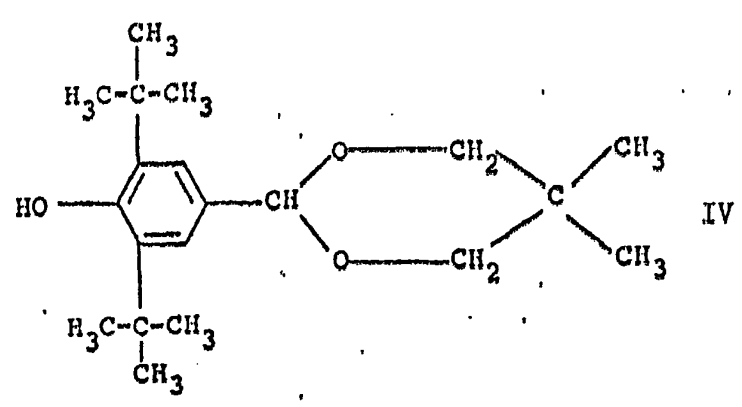
407924 - 17 -

150-3337



EJEMPLO 1

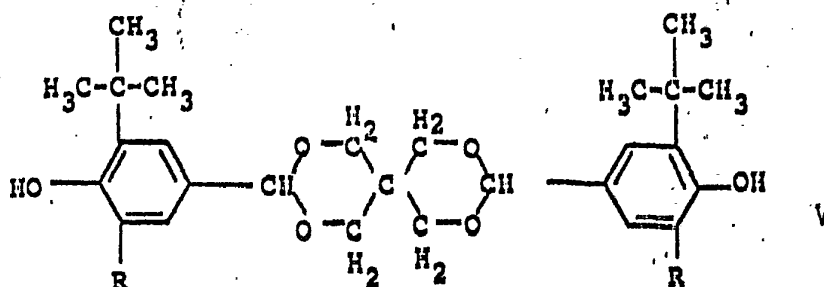
Se calienta hasta temperatura de ebullición una solución de 46,9 partes de 3,5-dibutil-
terc.-4-hidroxi-benzaldehído, 21 partes de 2,2-
5 dimetil-1,3-propanodiol y 0,5 partes de hidrato del
ácido 4-tolueno-sulfónico en 300 partes de tolueno
y se hace reaccionar con eliminación del agua de
reacción en un separador. Después de dejar reaccionar
durante 6 horas, se agregan 85 partes de acetato de
10 etilo. A continuación se seca la solución de reac-
ción sobre carbonato de potasio y se destila el di-
solvente, después de lo cual se obtienen 60 partes
del producto bruto. Éste se recristaliza de hexano
para proporcionar el 2-(4'-hidroxi-3',5'-dibutilo-
15 terc.-fenil)-5,5-dimetil-1,3-dioxano de la fórmula
IV,



con un punto de fusión de 134-135°.

EJEMPLO 2

De acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1, se hacen reaccionar 120 partes de 4-hidroxi-3,5-dibutilo terc.-benzaldehído con 34 partes de pentaeritritol en 160 partes de dimetil-sulfóxido, 200 partes de benceno y 0,5 partes de hidrato del ácido 4-tolueno-sulfónico. Seguidamente se procede tal como descrito en el Ejemplo 1, obteniéndose 137 partes del producto bruto, el cual se recristaliza de iso-propanol. El producto de condensación de la fórmula V,



en la que R significa un radical butilo terciario, se obtiene en forma pura, sin color, con un P.F. de 256-257°.

15 EJEMPLO 3

Se efectúa la reacción de condensación de manera similar a la indicada en el Ejemplo 2, pero, en lugar de 4-hidroxi-3,5-di-butilo terc.-benz-

407924

- 19 -

150-3333

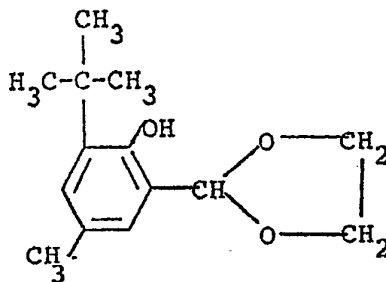


aldehído se utiliza 4-hidroxi-3-metil-5-butilo
terc.-benzaldehído. Se obtiene un compuesto inco-
loro que corresponde a la fórmula V, en la que R
significa el radical metilo, con un P.F. de 240-242°.

5 El 4-hidroxi-3-metil-5-butilo terc.-benzaldehído,
utilizado como materia de partida, funde a 154-155°.
Se lo puede sintetizar según Vilsmeier und Haak,
Ber. 60B, 119 (1927), usando, como disolvente,
éter dietílico dietileno-glicol y efectuando la re-
10 acción durante 2 horas a 60°. Se puede purificar el
producto bruto mediante recristalización de iso-
propanol.

EJEMPLO 4

15 Condensando, de acuerdo con el procedi-
miento descrito en el Ejemplo 1, cantidades molares
de 2-hidroxi-3-butilo terc.-5-metil-benzaldehído y
de etileno-glicol, se obtiene el 2-(2'-hidroxi-3'-
butilo terc.-5'-metil-fenil)-1,3-dioxolano incoloro
que corresponde a la fórmula VI,



VI

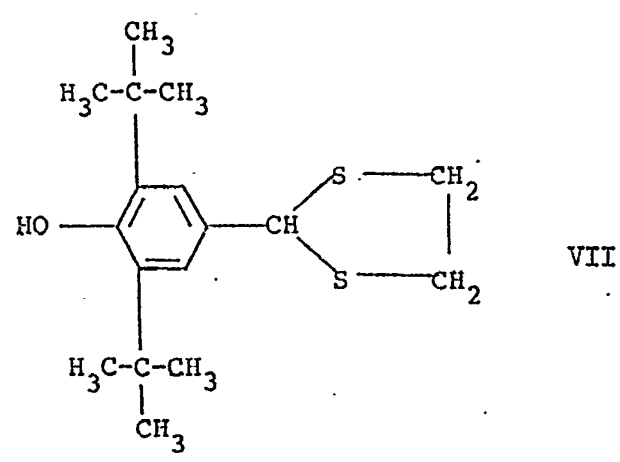
20 con un P.F. de 83-84°.



El 2-hidroxi-3-butilo terc.-5-metil-benz-
 aldehído, (P.F. 71-73), utilizado como producto de
 partida, se puede obtener tal como sigue: Se mez-
 5 clan, a 100°, 164 partes de 2-butilo terc.-4-metil-
 fenol, 75 partes de tetramina hexametilénica y 125
 partes de para-formaldehído. Al cabo de una hora,
 se agregan 300 partes de ácido acético glacial y
 se deja reaccionar la mezcla durante ulteriores 30
 minutos. Pasada una hora, se introducen 344 partes
 10 de ácido clorhídrico concentrado; luego se enfría
 la solución y se la vierte dentro de agua. El al-
 dehído precipitado se cristaliza de metanol.

EJEMPLO 5

15 Siguiendo el método descrito en el Ejemplo
 1, se condensan cantidades molares de 3,5-dibutilo-
 terc.-4-hidroxi-benzaldehído y de 1,2-etano-ditioi
 para obtener 2-(4'-hidroxi-3',5'-dibutilo terc.-
 fenilo)-1,3-ditiolano de la fórmula VII

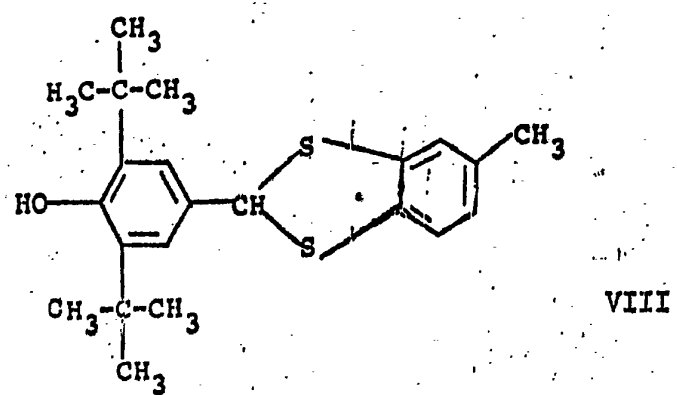


407924



EJEMPLO 6

Se efectúa la reacción de condensación de manera análoga a la descrita en el Ejemplo 1 utilizando cantidades molares de 3,5-dibutilo terc.-4-hidroxi-benzaldehído y de tolueno-3,4-ditioi. Se obtiene el 2-(4'-hidroxi-3',5'-dibutilo terc.-fenil)-1,3-(4''-metil)-benzoditiolano de la fórmula VIII,



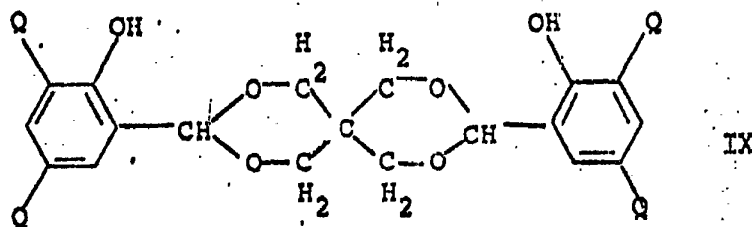
con un P.F. de 118-119°.

EJEMPLO 7

De acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo 2, se condensan 2 moles de 3-butilo-terc.-5-ciclohexil-4-hidroxi-benzaldehído con 1 mol de pentaeritritol para proporcionar un producto que corresponde a la fórmula V, con un P.F. de 284-287°, fórmula en la que R significa el radical ciclohexilo.

EJEMPLO 8

De acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo 2, se condensa 3,5-di-amilo terc.-2-hidroxi-benzaldehído con pentaeritritol a una relación molar de 2:1. El producto corresponde a la fórmula IX,



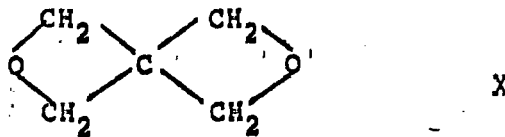
en la que Q significa el radical amilo terciario,

teniendo un P.F. de 227-229°.

10

EJEMPLO 9

6,2 partes de 2-hidroxi-3-butilo terc.-5-(4'-butilo terc.-fenilo)-benzaldehído y 2,2 partes del compuesto espiro de la fórmula X,



se disuelven en 40 partes de diclorooctano. Luego se

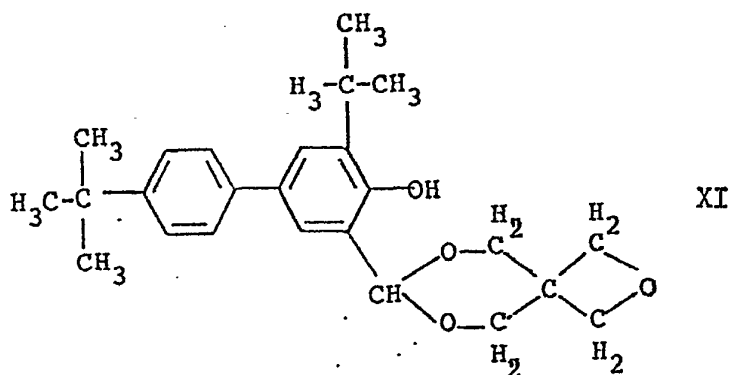
407924

- 23 -

150-3333



agrega, por gotas, una solución de 0,9 parte de
 tetracloruro de estaño en 5 partes de dicloro-
 etano, a temperatura ambiente. Se agita la solu-
 ción de reacción durante la noche. A continuación
 5 se la diluye con 50 partes de tolueno, se la lava,
 primero con una solución al 10 % de hidróxido de
 sodio y luego con agua, y se la seca sobre carbona-
 to de potasio. Después de destilar el disolvente, el
 residuo se recristaliza de acetato de etilo/acetona.
 10 Se obtienen cristales incoloros con un P.F. de 184°-
 187° con un rendimiento de 2,4 partes. Los valores
 del contenido del producto en carbono, hidrógeno y
 oxígeno corresponden a los de la fórmula XI,



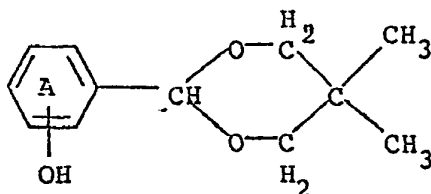
EJEMPLO 10

15

60 partes de una mezcla que se compone de
 54 % de 2-hidroxi-3-(2',2',4',4'-tetrametilbutil)-



benzaldehído, 24 % de 4-hidroxi-3-(2',2',4',4'-
tetrametil-butil)-benzaldehído, 11 % de 2-hidro-
xi-3,5-bis-(2',2',4',4'-tetrametil-butil)-benz-
aldehído, 9 % de 4-hidroxi-3,5-bis-(2',2',4',4'-
5 tetrametil-butil)-benzaldehído y 2 % de 2-hidroxi-
5-(2',2',4',4'-tetrametil-butil)-benzaldehído se
disuelven junto con 25 partes de 2,2-dimetil-1,3-
propano-diol y 1 parte de hidrato del ácido 4-to-
lueno-sulfónico en 200 partes de tolueno. Se man-
10 tiene la solución a la temperatura de ebullición
hasta que no se colleccione más agua en el separa-
dor, lo que dura unas 6 horas. La solución de to-
lueno se lava con una solución al 10 % de carbona-
to de sodio y se evapora en vacío. Se obtiene un
15 aceite amarillento, altamente viscoso, cuyo espec-
tro infrarrojo muestra las características de ab-
sorción del anillo 1,3-dioxano sin las bandas de
aldehído. En conformidad con la mezcla de partida
de aldehído, dicho aceite consiste en una mezcla
20 de fenoles de la fórmula XII,



XII

1407924

- 25 -



en la que el ciclo bencénico A esta sustituido, en algunos casos una, en otros casos dos veces, por el radical octilo terciario.

Ejemplo de Aplicación

5. En un molino de rodillos se mezcla intimamente una materia a moldear de polipropileno junto con 0,4 % del compuesto indicado en el Ejemplo 2, en el que R significa un radical butilo terciario. Se moldea la mezcla a 180°C, dándole la forma de discos de 1 mm de espesor y de 18 mm de diámetro. Se conservan los discos en una atmósfera de oxígeno, a 190°C y a una presión excesiva de 200 mm de Hg. La oxidación del polímero causa una caída de la presión. La presión cae con poca velocidad si la eficacia del agente estabilizador o de la mezcla estabilizadora es alta. La eficacia de estabilización se puede ensayar asimismo por envejecimiento acelerado de una muestra de moldeo en un horno a 140°C.
- 10.
- 15.

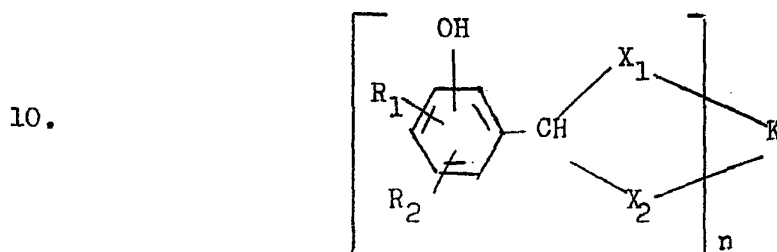
- N O T A -

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Suiza bajo el número y fecha si-
- 25.



- guiente: número 15641/71 de 26 de Octubre de 1.971, acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita una Patente de Invención por 20 años en España sobre:
5. PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ACETALES Y MERCAPTALES CICLICOS, caracterizandose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para la obtención de acetales y mercaptales ciclicos de fórmula I,



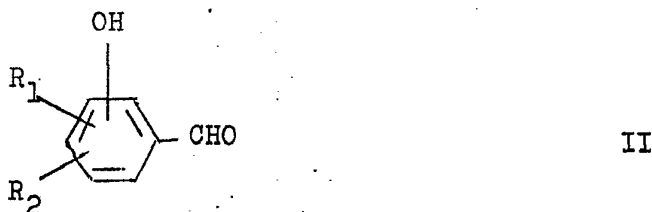
- en la que R_1 significa un radical alquilo terciario conteniendo de hasta 12 átomos de carbono y hallándose en una posición adyacente al grupo hidroxilo, R_2 significa un átomo de hidrógeno, un radical alquilo o cicloalquilo conteniendo de hasta 20 átomos de carbono, o un radical fenilo que puede estar sustituido por uno o por dos radicales alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, n significa 1 o 2, K significa un radical hidrocarburo de valencia $2n$, conteniendo de 2 a 12 átomos de carbono y componiéndose de unidades aromáticas y/o alifáticas saturadas, en las que un enlace $-C-C-$ puede estar reemplazado por un enlace $-C-O-C-$, y X_1 y X_2 , que pueden ser iguales o diferentes,
- 15.
- 20.

A

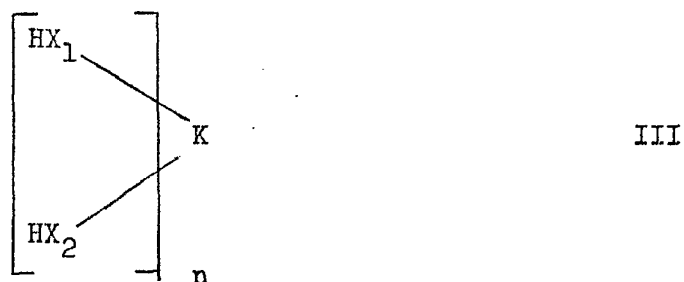


significan, cada una, un átomo de oxígeno o de azufre; X_1 y X_2 están enlazadas con los átomos del radical K adyacentes o los más próximos, a condición de que, en el caso de que n significa 2, los dos radicales bivalentes

5. enlazados con el radical K puedan ser iguales o diferentes, caracterizado por el hecho de que se hace reaccionar un compuesto, o una mezcla de compuestos, de la fórmula II,



10. en la que R_1 y R_2 son tales como arriba definidas, o un derivado funcional de los mismos, con un compuesto de la fórmula III,



15. en la que K, X_1 , X_2 y n son tales como definidas más arriba, o con un derivado funcional del mismo.

2.- Procedimiento para la obtención de acetales y mercaptales cíclicos, tal y como queda sustancial

✓

407924

- 28 -



mente descrito en la presente Memoria.

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

15 ABR. 1975

Madrid

SANDEZ A.G.
S. P. Filiales L. Caixa Forestal