

U.S. Serial Nos. 536.074
and 536.072 - Case No.
74-46A-SPA
EX-GB-III

nº 444.133

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,
sus territorios y plazas de soberanía, a
favor de:

ROHM AND HAAS COMPANY

corporación norteamericana organizada ba-
jo las leyes del estado de Delaware, domi-
ciliada en Independence Mall West, Fila-
delfia, U.S.A., relativa a:

"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ADUCTOS AMI-
NICOS"

=====

Inventores: Warren Harvey Machleder y Joseph
Martin Bollinger

Prioridades: Solicitudes de patente en U.S.A.
nos. 536.074 y 536.072, ambas de
fecha 24 diciembre 1974.

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. Esta invención se refiere a la preparación y uso de nuevos compuestos que son adecuados, ya sea solos o en mezcla con otros compuestos, como aditivos con diversas utilidades para combustibles hidrocarbúricos líquidos, especialmente gasolina, otros aceites, especialmente aceites lubricantes, y otros lubricantes. - - - - -

10. Los aditivos preparados y utilizados según la invención tienen propiedades detergentes y son particularmente útiles en las aplicaciones de automoción, tales como en los motores de combustión interna. Desde luego, se hallan disponibles otros aditivos detergentes para combustibles pero en general tienen una o más deficiencias, tales como la necesidad de usarlos a concentraciones muy altas, por ejemplo del orden de 4.000 ppm. Cuando estos aditivos se utilizan a las dosis de tratamiento reveladas aquí para los aditivos preparados y utilizados según la invención sus características de trabajo son insuficientes. - - - - -

20. Un combustible para automóviles, por ejemplo, debe tener ciertas propiedades deseables. Tales propiedades incluyen: detergencia de los carburadores, que limpiará y mantendrá la limpieza del carburador y del resto del sistema de admisión de combustible, como las válvulas y las lumbreras, y que reducirá el aumento de las necesidades de octanos de un

- motor de combustión interna por reducción de la acumulación de depósitos en la cámara de combustión; mantenimiento de un bajo nivel de emisiones de gases de escape con hidrocarburos y monóxido de carbono, evitando el uso de aditivos que contienen fósforo; eficacia en la inhibición de la formación de depósitos en las válvulas de admisión, además de la eficacia de los detergentes de los carburadores; control del ensuciado de las bujías para mantener las bujías relativamente limpias y libres de depósitos; y otras propiedades deseables, tales como protección contra la oxidación y la corrosión, propiedades de desmulsibilidad del agua y propiedades de antihielo. - - - - -
- 5.
 - 10.

Los inventores han hallado ahora que los aditivos que comprenden ciertos aductos de poliisopropil- o poliisobutilfenol/epiclorhidrina/amina pueden conferir a los combustibles un balance deseable de tales propiedades, utilizándolos a concentraciones relativamente bajas y por ello a un coste relativamente bajo. - - - - -

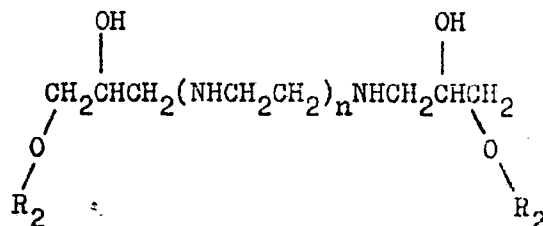
- 15.

La invención provee a la preparación y uso de un aducto de poliisopropil- o poliisobutilfenol/epiclorhidrina/amina, como se define posteriormente. Los aductos preparados y utilizados según la invención son unos productos capaces de ser producidos por la reacción de alquilfenoles, epiclorhidrina y poliaminas. Los entendidos en la técnica comprenderán que el producto de esta reacción de aducción incluirá usualmente una mezcla de compuestos y esta invención se

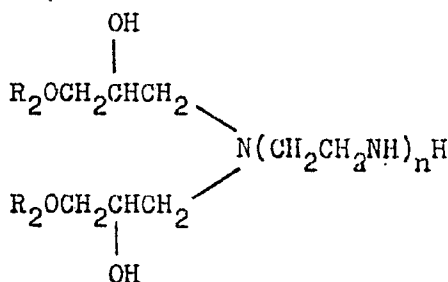
- 20.
- 25.

extiende a la preparación y uso de tal mezcla y de cualquier parte de tal mezcla, por ejemplo a los aductos individuales que pueden hallarse presentes en tal mezcla. Tales productos individuales incluyen, por ejemplo, compuestos de las fórmulas siguientes: - - - - -

5.



y



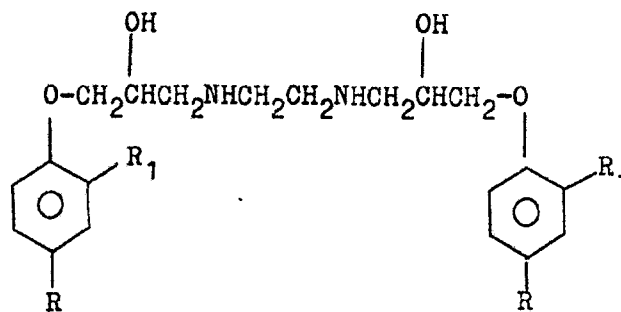
10.

En tal reacción de aductos puede tener lugar una alquilación de la amina en cualesquiera de los puntos de nitrógeno disponibles y, a medida que aumente el valor de n, la mezcla de productos será más compleja. Los aductos preferidos son los capaces de ser producidos por una reacción tal que proporcione un producto en el que n sea un entero de 1 a 5. En las anteriores fórmulas, R₂ representa un anillo bencénico poliisopropil- o poliisobutylsubstituido. - - - - -

El componente poliisobutilo (PIB) o poliisopropilo

puede tener un peso molecular medio numérico (Mn) de 500 a 2.000 y preferentemente de 600 a 1.500. - - - - -

5. Más preferentemente el aducto es un aducto de poliisobutilfenol/epiclorhidrina/etilendiamina que incluye compuestos de la siguiente fórmula: - - - - -



10. en la cual R es un grupo poliisobutilo y R₁ es R o hidrógeno. El sustituyente R puede derivarse de un poliisobuteno suministrado por Amoco que tiene la designación comercial H35 y un peso molecular medio numérico de unos 670. Tal grupo poliisobuteno o poliisobutilo derivado del mismo puede denominarse, en la presente memoria, "PIB_{H35}". - - - - -

15. En una realización de la invención se provee a la preparación y uso de composiciones aditivas que contienen los aductos anteriormente descritos. Tales composiciones son normalmente composiciones aditivas multifuncionales líquidas para la adición a una gasolina plomada, con bajo contenido de plomo o no plomada, es decir a un combustible hidrocarbúrico destilado que comprende una proporción principal de un combustible básico hidrocarbúrico que destila dentro de la gama de destilación de las gasolinas. Estos aditivos pueden propor

20.

cionar, incluso a dosis de uso relativamente bajas, inferiores a 4.000 ppm, detergencia del carburador, del sistema de admisión y de la cámara de combustión, inhibición de la oxidación y buenas propiedades de manipulación en un grado mayor que el que se halla frecuentemente con muchos detergentes multifuncionales para carburadores, del tipo fosfato alquilamónico o succinimida poliiolefinica. Se está observando

- 5. que se necesitan mejores características de trabajo debido, en parte, al advenimiento de dispositivos de control de emisiones que deben permanecer libres de depósitos si los nuevos automóviles deben cumplir las normas EPA sobre emisiones para 50.000 millas, tal como lo requieren los organismos competentes de algún país, como Estados Unidos. - - - - -

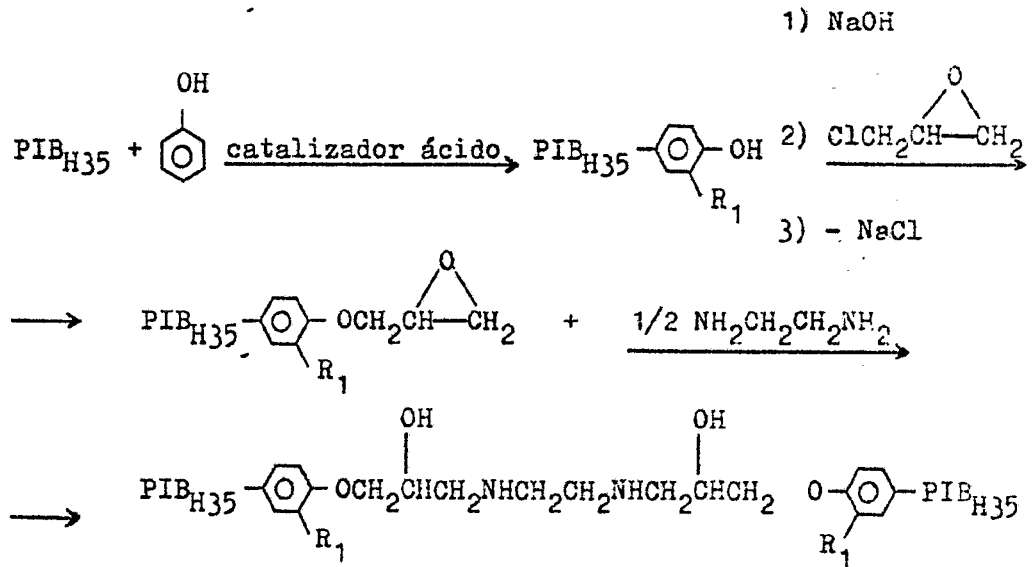
A los efectos oportunos se señalan las siguientes equivalencias aproximadas entre las unidades anglosajonas de medida, utilizadas en la presente, y las unidades métricas: 1 milla = 1.600 m; 1 libra (lbs) = 0,453 kg; 1 barril (bbls) = 159 l; $^{\circ}F = (^{\circ}C - 32) \times 0,55$; 1 pie libra = 1,35 julios. - - - - -

- 15.
- Los combustibles tratados pueden comprender un combustible básico hidrocarbúrico que destila dentro de la gama de destilación de las gasolinas y de 20 a 600 ppm, preferentemente de 60 a 400 ppm, de los aductos definidos anteriormente. - - - - -

- 20.
- Un método de preparar los aductos según la invención se ilustra por medio de la siguiente reacción: - - - -

- 25.

- 5.
- a) Se alquila fenol con poliisobuteno, es decir poliisobutileno, de Mn ~ 670 (Amoco H35) utilizando un catalizador ácido. - - - - -
 - b) El poliisobutilfenol se convierte en el fenóxido sódico utilizando hidróxido sódico y entonces se hace reaccionar con epiclorhidrina.
 - c) Dos moles del aducto de epiclorhidrina se hacen reaccionar con etilendiamina para formar la mezcla deseada de productos, que incluye el compuesto ilustrado a continuación: - - - - -
- 10.



(El producto preferido, preparado y utilizado según esta invención, en que R₁ es PIB_{H35} ó H). - - - - -

Los inventores consideran que un aducto de poliiso

butilfenol/epiclorhidrina/poliamina, preparado y utilizado según la invención, en el que el componente poliisobuteno tiene un peso molecular de 500-2.000 y una poliamina del tipo etilendiamina o dietilentriamina producen un balance preferido de propiedades por lo que se refiere a detergencia, inhibición de la oxidación y manipulación. - - - - -

5.

La Tabla I presenta datos que comparan el aducto preferido, preparado y utilizado según la invención, con el Chevron F-310 (se considera que el componente esencial del Chevron F-310 es una polibutenamina). Los resultados indican la reducción porcentual de los depósitos con respecto a la gasolina no tratada y demuestran que el aducto preferido mejora grandemente el comportamiento de la gasolina no tratada y proporciona un comportamiento comparable al F-310, a una dosis de tratamiento muy reducida. - - - - -

10.

15.

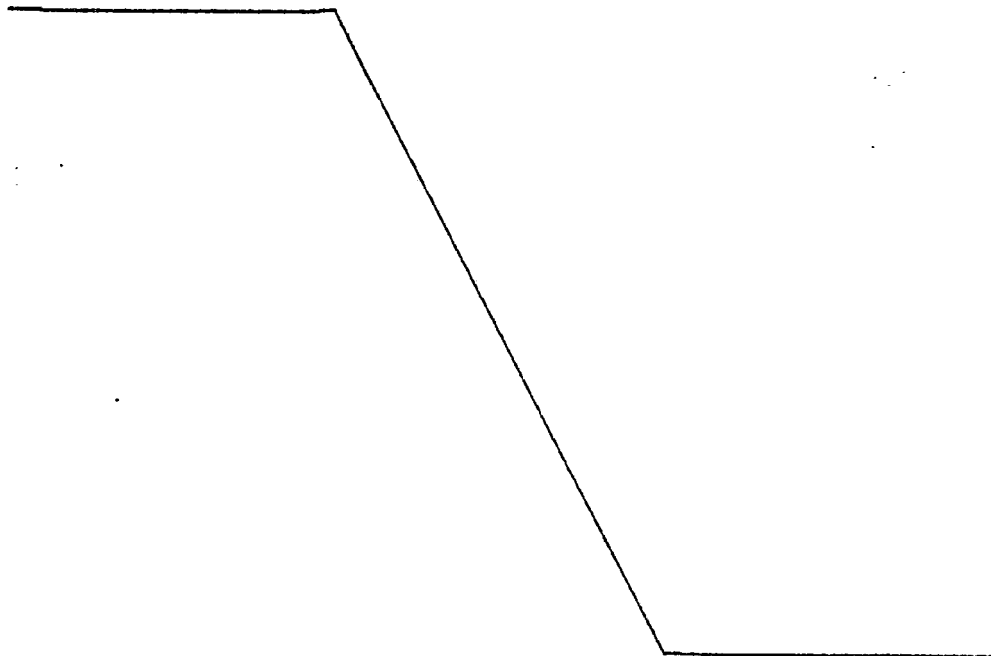


TABLA I

COMPORTAMIENTO DE LOS DETERGENTES DE CARBURADORES DE LA SEGUNDA GENERACION

Aditivo	Dosis de tratamiento recomendada** lbs/1.000 bpls	Ensayo de oxidación ASIM-PCCy % área oxidada	Ensayo de detergencia de los carburadores con resopladura (A) % reducción de depósitos	Ensayo en el sistema de admisión (B) Un solo cilindro % reducción de depósitos
Gasolina básica de control	-	100	0	0
Chevron F-310	1.000	0	96	~ 99
*PP (aducto de amima)	75	0-5	95	94

*El producto preferido, preparado y utilizado según esta invención, como se indica en el esquema de reacción anterior en la página 7 y en que R₁ es H ó PIB_{H35}

**Barriles de gasolina (bbls)

Las composiciones aditivas preparadas y utilizadas según la invención pueden contener otros aditivos; por ejemplo, las composiciones pueden contener aductos preparados y utilizados según la invención en mezcla con un poliisobutenfenol. Tales fenoles son similares al componente poliisobutenfenol descrito previamente para algunos de los aductos de amina. Así, el poliisobutenfenol puede prepararse por medio del método descrito aquí en la Parte A del Ejemplo 1. Los poliisobutenfenoles preferidos tienen un peso molecular medio numérico de unos 500 a 3.000 y preferentemente de 500 a 1.500.

El aditivo de aducto de poliisobutenfenol/amina puede utilizarse en combustibles hidrocarbúricos destilados, particularmente los que tienen una cantidad principal de un combustible básico hidrocarbúrico que destila en la gama de destilación de las gasolinas, a dosis de 20 a 300 ppm (partes por millón sobre una base en peso de gasolina) del aducto de amina mezclado con de 100 a 650 ppm del poliisobutenfenol. Las cantidades preferidas son de 60 a 100 ppm del aducto de amina y de 200 a 300 ppm del poliisobutenfenol. Esto corresponde, por 1.000 barriles de gasolina, a 5-75 libras del aducto de amina mezclado con 25-162,5 libras de un poliisobutenfenol. Las cantidades preferidas son de 15 a 25 libras del aducto de amina y de 50 a 75 libras del poliisobutenfenol por 1.000 barriles de gasolina. - - - - -

Así las dosis totales de tratamiento de la mezcla aditiva pueden oscilar entre 120 y 950 ppm y preferentemente entre 260 y 400 ppm. - - - - -

En la Tabla II que sigue se indican datos de comportamiento de las mezclas del aducto de amina y de poliisobutenfenol. -----

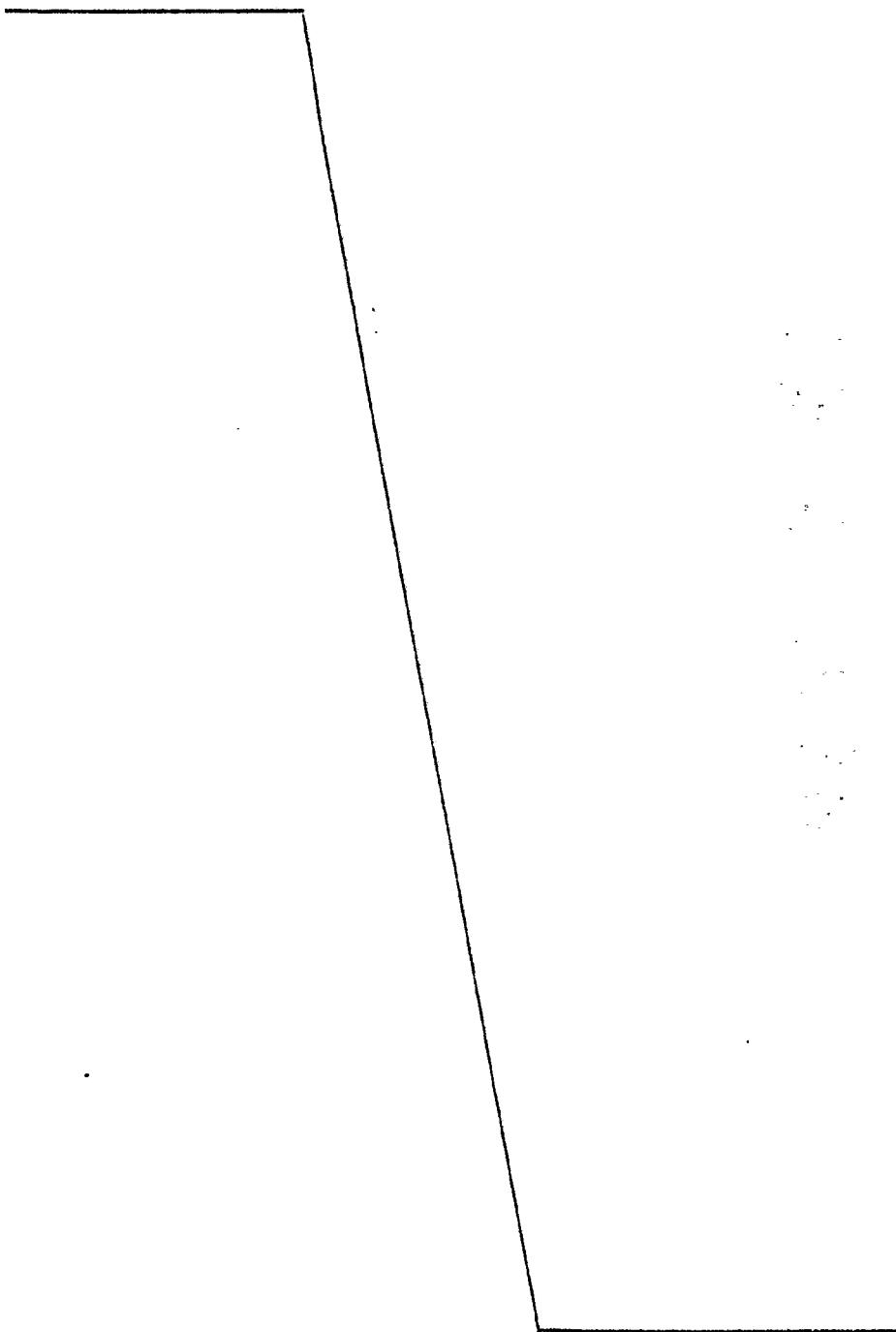


TABLA II

COMPORTAMIENTO DE LAS MEZCLAS PARA CARBURADORES

Aditivo	Dosis de tratamiento, lbs/1.000 bbls* de gasolina	Ensayo de detergencia de los carburadores con resopladura (A)		Ensayo en el sistema de admisión (B)	
		% reducción de depósitos Gasolina plomada (MS-08)	% reducción de depósitos Gasolina no plomada (Combustible de referencia Phillips "J")	Un solo cilindro	% reducción de depósitos Gasolina no plomada (Combustible de referencia Phillips "J")
Gasolina básica de control	-	0	0		
Chevron F-310	1.000	96	~99		
Aducto de amina**	75	95	94		
Aducto de amina**/ poliisobutenfenol	25/50	90, 89, 86	53		

* bbls = barriles

** en que R₁ es H ó PIBH35

5. Como puede verse en la Tabla II, la mezcla del aducto de amina y del poliisobutenfenol puede compararse muy favorablemente con el producto de aducto de amina per se y con el Chevron F-310. También debe observarse de la Tabla II que el Chevron F-310 se utiliza a una dosis mucho más alta (1.000 libras por mil barriles de gasolina) de lo que sucede con el aducto de amina o con la mezcla del aducto de amina y el poliisobutenfenol. - - - - -

10. El componente poliisobutenfenol de la mezcla aditiva descrita aquí ofrece ventajas económicas por descenso de los costes de tratamiento de la gasolina, al tiempo que confiere propiedades beneficiosas a la gasolina. El fenol sirve para reducir el depósito porcentual en el Ensayo en el sistema de admisión y en el vehículo en que se utiliza finalmente.

15. Los aductos y las composiciones de aductos, es decir las composiciones de aducto/poliisobutenfenol, preparadas y utilizadas según la invención, pueden utilizarse como inhibidores de oxidación y como dispersantes exentos de cenizas, para el uso en aceites lubricantes. Una ventaja de los aditivos preparados y utilizados según la invención es que son no iónicos y que pueden proporcionar un alto grado de inhibición de la oxidación. Los inhibidores iónicos de oxidación, tales como las sales de ácido carboxílico y fosfórico, pueden agravar el problema de los depósitos en el sistema de admisión. - - - - -

20.

25.

Así, se proporcionan composiciones lubricantes o

combustibles que pueden comprender un lubricante natural o sintético o un combustible hidrocarbúrico que tiene disuelto en el mismo aductos o composiciones de aductos preparados y utilizados según la invención. - - - - -

5. Además, se proporcionan por medio de la invención, composiciones lubricantes o combustibles que comprenden un concentrado de los aductos o composiciones de aductos. Previamente, la cantidad de aducto o de composición de aducto es de 10% a 60% en peso del concentrado. - - - - -

10. Las composiciones combustibles pueden también contener uno o más de los siguientes aditivos convencionales para combustibles: - - - - -

- Agentes antidetonantes,
- Aceleradores del encendido,
- 15. Mejoradores de la combustión,
- Mejoradores de la potencia,
- Facilitadores del arranque en frío,
- Inhibidores del autoencendido,
- Antioxidantes,
- 20. Inhibidores de las gomas,
- Inhibidores de la corrosión,
- Inhibidores de los lodos,
- Estabilizantes del color,
- Detergentes,
- 25. Desactivadores de metales,
- Estabilizantes,
- Estabilizantes a altas temperaturas,

- Dispersantes,
- Estabilizantes a base de plomo tetraetilo,
- Estabilizantes de carbonilos metálicos,
- Agentes superficialmente activos,
- 5. Modificadores o impeditores de depósitos,
- Inhibidores de barnices,
- Lubricantes de la parte superior del cilindro,
- Eliminadores de la suciedad,
- Agentes que permiten disminuir el aumento de las nece
- 10. sidades de octanos,
- Inhibidores del encendido superficial,
- Inhibidores del ensuciado de las bujías,
- Colorantes,
- Inhibidores de la espuma,
- 15. Mejoradores de la solubilidad de volatilidad,
- Inhibidores del olor,
- Agentes ocultantes del olor,
- Agentes anticongelantes,
- Agentes decolorantes,
- 20. Odorantes
- Marcadores de identificación,
- Disminuidores del punto de congelación,
- Supresores de la inflamabilidad.

25. La invención se describirá ahora más particularmente en los siguientes ejemplos que se dan sólo con fines de ilustración. - - - - -

La Tabla III presenta datos que demuestran la capa

5. ciudad del producto preferido, preparado y utilizado según la presente invención, para controlar el aumento de las necesidades de número de octanos de un motor. Aunque el mecanismo de su actividad no está firmemente establecido, presumiblemente el aditivo actúa impidiendo la acumulación de depósitos en la cámara de combustión. - - - - -

TABLA III

AUMENTO DE LAS NECESIDADES DEL NUMERO DE OCTANOS

<u>Aditivo</u>	<u>Dosis de tratamiento, lbs/1.000 bbls en gasolina (no plomada)</u>	<u>* Aumento de las necesidades del número de octanos (C)</u>
Gasolina básica no tratada	7	10
Producto preferido (PP) (aducto de amina en que R ₁ es H ó PIB _{H35})	75	5

* Según se mide por medio del Ensayo, en motores, de los depósitos en las cámaras de combustión.

5. A continuación se describe el anterior Ensayo de detergencia de los carburadores con resopladura, que demuestra una reducción porcentual de depósitos. En el Ensayo en motores, de la detergencia de los carburadores con resopladura/Mantenimiento de la limpieza (% reducción de depósitos), se utiliza gasolina MS-08. Se utiliza combustible de referen

cia Phillips "J", un combustible no plomado, en el Ensayo del sistema de admisión, con un solo cilindro, % reducción de depósitos, y también en el Ensayo, en motores, de los depósitos en la cámara de combustión. - - - - -

5. VALORACION, EN ENSAYOS EN MOTORES, DE DETERGENTES
CON DIVERSAS UTILIDADES PARA CARBURADORES

(A) ENSAYO, EN MOTORES, DE LA DETERGENCIA DE LOS CARBURADORES
CON RESOPLADURA/MANTENIMIENTO DE LA LIMPIEZA

Proceso de ensayo en motores

10. El Ensayo, en motores, de la detergencia de los carburadores con resopladura/mantenimiento de la limpieza (BBCDT-KC) mide la capacidad de un aditivo de la gasolina para mantener limpia la zona del cuerpo de la mariposa del carburador y se realiza en un motor Ford 1970 351 CID V-8 provisto, por medio de un colector especial de admisión, en "Y",
15. de dos carburadores de un solo cuerpo que pueden ajustarse y activarse independientemente. Con esta disposición puede valorarse un combustible independiente de ensayo por cada carburador, que alimenta a cuatro de los ocho cilindros por medio del colector de admisión no interconectado. Los carburadores están modificados con manguitos de aluminio amovibles a fin de facilitar que se pesen los depósitos que se acumulan en la zona del cuerpo de la mariposa. La severidad del ensayo se ajusta a un nivel apropiado por reciclado de toda
20. la cantidad de los gases de resopladura, es decir de los gases que escapan entre el cilindro y el pistón, aproximada-
- 25.

mente 90-110 pies cúbicos/hora, hacia la parte superior del filtro de aire, de modo que cada carburador reciba un volumen igual de estos gases. Cada carburador se ajusta para recibir, durante la primera hora de trabajo, un caudal igual de mezcla de admisión, por medio de la presión diferencial del colector de admisión y el análisis de los gases de escape por lo que se refiere a CO. Se emplean el ciclo de ensayo y las condiciones de trabajo siguientes: - - - - -

Ciclo de ensayo:

10.	Fase I	650 rpm de motor, 8 min.
	Fase II	3000 rpm de motor, 1 min.
	Duración del ensayo, h	10
	Aire de admisión, °F	135 ± 10
	Agua de refrigeración, °F	190 ± 10
15.	Radiador de aceite del motor, °F	210 ± 10
	% CO en el escape	3,0 ± 0,2
	Resopladura, pies cúbicos/hora	90 - 110

20. Se mide el peso (mg) de los depósitos acumulados en el manguito de aluminio y se registra el valor medio de cuatro ensayos por aditivo o por mezcla de aditivos. - - - - -

La gasolina utilizada en el ensayo B5CDF-KC es una gasolina MS-08 que tiene las siguientes propiedades: - - - - -

25.	Densidad:	
	API	59,7
	P.e. a 50°F	0,74

	Destilación ASTM D-86, °F :	
	IBP	93
	10%	123
	50%	205
5.	90%	348
	P. E.	405
	% Recuperado	98
	% Residuo	1
	% Pérdida	1
10.	% Azufre	0,11
	Plomo, g/gal	3,08
	Composición FIA:	
	Aromáticos %	23,1
15.	Olefinas %	20,0
	Saturados %	56,9
	Estabilidad de oxidación, minutos	600+
	Goma ASTM (no lavado), mg/100 ml	1,0
	Número de octanos de investigación	95,5
20.	% H	13,10
	% C	86,61
	H/C	1,80

Se describe a continuación el Ensayo de depósitos del sistema de admisión, que demuestra el % de reducción de depósitos. - - - - -

25. (B) Ensayo, en motores, de los depósitos en los sistemas de admisión

Proceso de ensayo en motores

30. El Ensayo de depósitos en los sistemas de admisión (ISDT), que se utiliza para valorar la capacidad de los aditivos de gasolina o de las mezclas de aditivos para controlar

los depósitos en el sistema de admisión, se realiza utilizando un motor nuevo Briggs and Stratton refrigerado por aire, de un solo cilindro, de 4 ciclos y de 2,5 H.P. para cada ensayo. El motor se hace funcionar durante 150 horas a 3000 rpm y con una carga de 4,2 pies.libra, con un paro de 1 hora cada 10 horas para comprobar el nivel de aceite. Las medidas de emisión de escape de monóxido de carbono se realizan cada hora para asegurar de que se mantiene una relación constante de aire a combustible (A/C). - - - - -

5.

10.

Al acabarse una serie de ensayos, el motor se desmonta parcialmente y se examinan la válvula y el conducto de admisión, recogiendo y pesándose los depósitos de la válvula y del conducto. - - - - -

15.

Se describe a continuación el proceso de ensayo utilizado para medir el aumento de las necesidades de número de octanos, es decir el Ensayo, en motores, de depósitos en la cámara de combustión. - - - - -

(C) Ensayo, en motores, de depósitos en la cámara de combustión

20.

Proceso de ensayo en motores

25.

El ensayo, en motores, de depósitos en la cámara de combustión (CCDET) se utiliza para valorar la capacidad de un aditivo o de una mezcla de aditivos de gasolina para controlar o reducir el aumento de necesidades del número de octanos (ONRI) en un motor de combustión interna. - - - - -

- El ensayo se realiza con el uso de un motor Chevrolet 1972, 350 CID V-8, provisto de un carburador de dos cuerpos y de una transmisión Turbo Hydromatic 350 1972 que está acoplada a un dinamómetro 1014-2 WIG provisto de un volante de inercia de 200,3 libras.pie². Se emplean las siguientes condiciones de ciclo de ensayo y de trabajo y estas condiciones están destinadas a simular un taxi urbano.-

Ciclo de ensayo

	Fase I	Arranque - ralenti, 650-750 rpm
10.	Fase II	Acelera - paso 1 a 2, 5,5 seg, 2900-3000 rpm
	Fase III	Acelera - paso 2 a 3, 9,5 seg, 2800-2900 rpm
	Fase IV	Tercera velocidad, 10,0 seg, 2600 rpm
15.	Fase V	Desacelera a ralenti, 15,0 seg
	Duración del ensayo	200 h
	Consumo de combustible	1000 galones (combustible de referencia Phillips "J", un combustible no plomado)
20.	Aire de admisión, °F	Ambiente
	Agua de refrigeración, °F	180
	Radiador de aceite del motor, °F	220 ± 10

- Las necesidades del número de octanos se determinan con un intervalo de 24 h bajo las siguientes condiciones del motor: Transmisión en tercera velocidad, estando la velo

5. cidad del árbol de salida controlada a 1500 rpm y la mariposa del motor totalmente abierta. Las necesidades del número de octanos del motor se determinan a oidas en función de los combustibles primarios de referencia, es decir que el motor se hace funcionar con una serie de mezclas de isooctano y n-heptano de un número de octanos conocido hasta que se percibe un golpeteo audible. La mezcla normalizada de menor número de octanos a la que el motor no golpetea se registra como necesidades del número de octanos. El aumento de las necesidades del número de octanos es entonces la diferencia entre las necesidades iniciales del número de octanos y las necesidades finales del número de octanos para un ensayo particular. -----

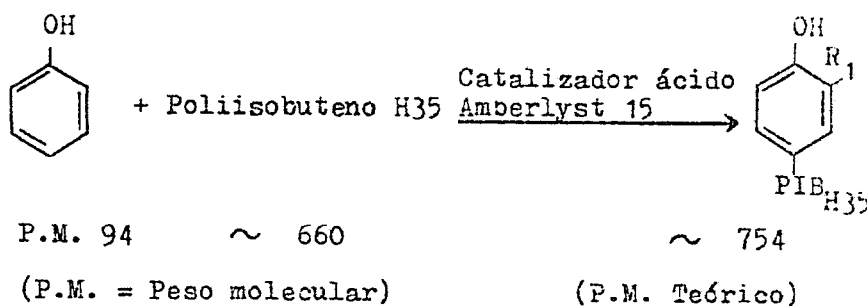
10.

15. En el Ejemplo 1 y en toda la memoria y las reivindicaciones, todas las partes y porcentajes lo son en peso a menos que se indique de otra forma. -----

Ejemplo 1

(Parte A) Poliisobuteno H35 fenol

Reacción:



El producto es en realidad una mezcla de fenoles

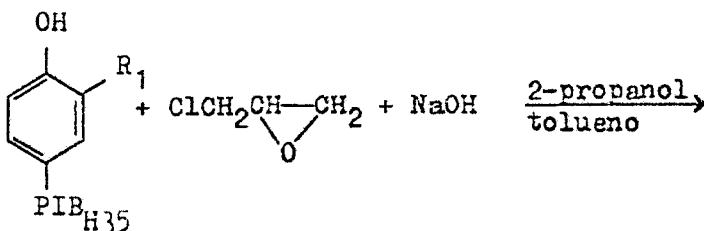
alquilizados con un peso molecular medio de 548 basado en el análisis de oxígeno (2,92%) y de 556 calculado a partir de parámetros espectrales de UV. - - - - -

5. Se describe a continuación el proceso experimental: - - - - -

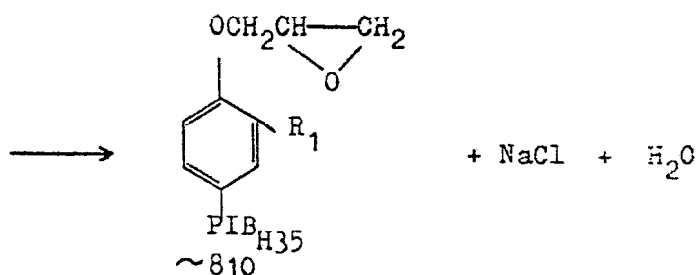
10. En un matraz de 5 litros y 3 cuellos, equipado con termómetro, agitador mecánico y condensador de reflujo y una trampa Dean-Stark, se introdujeron 1.920 g (2,9 moles) de poliisobuteno H35 (Amoco), 564 g (6 moles) de fenol, 200 g de catalizador ácido Amberlyst 15 y 550 ml de hexano. La mezcla agitada se calentó a reflujo (temperatura del recipiente: 100-107°C) bajo una atmósfera de nitrógeno durante 24 horas, durante el cual tiempo se separaron 5,4 ml de agua. Después de enfriar a 60-80°C, la mezcla se filtró para eliminar los gránulos de resina, lavándose estos últimos con hexano, y el filtrado se sometió a concentración al vacío con una temperatura del recipiente de 160°C. Se obtuvieron 1.971,4 g de residuo producto que tenía un contenido de oxígeno de 2.92% (teórico: 2,12%). - - - - -

20. (Parte B) 1,2-epoxi-3-(H35-poliisobutil)fenoxipropano

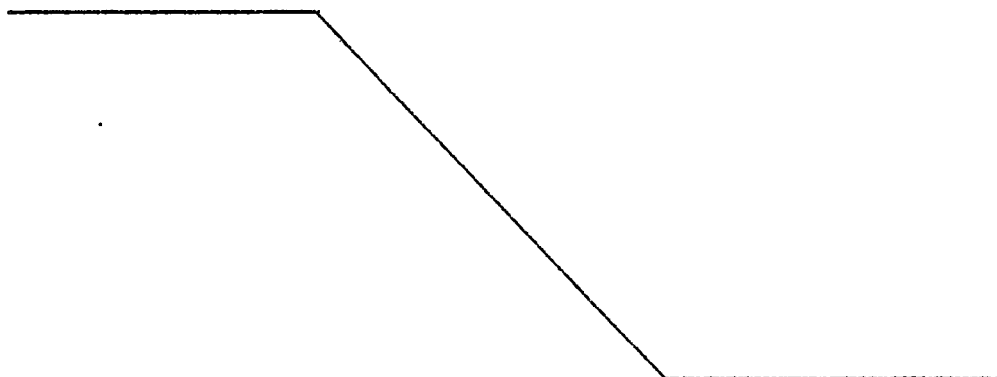
Reacción:



P.M. ~ 754 92,5 40

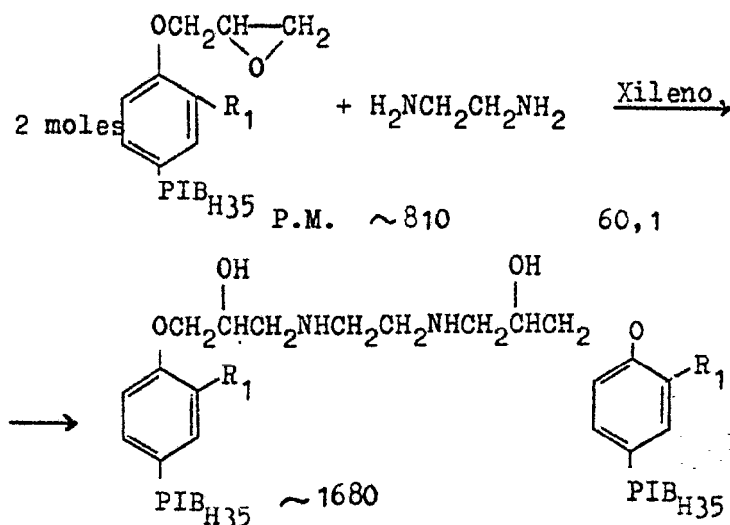


En un matraz de 5 litros y 3 cuellos, provisto de termómetro, agitador mecánico, embudo de adición y condensador de reflujo, se introdujeron 973 g (1,75 moles, basado en el 2,92% de oxígeno) de poliisobuteno H35 fenol, 72 g (1,75 moles, basado en el análisis de 97,4%) de gránulos de hidróxido sódico, 450 ml de 2-propanol y 450 ml de tolueno. La mezcla agitada se calentó bajo una atmósfera de nitrógeno a 84-90°C durante 1 hora para efectuar la disolución de la base. Entonces se añadió gota a gota epiclorhidrina (161,9 g, 1,75 moles) a 60°C durante 2,5 horas, a lo que siguió un período de mantenimiento a 70°C. La mezcla de reacción se enfrió entonces y se filtró y la sal (107 g en seco) se lavó con tolueno. El filtrado se separó (100°C/15 mm) para dar 1.075,3 g de residuo producto. - - - - -



(Parte C) Aducto que comprende N,N¹-bis[3-(p-H35-poli-isobutilfenoxi)-2-hidroxi]propil/etilendiamina

Reacción:



Una mezcla de 1.018,4 g del anterior epóxido, 122,6 g (2,04 moles) de etilendiamina y xileno (700 ml) se calentó a reflujo (131-136°C) con agitación bajo una atmósfera de nitrógeno durante 18 horas. Después de separación

5. al vacío (18 mm, a una temperatura del recipiente de 120°C), se obtuvieron 1.053,4 g de residuo turbido que se filtró a través de un lecho de Celite 545 en un embudo Buchner calentado al vapor para dar un producto transparente, amarillo y viscoso. - - - - -

10. El producto preparado de esta forma tenía 1,26% de N básico teórico 1,67% y 5,26% de O (teórico 3,81%). - - -

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España,

poliisopropil- o poliisobutylsustituido. - - - - -

5. 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por actuar de forma que se obtenga un aducto de poliisobutil- o poliisopropilfenol/epiclorhidrina/amina. - - - - -

5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por actuar de forma que se obtenga un aducto de para- (y opcionalmente orto-)poliisobutil- o poliisopropilfenol/epiclorhidrina/amina. - - - - -

10. 6.- Procedimiento según la reivindicación 4 ó 5, caracterizado porque el grupo poliisobutilo o poliisopropilo tiene un peso molecular medio numérico de 500 a 2000. - - - - -

15. 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 4 a 6, caracterizado porque el grupo poliisobutilo tiene un peso molecular medio numérico de unos 670. - - - - -

8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la amina es una etilenamina. - - - - -

20. 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la etilenamina tiene de 1 a 5 grupos etileno. - - - - -

10.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la amina es etilendiamina o dietilentriamina. - - - - -

11.- "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ADUCTOS AMINI-
CÒS". -----

5. Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veintiocho hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

BARCELONA, 24 DIC. 1975

P.A. M. CURELL SUÑOL



maf.