



19 ES	11 21	NUMERO 447.613	10 AI
	22	FECHA DE PRESENTACION 5.5.76	

P.- 62.893  
43-21-4237A SP

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO 576.068	32 FECHA 9.5.75	33 PAIS EE.UU.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C 07C	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
64 TITULO DE LA INVENCION "UN PROCEDIMIENTO PARA ELIMINAR IMPUREZAS DE ETER CLOROMETILICO DESDE CLORUROS DE ALCOHILBENCIOLO QUE CONTIENEN DICHAS IMPUREZAS"		
71 SOLICITANTE (S) MONSANTO COMPANY		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE 800 North Lindbergh Boulevard, St. Louis, Missouri 63166, Estados Unidos de América		
72 INVENTOR (ES) Roger L. Kidwell		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ		

1

FUNDAMENTO DE LA INVENCION

5

La presente invención se refiere a un procedimiento para eliminar éteres clorometílicos desde cloruros de alcoholbencilo que contienen los mismos.

10

Los cloruros de alcoholbencilo son compuestos bien conocidos, útiles para una diversidad de aplicaciones. Por ejemplo, los cloruros de alcoholbencilo son intermediarios útiles para la formación de compuestos amínicos cuaternarios, que tienen utilidad como desinfectantes, emulsificantes, agentes antiestáticos, etc.

15

Los cloruros de alcoholbencilo, cuando se preparan de acuerdo con procedimientos convencionales (por ejemplo, clorometilación de alcoholbenceno, como se describe en la patente de Estados Unidos número 2.630.439), contienen frecuentemente éteres clorometílicos, tales como éter bisclorometílico, éter clorometil-metílico, éter clorometil-etílico, éter clorometil-butílico, etc., como impurezas. Tales impurezas poseen propiedades conocidas indeseables y la eliminación de tales impurezas por métodos convencionales, tales como destilación, es cara y, en algunos casos, incompleta. Por lo tanto, los expertos en la técnica desean un método eficaz de eliminar tales impurezas.

20

25

RESUMEN DE LA INVENCION

30

Es un objeto de la presente invención proporcionar un método de eliminar impurezas de éter clorometílico desde cloruros alcoholbencílicos que contienen las mismas. Esto se ejecuta mediante tratamiento con una base inorgánica

1 ca, de una manera que se entenderá a partir de la siguiente descripción de la realización preferida.

5 DESCRIPCION DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

5

El procedimiento de la presente invención es adecuado para la eliminación de impurezas de éter clorometílico desde cloruros de alcoholbencilo, en los que el grupo alcoholilo contiene por lo menos 9 átomos de carbono.

10

De acuerdo con el procedimiento de la presente invención, el cloruro de alcoholbencilo que contiene las impurezas de éter clorometílico, se pone en contacto con una solución acuosa de una base inorgánica, tal como un hidróxido, carbonato o bicarbonato de metal alcalino. Se prefiere el uso de hidróxidos de metales alcalinos, en particular, hidróxido sódico. Preferiblemente, la solución será suficientemente diluida (0,1% a 50% en peso), de tal manera que no inhiba la disolución en el medio acuoso, de productos de la reacción entre la base y los éteres clorometílicos. La cantidad de solución de base, acuosa, utilizada será preferiblemente por lo menos la suficiente estequiométricamente, para que reaccione con todas las impurezas de éter clorometílico contenidas en el cloruro de alcoholbencilo.

15

20

25

30

El contacto debe efectuarse a una temperatura de 25°C por lo menos, para proporcionar velocidades de reacción aceptablemente rápidas, pero por debajo de una temperatura para la cual se perderían por volatilización desde el medio de reacción, cantidades sustanciales de impurezas de éter clorometílico. Si se desea, se pueden emplear reci

1 pientes a presión o condensadores de reflujo (para evitar  
la pérdida de los éteres clorometílicos volatilizados), a  
fin de permitir el uso de una temperatura más elevada para  
obtener velocidades de reacción más rápidas.

5 La mezcla de reacción debe ser agitada preferible  
mente, para asegurar un contacto y reacción completos.

Es muy inesperado el que dicho procedimiento pueda  
ser empleado para el tratamiento de cloruros de alcoholben-  
cilo sin descomposición substancial de los mismos, ya que  
10 los cloruros de alcoholbencilo son muy reactivos y se sabe  
que muchos de ellos se descomponen en contacto con el agua  
o con las bases.

Después de completada la reacción, se separa del  
cloruro de alcoholbencilo, una fase acuosa que contiene los  
15 productos de la reacción entre la base y los éteres clorome-  
tílicos.

La práctica de la invención se ilustra adicional-  
mente mediante el siguiente ejemplo.

20 EJEMPLO I

Se prepara un reactivo de clorometilación median-  
te la adición lenta de ácido clorosulfónico a una suspensión  
de paraformaldehído en alcohol absoluto (proporción molar de  
25 alcohol a formaldehído = 1,2; se añade suficiente ácido clo-  
rosulfónico para proporcionar una proporción molar de ácido  
a alcohol de 1,0), al tiempo que se agita la mezcla y se man-  
tiene su temperatura entre 15° y 20°C. Se añade alcoholbence-  
no lineal, consistente en una mezcla de (alcoholo  $C_{12} - C_{14}$ )  
30 bencenos, que tienen una distribución de isómeros internos

1 al azar, al reactivo de clorometilación, al tiempo que se  
agita y se mantiene la temperatura entre 20º y 50ºC. Una  
vez que se ha completado la adición del alcoholbenceno (la  
5 proporción molar de formaldehído a alcoholbenceno es de  
aproximadamente 1,3) la mezcla se mantiene a 35º-45ºC con  
agitación durante 90 minutos, para permitir que la reacción  
se complete.

El producto obtenido es cloruro de alcoholbencilo  
que contiene impurezas de éter clorometílico.

10 El producto se mezcla con una cantidad de solu-  
ción acuosa al 5% de hidróxido sódico, suficiente para ha-  
cer alcalina toda la mezcla, se calienta a 70ºC y se agita  
vigorosamente.

15 De la fase acuosa se separa una capa de producto  
de cloruro de alcoholbencilo. El análisis convencional indi-  
ca que el cloruro de alcoholbencilo está libre de impurezas  
de éter clorometílico.

20

#### REIVINDICACIONES

25 Los puntos de invención propia y nueva, que se  
presentan para que sean objeto de la presente solicitud de  
Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los  
que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

30 1ª.- Un procedimiento para eliminar impurezas de  
éter clorometílico desde cloruros de alcoholbencilo que con-  
tienen dichas impurezas, y que tienen por lo menos 9 átomos

mce

1 de carbono en el grupo alcoholo del resto alcoholbencilo,  
caracterizado por poner en contacto dichos cloruros de al-  
coholbencilo, que contienen dichas impurezas, con una solu-  
ción acuosa de base inorgánica, a una temperatura de 25°C  
5 por lo menos, pero inferior a la temperatura para la cual  
se volatilizan desde dicho cloruro de alcoholbencilo, can-  
tidades substanciales de dichas impurezas de éter clorome-  
tílico.

2ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª, ca-  
10 racterizado porque dicha base inorgánica es hidróxido sódi-  
co.

3ª.- El procedimiento de la reivindicación 2ª, ca-  
racterizado porque la solución acuosa de hidróxido sódico  
contiene de 0,1 a 50% en peso de hidróxido sódico y porque  
15 se utiliza una cantidad de solución que contiene una canti-  
dad de hidróxido sódico por lo menos estequiométricamente  
suficiente para que reaccione con todas las impurezas de éter  
clorometílico presentes.

4ª.- El procedimiento de la reivindicación 3ª, ca-  
20 racterizado además por separar cloruro de alcoholbencilo  
substancialmente libre de impurezas de éter clorometílico,  
desde una fase acuosa que contiene productos de la reacción  
entre dicha base inorgánica y dichas impurezas.

5ª.- Un procedimiento para eliminar impurezas de  
25 éter clorometílico desde cloruros de alcoholbencilo que con-  
tienen dichas impurezas.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-  
cede y para los fines que se han especificado.

ME

1

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

Madrid, 14. MAY 1976

P.A.

Fernando de Eizburu

Por Poder



PBG.

