

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO 449713	(10) A1
(21)	(22) FECHA DE PRESENTACION 9-7-76	

PATENTE DE INVENCION

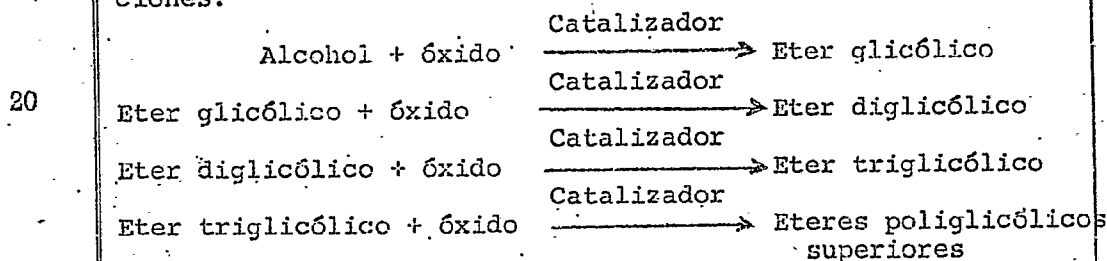


(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO			(32) FECHA	(33) PAIS
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C07C	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA		
(54) TITULO DE LA INVENCION UN METODO PARA LA PREPARACION DE ETHERES GLICOLICOS.				
(71) SOLICITANTE (S) TEXACO DEVELOPMENT CORPORATION				
DOMICILIO DEL SOLICITANTE 135 East 42 Street, New York, N.Y. 10017, Estados Unidos				
(72) INVENTOR (ES) George Joseph Laemmle y Kenneth Carol Rightmer, ambos de nacionalidad estadounidense los cuales han cedido sus derechos a la compañía solicitante.				
(73) TITULAR (ES)				
(74) REPRESENTANTE D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU				



1 Esta invención se refiere a un procedimiento mejora-
do para la preparación de éteres monoglicólicos y poliglicó-
licos, por reacción de un óxido de alquileo y un alcohol en
presencia de un catalizador que contiene cationes de metales
5 alcalinos o alcalino-térreos.

La producción de éteres monoglicólicos y poliglicó-
licos por reacción catalítica de un óxido de alquileo y un
alcohol en presencia de un catalizador que contiene cationes
de metales alcalinos o alcalino-térreos es muy conocida. De
10 acuerdo con los procedimientos de la técnica anterior, los
éteres monoglicólicos y poliglicólicos se preparan habitual-
mente mezclando un alcohol, una solución acuosa concentrada
o una solución alcohólica de un hidróxido de metal alcalino
o alcalino-térreo y un óxido de alquileo y calentando la
15 mezcla a 50-300°C aproximadamente, bajo una presión compren-
dida entre 30 y 3000 psig (2,1 y 210,9 kg/cm² manométricos)
aproximadamente. En general se producen las siguientes reac-
ciones:



25 Las reacciones anteriores se producen prácticamente
de forma simultánea, estando determinada la distribución de
productos por la relación molar de alcohol a óxido empleada.
Esta relación habitualmente oscila entre 0,5 y 20 moles apro-
ximadamente de alcohol por mol de óxido. Como es sabido, la
relación molar de sustancias reaccionantes puede ser ajustada
30 para obtener un producto de reacción que contiene, dentro de
ciertos límites, cualquier distribución deseada de éteres mono-



1 glicólicos y/o poliglicólicos.

5 El efluente líquido producto de reacción se purifica después para separar los éteres monoglicólicos y poliglicólicos deseados y el exceso de alcohol que no ha reaccionado para ser utilizado de nuevo. El residuo líquido, que son éteres glicólicos superiores, alcoholatos alcalinos o alcalino-térreos y otros subproductos de la reacción se tira habitualmente o se quema como combustible para la planta. La purificación y separación se realizan habitualmente empleando una multiplicidad de torres de destilación o fraccionamiento que operan en diversas condiciones conocidas para sacar por la parte superior los productos deseados. Un ejemplo típico es un sistema que emplea por lo menos tres torres de destilación fraccionada donde el alcohol que no ha reaccionado se retira por la parte superior de la primera torre y los éteres glicólicos deseados se separan en la parte superior de las torres restantes a medida que el efluente producto líquido pasa a través de ellas. Estos procedimientos se realizan habitualmente de forma continua mediante el empleo de procedimientos y equipos para la transformación continua, todo ello muy conocido en este campo.

15 Sin embargo, los procedimientos convencionales para la preparación de éteres glicólicos presentan el inconveniente de emplear soluciones acuosas o alcohólicas de catalizadores de hidróxidos de metales alcalinos o alcalino-térreos. Es sabido que los óxidos de alquileo son hidratados en presencia de agua para formar alquilenglicoles. Es extraordinariamente difícil separar los éteres monoglicólicos o poliglicólicos deseados de estos alquilenglicoles subproducto porque los respectivos puntos de ebullición son próximos. Los subpro



1 ductos glicólicos habitualmente aparecen en las fracciones
de éter glicólico deseado separadas como contaminantes. Si
se desea un producto relativamente puro que cumpla una espe-
5 cificación determinada, se requiere un tratamiento adicional
de separación que habitualmente no resulta económicamente
práctico.

Se han realizado diversos intentos para eliminar o
reducir la producción de subproductos contaminantes glicóli-
cos indeseables. Por ejemplo, como se ha mencionado brevemente
10 en lo que antecede, se ha tratado de utilizar alcoholatos
alcalinos o alcalino-térreos solubles como catalizadores. Co-
mo es sabido, estos alcoholatos catalizadores se preparan
haciendo reaccionar primero un alcohol con el hidróxido de un
metal alcalino o alcalino-térreo. Sin embargo, estas reaccio-
15 nes producen inherentemente agua como subproducto, lo que da
lugar a la formación de glicol cuando se utilizan como cata-
lizadores. Se han realizado otros intentos de secar los alco-
holatos resultantes pero se ha encontrado que esto resulta
extraordinariamente difícil y económicamente impracticable.
20 Además, se ha encontrado que a medida que aumenta el peso mo-
lecular del alcohol empleado, disminuye la velocidad de reac-
ción entre el alcohol y el metal alcalino o alcalino-térreo
con la consiguiente dificultad en la preparación de la solu-
ción catalizadora.

25 Esta invención se refiere a la utilización de un re-
siduo líquido anhidro, de alto punto de ebullición, que con-
tiene alcoholatos catalíticamente activos de metales alcalinos
y alcalino-térreos, como catalizador en el proceso de prepa-
ración de éteres monoglicólicos y poliglicólicos. El residuo
30 líquido anhidro de alto punto de ebullición se prepara concen-



1 trando el residuo del efluente líquido producto de reacción pro-
cedente de la reacción de un óxido de alquileo y un alcohol
en presencia de un catalizador que contiene cationes alcali-
5 nos o alcalino-térreos, después de que se han separado del mis-
mo los éteres monoglicólicos y poliglicólicos deseados. La
utilización del residuo líquido anhidro de alto punto de
ebullición para sustituir a los sistemas catalíticos normales
ahora utilizados en la preparación de los éteres monoglicóli-
cos y poliglicólicos elimina virtualmente el agua de estos
10 sistemas de reacción sin efecto adverso sobre el rendimiento
la distribución o la pureza del producto y sin formar conta-
minantes glicólicos indeseables en el efluente producto de
reacción, especialmente en los sistemas continuos. Así, el
procedimiento de la invención elimina además virtualmente
15 los problemas consiguientes de separación de los éteres gli-
cólicos deseados de los contaminantes glicólicos. El residuo
anhidro líquido de alto punto de ebullición de esta invención
puede ser utilizado en sistemas de transformación continua
reciclandolo continuamente para mezclarlo con las corrientes
20 de alimentación de óxido de alquileo-alcohol.

La descripción detallada de la invención que damos a
continuación será ilustrada además mediante el dibujo que
acompaña a esta memoria, que es un diagrama de flujo esque-
mático que ilustra una realización preferida de la invención.
25 Para simplificar el dibujo, se han omitido los detalles con-
vencionales como válvulas, bombas, refrigerantes, rehervido-
res, cámaras de compensación, dispositivos de control de
caudal y temperatura y similares, ya que la construcción,
operación y función de los mismos es conocida de los expertos
30 en transformaciones químicas.



1

5

10

15

20

25

30

El residuo líquido anhidro de alto punto de ebullición de esta invención preferiblemente se obtiene al principio mezclando primero y haciendo reaccionar un óxido de aluminio y un alcohol en presencia de alrededor de 0,05 a 0,5 % en peso, calculado sobre el peso del alcohol presente, de hidróxido sódico o de hidróxido potásico a una temperatura comprendida entre 90 y 200°C aproximadamente, bajo una presión de unas 150-500 psig (10,5-35,1 kg/cm² manométricos). El efluente líquido producto de reacción se purifica después para separar el exceso de alcohol que no ha reaccionado y después se separan del mismo los éteres monoglicólicos y poliglicólicos deseados. El residuo del efluente líquido producto de reacción que queda, o colas, contiene alcoholatos catalíticamente activos de sodio o potasio disueltos en éteres glicólicos superiores y otras sustancias desconocidas. Después el residuo se concentra por cualquier procedimiento convencional, por ejemplo por destilación instantánea o por evaporación de película frotada separando alrededor del 80 al 88 % en peso de materiales de punto de ebullición más bajo para formar el residuo líquido anhidro de alto punto de ebullición. Más especialmente, el residuo de colas de éter glicólico se concentra suficientemente para obtener un residuo anhidro que contiene una proporción de hidróxido sódico o potásico del 9 % en peso como mínimo y preferiblemente alrededor del 10 al 30 % en peso, calculada sobre el peso del residuo anhidro, y que depende del catalizador de hidróxido de metal alcalino o alcalino-térreo inicialmente empleado.

Los expertos en la técnica comprenderán fácilmente que el residuo anhidro de alto punto de ebullición de esta invención puede ser obtenido utilizando inicialmente cualquier



1 catalizador del proceso convencional de obtención de éteres
glicólicos que contenga cationes de metales alcalinos o alcalino-térreos. Sin embargo, preferimos emplear los residuos donde se utiliza hidróxido sódico o potásico.

5 Como se ha mencionado antes, es práctica común en la industria someter el efluente producto de reacción éter glicólico a una multiplicidad de operaciones de purificación y/o separación, tales como pasar el efluente por una multiplicidad de torres de destilación fraccionada para separar el
10 exceso de alcohol que no ha reaccionado y separar los éteres monoglicólicos y/o poliglicólicos deseados en forma esencialmente pura. Como es sabido, las condiciones de purificación y separación pueden ser fácilmente ajustadas para la recuperación de materiales que cumplan las especificaciones deseadas. De acuerdo con esta invención, el residuo del efluente líquido producto de reacción, o colas, de cualquier etapa de purificación o separación, incluido el efluente producto de
15 reacción inicial no purificado, puede ser concentrado como se ha descrito antes para obtener el residuo líquido anhidro, de alto punto de ebullición y catalíticamente activo de esta invención. El exceso de alcohol que no ha reaccionado, los éteres glicólicos y otros subproductos son fácilmente separados durante la concentración. Sin embargo, preferimos utilizar las colas de éteres glicólicos obtenidos en la última etapa de purificación y/o separación como residuo de partida.

20
25 El catalizador de residuo líquido anhidro de alto punto de ebullición se emplea en las mismas proporciones que los sistemas catalíticos normales, que habitualmente oscilan entre alrededor de 0,05 y 0,5 % en peso de metal alcalino o
30 alcalino-térreo presente, calculado sobre el reactivo alco-



1 hólico. La cantidad particular de metal alcalino o alcalino-
térreo presente en un residuo anhidro dado puede ser fácil-
mente determinada por procedimientos analíticos conocidos.
Así, el experto en el campo adecuado puede calcular fácil-
5 mente la cantidad volumétrica o porcentaje en peso de residuo
líquido catalizador requerida para una operación dada, prácti-
camente sin ninguna experimentación.

El catalizador de residuo líquido anhidro de alto
punto de ebullición puede ser utilizado como sustituto o
10 aditivo de los sistemas catalíticos normales, en procedimien-
tos convencionales continuos o discontinuos. Es especialmente
adecuado para los sistemas continuos donde su empleo propor-
ciona una mejora en sistemas como los indicados en el dibujo
que acompaña a esta memoria.

15 Refiriéndonos ahora a los dibujos, en un procedimien-
to continuo para la preparación de éteres monoglicólicos y
poliglicólicos, se introducen en un reactor continuo (10)
unas corrientes de alimentación fluidas de un alcohol (1),
un catalizador (2) y un óxido de alquileo (3), a los cauda-
20 les deseados para obtener las relaciones molares de reactivos
y las cantidades de catalizador antes descritas. En el reac-
tor (10), las sustancias reaccionantes se calientan en pre-
sencia del material catalítico normal a una temperatura de
50 a 350°C aproximadamente y bajo una presión de unas 30 a
25 3000 psig (2,1 a 211 kg/cm² manométricos). Una vez completa-
da la reacción, el producto de reacción crudo efluente se
introduce por el conducto 12 en una columna de rectificación
(14), que opera en condiciones de temperatura y presión cono-
cidas, para separar el exceso de alcohol que no ha reacciona-
30 do. Este exceso de alcohol que no ha reaccionado se recoge



1978

1 en la parte superior de la columna de rectificación (14) a
través del conducto 16 y se recicla a la corriente de alimentación de alcohol para ser utilizado de nuevo. Las colas líquidas o residuo de la columna de rectificación (14) pasan
5 al conducto 18 y son introducidas en una primera columna de refino (20), por ejemplo una torre de destilación convencional. La columna de refino (20) opera en condiciones conocidas para sacar por la parte superior, a través del conducto 21, el producto éter monoglicólico o poliglicólico deseado de acuerdo con las especificaciones establecidas. Habitualmente, la columna de refino (20) opera en condiciones conocidas para sacar por la parte superior los éteres glicólicos inferiores, v.g. éter monoetílico de etilenglicol cuando el alcohol reaccionante es etanol. Las colas líquidas o efluentes de la columna de refino (20) se pasan después por el conducto 22 a una segunda torre de refino (24) que opera en condiciones de operación conocidas para sacar por la parte superior, a través del conducto 25, otros éteres monoglicólicos o poliglicólicos deseados, v.g. éter monoetílico de dietilenglicol cuando se emplea etanol. Como es sabido, las columnas de refino (20 y 24) pueden operar en condiciones de operación seleccionadas para sacar por la parte superior cualquier producto deseado de éter monoglicólico y poliglicólico, formando cualquier mezcla deseada, ya que los puntos de ebullición de estos materiales son muy conocidos.

De acuerdo con el procedimiento mejorado de esta invención, el residuo del efluente producto de reacción líquido del calderín de refino (24) se pasa por el conducto (26) a una columna de destilación instantánea o a un evaporador de película continua (28) que opera en condiciones suficientes



1 para retirar por la parte superior, a través del conducto
29, alrededor del 80 al 88 % en peso del residuo. Las colas
o residuo obtenidos de la torre de destilación instantánea
5 (28) constituyen el residuo líquido anhidro de alto punto
de ebullición de esta invención, con un contenido en cáusti-
ca de alrededor del 9 % en peso como mínimo, preferiblemente
alrededor del 10 al 30 % en peso, como se ha descrito ante-
riormente. Este residuo líquido anhidro concentrado, de alto
10 punto de ebullición, puede ser reciclado después a través
del conducto 30 y alimentado al reactor (10) para uso como
catalizador de la reacción óxido de alquileno-alcohol.

Después de que el sistema continuo antes descrito
ha estado funcionando durante un periodo de tiempo suficien-
te para obtener una cantidad del residuo líquido anhidro
15 concentrado, de alto punto de ebullición, suficiente para
uso en las cantidades antes descritas como catalizador de la
reacción alcohol-óxido de alquileno, puede ser interrumpida
la corriente de alimentación del sistema catalítico normal
(2). El procedimiento puede llevarse a cabo de forma continua
20 con reciclado del residuo líquido anhidro de alto punto de
ebullición hasta que resulta demasiado viscoso para ser ma-
nejado. Cuando esto ocurre, se tira el residuo de la columna
de refino (24) y se utiliza de nuevo el sistema catalítico
normal hasta que se ha preparado y recogido una cantidad su-
25 ficiente del residuo líquido anhidro de alto punto de ebulli-
ción antes descrito.

El residuo líquido anhidro de alto punto de ebulli-
ción que contiene alcoholatos catalíticamente activos de me-
tales alcalinos o alcalino-térreos puede ser utilizado como
30 catalizador en la reacción de cualquier óxido de alquileno y

9



1
5
10
15
20
25
30

cualquier alcohol, tales como alcoholes de peso molecular más alto, alcoholes polihídricos y otros compuestos que contienen por lo menos un grupo hidroxilo. El residuo anhidro de la invención es especialmente útil como catalizador en las reacciones entre un óxido de alquileo de 2 a 4 átomos de carbono y alcoholes monohídricos alifáticos saturados de 1 a 4 átomos de carbono. Son ejemplos de estos óxidos de alquileo el óxido de etileno, óxido de propileno y óxido de butileno. Son ejemplos de estos alcoholes el metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol y terc-butanol. También pueden utilizarse mezclas de alcoholes. Además, el residuo líquido anhidro de alto punto de ebullición obtenido de la reacción de un cierto óxido de alquileo y un cierto alcohol puede ser empleado como catalizador para la reacción entre otros óxidos de alquileo y alcoholes. Por ejemplo, el residuo líquido anhidro concentrado obtenido en la reacción de óxido de etileno y etanol en presencia de catalizador de hidróxido sódico o potásico puede ser empleado como catalizador en la reacción entre óxido de etileno y n-butanol.

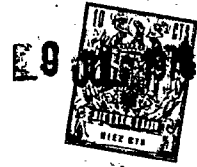
Los siguientes ejemplos se dan con fines ilustrativos de la invención solamente y no deben considerarse limitativos de la misma. En los ejemplos, se emplea un sistema comercial de reactor continuo para la producción de éteres glicólicos. El sistema reactor comprende un reactor presurizado continuo, una torre de destilación y rectificación de alcohol y una primera y una segunda torres de destilación y refinado del producto conectadas mediante conductos y aparatos de bombeo apropiados. El sistema también está provisto de una torre de destilación instantánea conectada a las torres



1 de refino del producto y, a través de medios de reciclado,
al reactor. Así, el sistema reactor puede operar a voluntad
para separar, concentrar y reciclar el residuo de colas de
la torre de destilación de refino hacia el reactor o para
5 evitar la torre de destilación instantánea y los medios de
reciclado.

EJEMPLO 1

10 En una unidad comercial continua para la obtención
de éter glicólico equipada como se ha descrito antes, se bom-
bean unas corrientes de alimentación de metanol, solución
acuosa cáustica concentrada y óxido de etileno en una línea
de alimentación común donde se mezclan antes de entrar en el
reactor. La relación molar de metanol/óxido de etileno es
15 alrededor de 2,9:1,0 mientras que la solución de catalizador
se introduce a un caudal de alrededor de 0,1 % de cáustica,
calculado sobre la corriente de alcohol. El reactor opera a
unos 160°C y está presurizado a unas 220 psig (15,4 kg/cm²
manométricos). El efluente del reactor pasa a través de una
20 serie de tres torres de destilación. El exceso de alcohol que
no ha reaccionado se recoge en la parte superior de la prime-
ra torre de destilación y rectificación mientras que el pro-
ducto éter glicólico que cumple las especificaciones se recoge
en la parte superior de la segunda y última torre de destila-
25 ción, denominada primera y segunda torres de refino. Una mues-
tra de colas de éter monometílico de etilenglicol, tomada de
la primera torre de refino, se destila instantáneamente a 5-
6 mm Hg de vacío y alrededor de 100 a 130°C, recogiendo el
88 % en la parte superior. El residuo evaporado contiene
30 9,2 % en peso de cáustica. Empleando el aparato y las condi-



1 ciones del proceso antes descritos, se realiza una segunda
operación utilizando unas corrientes de alimentación de alco
5 hol etílico y óxido de etileno en una relación molar de eta
nol a óxido de etileno de aproximadamente 3:1, mientras que
el catalizador cáustico se introduce a un caudal de alrede
10 dor de 0,15 % en peso de cáustica, calculado sobre la corrien
te de alcohol. Una muestra de las colas de éter monoetílico
de dietilenglicol, tomadas de la segunda (última) torre de
refino, se pasa a través de la unidad de destilación instan
tánea y se destila a 5-6 mm Hg y alrededor de 100-130°C, re
cogiendo un 83 % en la parte superior. El residuo evaporado
instantáneamente contiene 9,0 % en peso de cáustica.

15 Después se realizan dos operaciones en el mismo apa
rato y en las mismas condiciones de transformación, utilizan
do unas corrientes de alimentación de metanol, óxido de eti
20 leno y las muestras de residuo destilado instantáneamente
antes preparadas como catalizador en lugar del catalizador
normal de solución cáustica concentrada, al mismo porcentaje
en peso de cáustica, calculado sobre la corriente de alcohol.
En todas las operaciones se mantienen las relaciones de ali
25 mentación de metanol y óxido de etileno para proporcionar
una relación molar de alrededor de 2,9:1 de metanol a óxido
de etileno. También se conservan las condiciones de reacción
para ambas operaciones. Se toman muestras del efluente crudo
del reactor de cada operación y se analiza para determinar la
30 distribución de productos. Los resultados analíticos se en
cuentran en la siguiente Tabla I.



TABLA I

<u>Distribución</u>	<u>Oper. 1*</u>	<u>Oper. 2**</u>	<u>Teórica</u>
Metanol, % en peso	47,9	47,5	49,1
Eter monometílico de etilenglicol, % en peso	38,4	38,0	38,9
Eter monometílico de dietilenglicol, % en peso	11,7	12,0	10,2
Eter monometílico de trietilenglicol, % en peso	2,2	2,4	1,6

* Operación 1, colas evaporadas instantáneamente de éter monometílico de etilenglicol.

** Operación 2, colas evaporadas instantáneamente de éter monoetilico de dietilenglicol.

Como demuestran los datos anteriores, el residuo de colas evaporadas instantáneamente de éter monometílico de etilenglicol puede ser utilizado como catalizador en sustitución de los sistemas catalíticos normales en la producción de éteres glicólicos sin ningún efecto adverso sobre el rendimiento o la distribución del producto.

EJEMPLO 2

Empleando el aparato comercial continuo y las condiciones del proceso descritos en el Ejemplo 1, se realizan dos operaciones utilizando una corriente de alimentación de n-butanol y óxido de etileno, en una relación molar de aproximadamente 4,0:1 de alcohol a óxido. En la primera operación, se utiliza un sistema catalítico normal de hidróxido sódico como catalizador mientras que en la segunda operación, se utiliza como catalizador el residuo de colas evaporadas instantáneamente de éter monometílico de etilenglicol preparado en el Ejemplo 1. En ambas operaciones los catalizadores se introducen a velocidades de alrededor de 0,1 % en peso de cáustica, calculado sobre la corriente de alcohol. Se toman



1 muestras del efluente crudo del reactor en ambas operaciones y se analizan para determinar el rendimiento y la distribución de producto. Los resultados analíticos se encuentran en la siguiente Tabla II.

5 TABLA II

<u>Distribución</u>	<u>Oper. 1*</u>	<u>Oper. 2**</u>	<u>Teórico</u>
n-Butanol, % en peso	71,6	73,0	71,2
Eter monobutílico de etilenglicol, % en peso	18,4	17,9	17,8
10 Eter monobutílico de dietilenglicol, % en peso	6,5	5,9	8,1
Eter monobutílico de trietilenglicol, % en peso	2,4	2,0	2,4
Eter monobutílico de tetraetilenglicol, % en peso	0,9	0,7	0,5

* Se utiliza un catalizador de NaOH

15 ** Se utiliza un catalizador de colas evaporadas instantáneamente de éter monometílico de etilenglicol.

20 Como indica la Tabla II, la utilización de un residuo de colas evaporadas instantáneamente de éter glicólico como catalizador proporciona unos rendimientos y unas distribuciones de producto esencialmente comparables con los obtenidos cuando se utiliza un sistema catalítico convencional, tal como la Operación 1, y son comparables a la distribución teórica.

EJEMPLO 3

25 Empleando el aparato comercial continuó y las condiciones del proceso descritos en el Ejemplo 1, se realiza una operación utilizando como corriente de alimentación una mezcla de reactivos metanol, óxido de etileno y solución acuosa cáustica concentrada como catalizador, en una relación molar de metanol a óxido de aproximadamente 3:1, mientras que la

30



1 velocidad de alimentación del catalizador es alrededor de
 0,15 % en peso de cáustica, calculada sobre la corriente de
 alcohol. Una muestra de colas de éter monometílico de eti-
 lenglicol, tomada de la primera torre de destilación y re-
 5 fino, se pasa a través de la unidad de destilación instan-
 tánea y se destila instantáneamente a 5-7 mm Hg y alrededor
 de 100-130°C, recogiendo un 88 % por la parte superior. El
 residuo concentrado destilado instantáneamente contiene 15 %
 en peso de cáustica. Después se realizan dos operaciones
 10 utilizando los mismos aparato y condiciones del proceso y
 unas corrientes de alimentación de reactivos de alcohol etí-
 lico y óxido de etileno en una relación molar de aproximada-
 mente 1:1 de alcohol a óxido. En la primera operación, se
 utiliza como catalizador una corriente de alimentación de
 15 hidróxido potásico mientras que, en la segunda operación,
 se utiliza como catalizador una corriente de las colas eva-
 poradas instantáneamente de éter monometílico de etilengli-
 col antes citadas. Se toman muestras del efluente crudo del
 reactor de ambas operaciones y se analizan para determinar
 20 el contenido en etilenglicol. Los resultados del análisis
 se encuentran en la Tabla III.

TABLA III

<u>Distribución</u>	<u>Oper. 1*</u>	<u>Oper. 2**</u>
Etilenglicol, % en peso	0,12	0,004

* Se utiliza un catalizador de KOH

** Se utiliza un catalizador de colas destiladas instantánea-
mente de éter monometílico de etilenglicol.

Como muestra la Tabla III, la utilización de resi-
duo de colas destiladas instantáneamente de éter glicólico
como catalizador reduce sustancialmente la formación de eti-
lenglicol. Esto corresponde a una reducción del contenido de



1

etilenglicol observada en el producto purificado de éter monoéfilico de dietilenglicol obtenido en la parte superior de la columna, que se encuentra que es del 0,6 % en peso para la Operación 1 anterior y del 0,02 % en peso para la Operación 2.

5

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

10

1. Un método para la preparación de éteres glicólicos por calentamiento de una mezcla de reacción que contiene un óxido de alquileo y un alcohol en presencia de un catalizador que contiene cationes alcalinos o alcalino-térreos, a una temperatura de 50 a 350°C y bajo una presión de 30 a 3000 psig (2,1 a 211 kg/cm² manométricos), cuyo método se caracteriza porque el catalizador es un residuo líquido anhidro de alto punto de ebullición que contiene alcoholatos catalíticamente activos de metales alcalinos o alcalino-térreos, preparados en dicho procedimiento por concentración del residuo líquido que queda después de separar el producto éter glicólico de la mezcla de reacción.

15

20

2. Un método según la Reivindicación 1, caracterizado porque el citado residuo se prepara concentrando la mezcla de reacción hasta que contiene por lo menos un 9 % en peso de un metal alcalino o alcalino-térreo, calculado sobre el peso de dicho residuo.

25

3. Un método según la Reivindicación 2, caracterizado porque se recupera de la mezcla de reacción del 80 al 88 % en peso de la misma.

30

4. Un método según las Reivindicaciones 2 o 3, caracterizado porque la mezcla de reacción se concentra calentan-

ME



1

do a 100-130°C, bajo una presión de 5 a 6 mm Hg.

5

5. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque la preparación de éteres glicólicos se realiza de forma continua y la mezcla de reacción cruda se hace pasar por una multiplicidad de unidades de destilación que operan en condiciones tales que el exceso de alcohol que no ha reaccionado y los éteres glicólicos deseados se separan de dicha mezcla y por lo menos una parte del residuo concentrado resultante se recicla para constituir por lo menos una parte del catalizador.

10

6. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
UN METODO PARA LA PREPARACION DE ETERES GLICOLICOS.

15

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de dieciocho páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

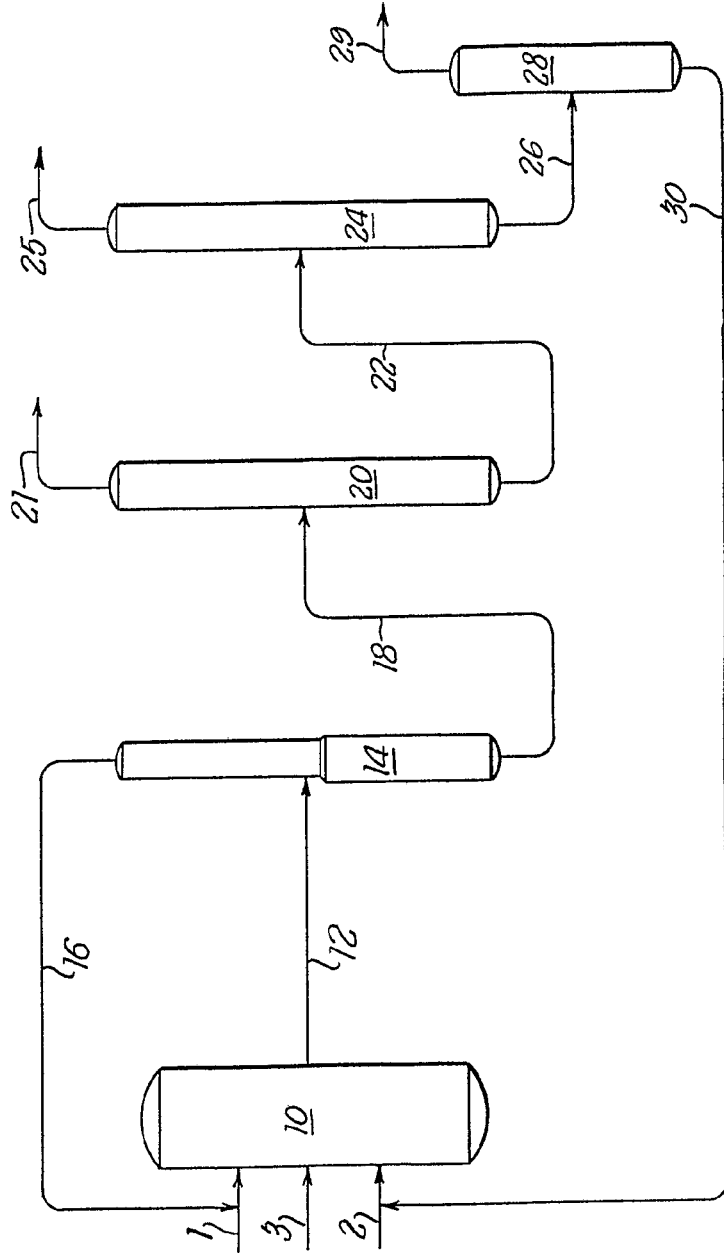
20

Madrid, 9 de Julio de 1976
BERNARDO UNGRIA
P.D.

25

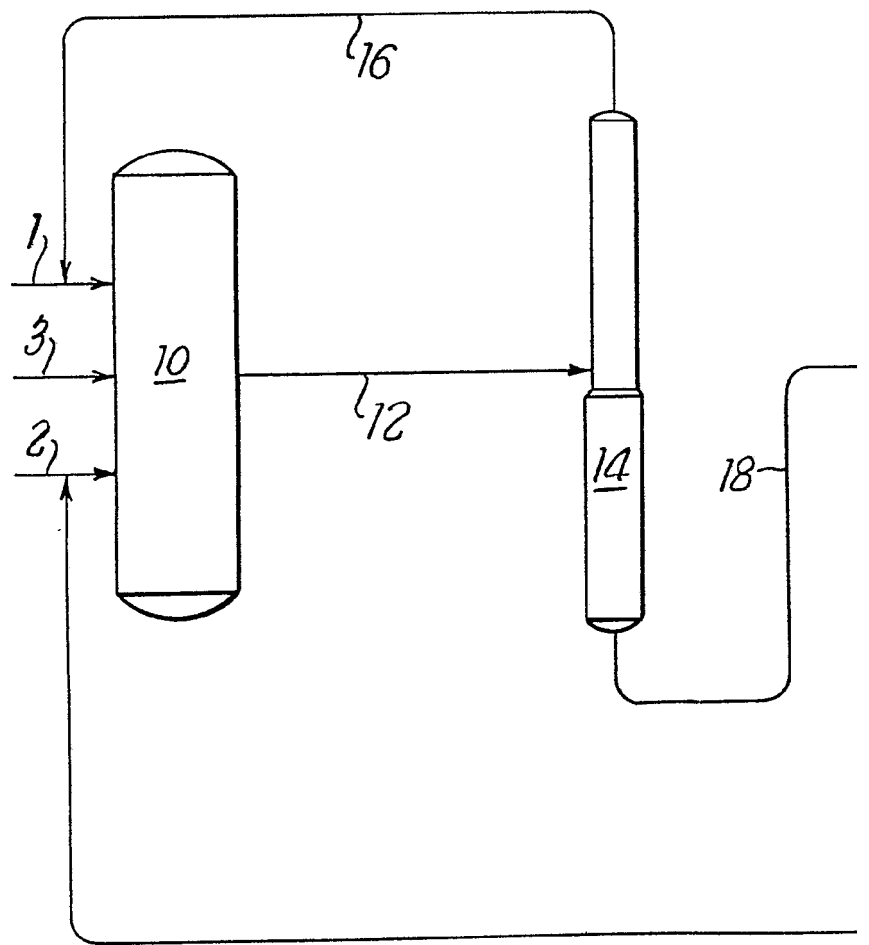
ME

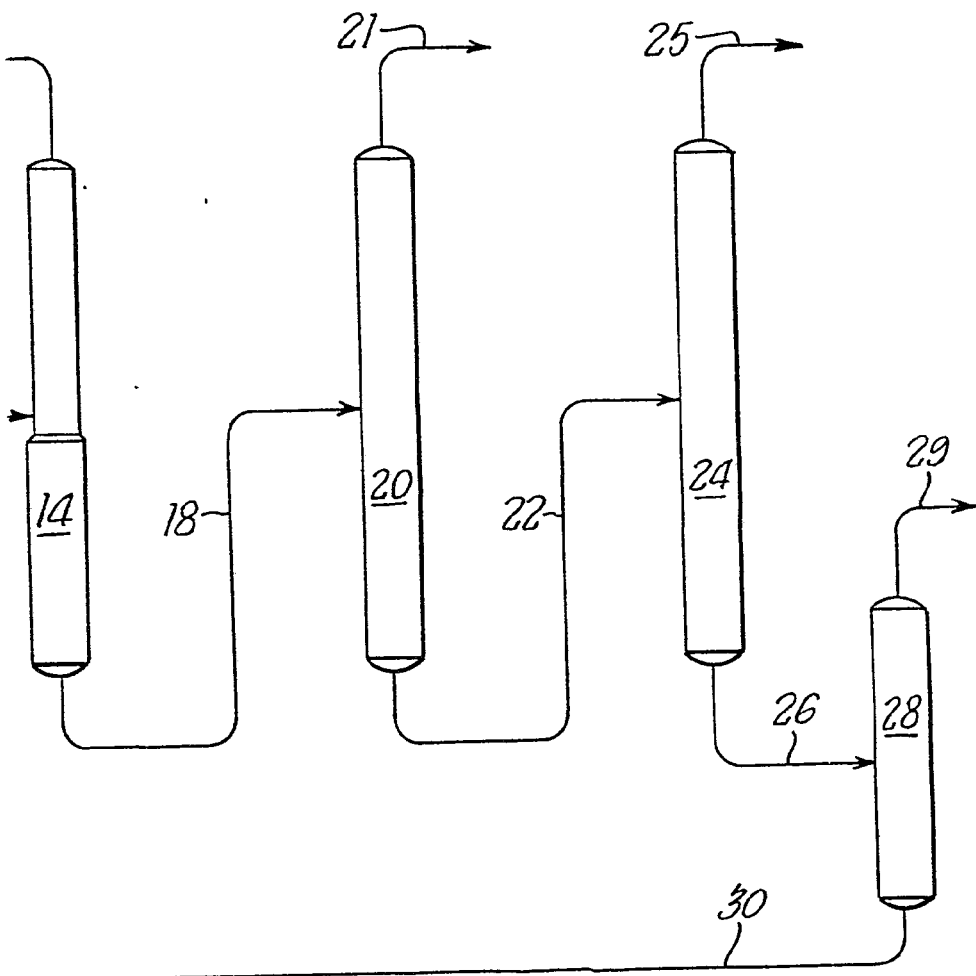
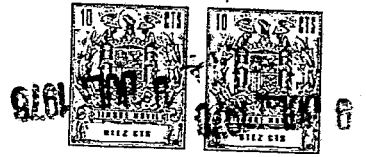
30



ESCALA VARIABLE
Madrid, 9 de Julio de 1976
BERNARDO ANGELA
P.P.

A handwritten signature is located at the bottom right of the page, overlapping the text area.





ESCALA VARIABLE

Madrid, 9 de Julio de 1976

BERNARDO LINGHIA

P.P.