



(19) ES	(11) NUMERO	(10) A 1
(21)	<b>458081</b>	
(22) FECHA DE PRESENTACION		
72 ABR. 1977		

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
679.584	23 de abril de 1976	EE.UU. de A.
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO7C	
(54) TITULO DE LA INVENCION		
"Procedimiento para la obtención de epóxidos de olefinas"		
(71) SOLICITANTE (S)		
HALCON INTERNATIONAL, INC.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
2 Park Avenue, New York, New York 10016, EE.UU. de A.		
(72) INVENTOR (ES)		
William F. Brill.		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE		
GOMEZ-ACEBO		

Esta invención se relaciona con la oxidación de olefinas y, más particularmente, se relaciona con la preparación de epóxidos utilizando sales tálicas.

5 La preparación de ciertos epóxidos seleccionados mediante oxidación de la correspondiente olefina con acetato tálico es descrita por Kruse et al, J. Org. Chem. 36 1154 (1971). En esta reacción, se obtuvieron epóxidos de isobutileno y propileno, pero solamente se detectaron trazas de epóxidos cuando se trataron etileno y cis- y trans-2-buteno. Incluso en el caso de la epoxidación de isobutileno y propileno, los rendimientos fueron solo mo-  
10 derados.

Por consiguiente, un objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento mejorado para la preparación de epóxidos mediante oxidación de olefinas en presencia de sales tálicas.

15 Otro objeto de la invención es proporcionar un procedimiento del caracter antes indicado, que hace posible la obtención de rendimientos mayores en epóxidos de isobutileno y propileno.

Otro objeto de la invención es proporcionar un procedimiento del caracter ya citado que resulta eficaz para producir epóxidos a partir de etileno y otras olefinas, con rendimientos atractivos.  
20

Otros objetos de la invención serán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada de formas de realización ilustrativas de la invención.

25 De acuerdo con la invención, las olefinas se oxidan para producir los correspondientes epóxidos por medio de un carboxilato aril tálico en presencia de un disolvente orgánico polar inerte y en presencia de agua. De este modo, se ha descubierto que epóxidos tal como óxido de etileno, que no podrían producirse mas  
30 que solo en cantidades de trazas, mediante el proceso de la téc-

nica anterior antes citado, pueden producirse fácilmente con buen rendimiento cuando el sistema de reacción contiene un carboxilato aril tállico tal como benzoato tállico. Al mismo tiempo, se ha descubierto que los carboxilatos aril tállicos epoxidan también  
5 eficazmente otras olefinas para proporcionar mayores rendimientos de epóxidos de tales olefinas que los obtenidos hasta ahora mediante el empleo del proceso de la publicación J. Org. Chem.

El término "olefinas" se utiliza aquí para incluir compuestos alifáticos y alicíclicos olefinicamente insaturados, sustituidos e insustituídos, que pueden ser hidrocarburos ó ésteres ó  
10 alcoholes ó cetonas ó éteres ó similares. Compuestos preferidos son aquellos que tienen de 2 a 30 átomos de carbono. Olefinas ilustrativas son etileno, propileno, butileno normal, isobutileno, los pentenos, los metilpentenos, los hexenos normales, los  
15 octenos, los dodecenos, ciclohexeno, metil ciclohexeno, butadieno, estireno, vinil tolueno, vinil ciclohexeno, los fenil ciclohexenos y olefinas hidrocarbonadas similares. Se pueden utilizar olefinas que tienen sustituyentes halógeno, oxígeno, azufre y similares. Tales olefinas sustituidas son ilustradas por alcohol  
20 alílico, alcohol metilílico, éter dialílico, metacrilato de metilo, oleato de metilo, metil vinil cetona, cloruro de alilo y similares. En general, todos los materiales olefínicos, epoxidados por métodos anteriormente utilizados, se pueden epoxidar de acuerdo con este procedimiento. Las olefinas inferiores que tienen  
25 2 ó 4 átomos de carbono en una cadena alifática, se epoxidan convenientemente y fácilmente mediante este procedimiento y la clase de olefinas denominada normalmente alfa-olefinas u olefinas primarias se epoxidan de un modo particularmente eficaz. Se ha descubierto que la actividad del proceso de esta invención para la epoxidación de las olefinas primarias, es sorprendentemente elevada y  
30

puede conducir a una alta selectividad a óxidos de olefinas.

Los carboxilatos aril tálicos que son adecuadamente utilizados según la invención, incluyen las sales de talio de ácidos aril mono- y di-carboxílicos conteniendo hasta 12 átomos de carbono en la mitad arilo, que pueden estar sin sustituir o sustituidos con sustituyentes no reactivos, tales como halógeno, amino, alcoxi, alquilo y similares. De este modo, ejemplos de tales ácidos aril carboxílicos incluyen ácido benzoico, ácido toluico, es decir ácido o-, m y p-toluico, ácido nitrobenzoico, ácido ftálico, ácido clorobenzoico, ácido diclorobenzoico, ácido etoxibenzoico, ácido etilbenzoico, ácido anísico, ácido naftoico, ácido antraceno carboxílico y similares.

El aril carboxilato tálico puede utilizarse como carboxilato tálico único o se puede utilizar en combinación con un alcanolato tálico, por ejemplo conteniendo hasta 12 átomos de carbono, tal como formato tálico, acetato tálico, propionato tálico, butirato tálico y similares, preferiblemente acetato tálico. El aril carboxilato tálico puede preformarse o se puede formar in situ, por ejemplo añadiendo el ácido correspondiente a acetato tálico en cualquier disolvente apropiado, por ejemplo el disolvente a utilizar en la reacción de epoxidación. Por ejemplo, cuando se añade ácido benzoico a acetato tálico en solución, por ejemplo en tetrahidrofurano, se convierte al menos parte del acetato tálico a benzoato tálico para proporcionar carboxilatos tálicos mezclados. Por otra parte, los aril carboxilatos tálicos, como antes se han mencionado, se pueden preformar y utilizarse como único carboxilato en la reacción de epoxidación, o bien el aril carboxilato preformado se puede añadir a otro carboxilato tálico preformado, para formar los carboxilatos tálicos mezclados.

El aril carboxilato tálico se puede preformar haciendo reac

5 cionar el ácido aromático, por ejemplo ácido benzoico, con óxi-  
do tálico en un disolvente no reactivo en reflujo, tal como un  
disolvente aromático, por ejemplo benceno, y los cristales forma-  
dos se pueden utilizar como tales o se pueden purificar adicio-  
10 nalmente por extracción del ácido sin reaccionar que pueda estar  
presente, con un disolvente selectivo tal como éter etílico, se-  
guido por recristalización en un disolvente adecuado tal como un  
alcohol, por ejemplo etanol. Sin embargo, se obtienen los mejo-  
res rendimientos de material puro haciendo reaccionar el ácido  
15 aromático, por ejemplo ácido benzoico, con nitrato tálico, ade-  
cuadamente en un disolvente inerte, con preferencia un alcohol  
tal como alcohol metílico. Preferiblemente, el nitrato tálico y  
el ácido aromático se disuelven, cada uno de ellos en alcohol me-  
tílico y se añade gradualmente, con agitación, la solución ácida  
20 a la solución de nitrato tálico. Las soluciones combinadas se  
mezclan entonces totalmente durante unos cuantos minutos y a con-  
tinuación se deja reposar. Se añade entonces lentamente agua con  
agitación hasta que comienza a formarse cristales. La agitación  
se detiene y la solución se deja reposar para permitir el creci-  
25 miento de cristales. Cuando no se producen ya más cristales, es-  
tos últimos se separan por filtración en vacío. Se puede obtener  
una segunda cosecha de cristales añadiendo otra cantidad de agua,  
mezclando y dejando entonces reposar hasta que ya no se forman  
cristales adicionales. Los cristales así recuperados se secan fá-  
cilmente en un desecador en vacío.

30 La preformación del aril carboxilato tálico, por ejemplo  
benzoato tálico, se prefiere puesto que, cuando se añade ácido  
benzoico a los carboxilatos tálicos alifáticos tal como acetato  
tálico, se limita la formación del benzoato tálico deseado. Sin  
embargo, incluso cuando se utiliza un aril carboxilato tálico

preformado, es deseable añadir con el mismo algo de ácido aromático libre, por ejemplo ácido benzoico, convenientemente en la cantidad de 100 a 500% basado en el aril carboxilato tálico.

5 Cuando se utilizan carboxilatos tálicos arílicos y no arílicos, mezclados, la relación del aril carboxilato al no-aril carboxilato es adecuadamente de por lo menos 1:1, preferiblemente del orden de 5:1 a 10:1.

10 Por lo menos se utiliza generalmente un mol de olefina por mol de aril carboxilato tálico pero con preferencia se utiliza un exceso de olefina, siendo más ventajosamente utilizadas las relaciones de 2 a 10 moles de olefina por mol de benzoato tálico. No obstante, pueden utilizarse cantidades menores de olefina, por ejemplo cantidades tan pequeñas como 0,1 moles de olefina por mol de aril carboxilato tálico.

15 La epoxidación se efectúa, como anteriormente se ha mencionado, en presencia de un disolvente orgánico polar inerte, por ejemplo uno que tenga un punto de ebullición normal de por lo menos 75°C, y en presencia de agua. Dichos disolventes orgánicos incluyen éteres, alcoholes, sulfóxidos, amidas, nitrilos y similares, tales como tetrahydrofurano, dioxano, dimetilformamida, 20 terc-butanol, acetonitrilo, dimetilsulfóxido y similares. Los disolventes orgánicos polares inertes preferidos son los éteres cíclicos tales como tetrahydrofurano y dioxano y los alcoholes tal como terc-butanol. La cantidad de agua será generalmente de 0,1 25 a 20% en volumen de la mezcla agua-disolvente orgánico, pero con preferencia será de por lo menos 3% y muy particularmente de 5 a 10%. La cantidad de disolvente es variable libremente. Más convenientemente, sin embargo, se utiliza suficiente cantidad para disolver el carboxilato tálico y cualquier ácido carboxílico libre que pueda estar presente, y para proporcionar una relación 30

molar de agua a carboxilato tálico de al menos 1:1, con preferencia al menos 2:1.

La reacción se puede efectuar a temperatura ambiente, pero para lograr los mejores resultados, desde el punto de vista de velocidad de reacción, es ventajoso calentar la mezcla de reacción moderadamente, por ejemplo a temperaturas de 40 a 100°C, con preferencia 50 a 60°C.

La reacción se efectúa adecuadamente en cualquier recipiente en el cual puedan cargarse la mezcla disolvente-agua y el aril carboxilato tálico, o formarse in situ, y al cual se carga también la olefina, en el caso de que normalmente sea un líquido. En el caso de olefinas normalmente gaseosas, el recipiente de reacción se proporciona con un tubo de entrada adecuado para conducir la olefina desde su fuente al cuerpo líquido del reactor. La reacción se puede efectuar discontinuamente o continuamente. La presión no es un parametro del proceso, pero dicha presión deberá ser suficiente para mantener el disolvente en fase líquida y para mantener la olefina en el sistema. De este modo, y si bien el proceso se puede realizar a presión atmosférica, es deseable normalmente operar a una presión super-atmosférica moderada. Normalmente, no son necesarias las presiones superiores a 10,5 kg/cm<sup>2</sup> relativos.

El epóxido producto se recupera facilmente de la mezcla de reacción mediante destilación, por ejemplo destilación fraccionada, y las sales de talio se recuperan similarmente del disolvente. En el transcurso de la reacción, por lo menos parte del ión tálico se reduce al estado taloso. Si se desea, el ión taloso se puede reoxidar al estado tálico de cualquier modo conveniente, para permitir la formación de cantidades adicionales de aril carboxilato tálico. Por ejemplo, la sal talosa se puede oxidar con aire

para producir óxido tánlico el cual se puede disolver en ácido ní  
trico para formar nitrato tánlico el cual se puede reaccionar con  
un ácido aril carboxílico, por ejemplo ácido benzoico, para pro  
ducir el aril carboxilato tánlico como anteriormente se ha descri  
to.

5

La invención se entenderá más completamente con referencia  
a los siguientes ejemplos específicos, pero debe entenderse que  
dichos ejemplos se ofrecen solamente con fines ilustrativos y no  
intentan limitar el alcance de la invención. En los ejemplos, el  
grado de reducción de ión tánlico se determina por valoración yod  
ométrica. La determinación del epóxido se efectúa por cromato  
grafía de gas utilizando una columna Porapak Q, Carbowax ó Silar,  
en función de los productos.

10

#### EJEMPLO 1

Una solución 0,1 M de acetato tánlico en una mezcla de 90%  
en volumen de tetrahidrofurano y 10% en volumen de agua, se aña  
de a ácido benzoico contenido en un tubo de reacción de cristal,  
para dar una solución de color marrón oro claro, encontrándose el  
ácido benzoico y el acetato tánlico en una relación molar de 1:  
0,1. El tubo se acopla con un tapón que contiene un tubo capilar  
que se extiende desde la mitad de su longitud hacia abajo. El tu  
bo se coloca entonces en un recipiente a presión y, después de  
evacuar el aire presente, el recipiente se presuriza a 7kg/cm<sup>2</sup>.  
con etileno. Después de girar el recipiente de reacción en un ba  
ño de aceite a 60°C durante 30 minutos, se enfria, se libera la  
presión y se extrae del tubo el líquido todavía claro. El análi  
sis del oxidato por cromatografía de gas utilizando una columna  
Porapak Q, demuestra que dicho producto contiene óxido de etile  
no en una cantidad correspondiente a un rendimiento de 89% basa  
do en el carboxilato tánlico reaccionado. La valoración yodométri

15

20

25

30

ca demuestra que aproximadamente el 36% del ión tálico (+3) ha sido reducido al estado taloso (+1). La selectividad a acetaldehído es de solamente 9%.

#### EJEMPLO 2

5 Siguiendo el procedimiento y utilizando el aparato descrito en el ejemplo 1, se sustituye el etileno por propileno. Al final del periodo de reacción de 30 minutos, se analiza el oxidato encontrándose que se había producido óxido de propileno en una cantidad correspondiente a un rendimiento del 60%, basado en el  
10 carboxilato tálico reaccionado, tal y como se demuestra por valoración yodométrica, la cual indica que aproximadamente el 70% del ión tálico se ha reducido al estado taloso. La selectividad a acetona es del 19%.

#### EJEMPLO 3

15 Se repite el ejemplo 2, excepto que la relación molar de ácido benzoico a acetato tálico es de 0,5 a 0,1. El análisis de muestra que aproximadamente el 40% del ión tálico ha sido reducido al estado taloso y que el rendimiento en óxido de propileno, basado en carboxilato tálico reaccionado es del 42%, siendo la  
20 selectividad a acetona del 17%.

#### EJEMPLO 4

25 Se repite denuevo el ejemplo 2, excepto que la reacción molar de ácido benzoico a acetato tálico es de 0,75 a 0,25 y el disolvente está compuesto de una mezcla de 70% en volumen de tetrahydrofurano, 20% en volumen de agua y 10% en volumen de ácido acético. El análisis demuestra que aproximadamente el 80% del ión tálico ha sido reducido y que el rendimiento en óxido de propileno, basado en el carboxilato reaccionado es del 35%, siendo del 29% la selectividad a acetona.

EJEMPLO 5

Se repite el ejemplo 3, excepto que el ácido benzoico se sustituye por una cantidad molar igual de ácido acético. El análisis del oxidante demuestra que el 54% del ión tálico ha sido reducido al estado taloso y que se ha producido óxido de propileno en una cantidad correspondiente a un rendimiento del 28%, basado en el carboxilato tálico reaccionado, siendo del 17% la selectividad a acetona.

EJEMPLO 6

Se repite el ejemplo 1, excepto que el ácido benzoico se sustituye por una cantidad molar igual de ácido acético. Se encuentra que solamente se ha reducido el 11% del ión tálico al estado taloso y que el rendimiento en óxido de propileno, basado en el carboxilato tálico reaccionado es de solamente de 7,2%, siendo de 0,1% la selectividad a acetaldehído.

EJEMPLO 7

Una solución 0,1 M de acetato tálico en una mezcla de 90% en volumen de tetrahidrofurano y 10% en volumen de agua, se mezcla con ácido 4-nitrobenzoico en una relación molar de ácido 4-nitrobenzoico a acetato tálico de 1:0,1, en la forma descrita en el ejemplo 1. El recipiente de reacción se presuriza a 7 Kg/cm<sup>2</sup> con etileno y, después de la reacción durante 30 minutos a 60°C, la mezcla de reacción se enfría y analiza en la forma descrita en el ejemplo 1. Se encuentra que aproximadamente el 30% del ión tálico ha sido reducido y que el rendimiento en óxido de etileno es del 37%, basado en el carboxilato tálico reaccionado, siendo del 7% la selectividad a acetaldehído.

EJEMPLO 8

Se repite el ejemplo 7, excepto que el ácido 4-nitrobenzoico se sustituye por una cantidad molar igual de ácido o-tolui

co. El análisis demuestra que el 23% del ión tálico ha sido reducido y que el rendimiento en óxido de etileno es del 82%, basado en el carboxilato tálico reaccionado, siendo del 11% la selectividad a acetaldehído.

5

EJEMPLO 9

Se repite de nuevo el ejemplo 7, excepto que el ácido 4-nitrobenzoico se sustituye por una cantidad molar igual de ácido benceno sulfónico. Se encuentra que el 96% del ión tálico ha sido reducido al estado taloso, pero solamente se ha formado una traza de óxido de etileno, siendo de 18,8% la selectividad a acetaldehído.

10

EJEMPLO 10

Se repite de nuevo el ejemplo 7, pero el ácido 4-nitrobenzoico se sustituye por una cantidad molar igual de ácido tioacético. El análisis demuestra que no se ha reducido nada de ión tálico y que no se ha producido óxido de etileno.

15

EJEMPLO 11

Se repite de nuevo el ejemplo 7, pero sustituyendo el ácido 4-nitrobenzoico con una cantidad molar igual de ácido p-tolúico, para producir un oxidato en el cual el 29% del ión tálico ha sido reducido y se ha producido óxido de etileno en una cantidad correspondiente a un rendimiento del 81%, basado en el carboxilato tálico reaccionado, siendo del 14% la selectividad a acetaldehído.

20

EJEMPLO 12

Se repite de nuevo el ejemplo 7, pero el ácido 4-nitrobenzoico se sustituye por una cantidad molar igual de ácido ftálico, encontrándose que el 58% del ión tálico se ha reducido al estado taloso y que se ha producido óxido de etileno en un rendimiento del 11,5% basado en el carboxilato tálico reaccionado, siendo la

25

30

selectividad a acetaldehído del 15%.

EJEMPLO 13

Utilizando el procedimiento descrito en los ejemplos 1 y 7, una solución 0,1 M de acetato tálico en una mezcla de 90% en volumen de tetrahidrofurano y 10% en volumen de agua, se mezcla con ácido benzoico en la relación molar de ácido benzoico a acetato tálico de 1:0,1. El recipiente de reacción se presuriza a 7 kg/cm<sup>2</sup> con cis-buteno-2 y la reacción se efectúa durante 30 minutos a 60°C. El rendimiento en óxido es de 11,9%, basado en el carboxilato tálico cargado en la reacción, estando el 10,2% en forma de cis-buteno-2 y el 1,7% en forma de óxido de trans-buteno-2.

EJEMPLO 14

Quando se repite el ejemplo 13, pero con una cantidad molar igual de ácido acético en lugar de ácido benzoico no se produce óxido.

EJEMPLO 15

Se repite de nuevo el ejemplo 13, pero el tiempo de reacción se prolonga a 60 minutos. El rendimiento en óxido es de 15,6%, basado en el carboxilato tálico cargado, siendo el 12% óxido de cis-buteno-2 y el 3,6% óxido de trans-buteno-2.

EJEMPLO 16

Se repiten los ejemplos 13, 14 y 15, excepto que el cis-buteno-2 se sustituyen por trans-buteno-2. Cuando se utiliza ácido acético como en el ejemplo 14, no se produce óxido. Sin embargo, cuando se utiliza ácido benzoico como en los ejemplos 13 y 15, se forma 19,8% de óxido después de 30 minutos de reacción (14,2% de óxido de trans-buteno-2 y 5,6% de óxido de cis-buteno-2) y se produce 24,4% del óxido después de un tiempo de reacción de 60 minutos (18,5% de óxido de trans-buteno-2 y 5,9% de óxido de cis-buteno-2).

En los ejemplos anteriores, el carboxilato tálico de la invención se forma in situ por adición de un ácido aril carboxílico a acetato tálico. Sin embargo, el carboxilato tálico se puede preformar de acuerdo con esta invención y el siguiente ejemplo muestra la preparación de un benzoato tálico puro.

EJEMPLO 17

Se disuelven 85,44 g de nitrato tálico en 200 ml. de alcohol metílico y se disuelven 70,44 g. de ácido benzoico en una segunda cantidad de 200 ml. de alcohol metílico. La solución de ácido benzoico se añade entonces lentamente a la solución de nitrato tálico con agitación. La solución se convierte en turbia y de un color marrón oscuro. Después de unos 15-20 minutos de agitación, la solución se hace clara y adquiere un color amarillo pálido. La solución se deja entonces reposar durante 10-15 minutos y se añaden con agitación 400 ml. de agua, continuandose la agitación hasta que comienza la formación de cristales. La solución se vuelve turbia cuando se añade agua pero se aclara tras el reposo. Cuando comienza la formación de cristales, se detiene la agitación y la solución se deja reposar hasta que cesa la formación de más cristales (unas 3 horas). Los cristales se separan entonces por filtración en vacío y se añaden 40 ml. de agua al filtrado con agitación, hasta que comienza de nuevo a formarse cristales, lo cual ocurre casi inmediatamente tras la adición de agua. Esta segunda cosecha de cristales se deja que crezca mientras se deja reposar a parte la solución y los cristales se separan por filtración en vacío. La primera cosecha de cristales asciende a 31,2 g. y la segunda cosecha a 57,8 g. (82% de rendimiento total). Ambas cosechas se colocan en un desecador en vacío que contiene Drierite. Los cristales tienen un punto de fusión de  $198^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}$ . Los mismos son ligeramente solubles en benceno y me-

tanol, fácilmente solubles en acetona, metiletil cetona y tetrahidrofurano y son insolubles en agua y tetracloruro de carbono. El espectro infrarojo del benzoato tálico se muestra en el dibujo adjunto.

EJEMPLO 18

Se calienta hexeno-1 a 60°C en una solución 1 M en 90% de tetrahidrofurano y 10% de agua, con benzoato tálico 0,2 M preparado como en el ejemplo 17 y ácido benzoico libre 0,5 M, para proporcionar 40,5% de 1,2 epóxido y 5,7% de 2-hexanona en 30 minutos, 48% de epóxido y 7% de cetona en 60 minutos, basado en el benzoato cargado. No se detectan subproductos significativos.

EJEMPLO 19

Utilizando benzoato tálico, preparado como en el ejemplo 17, se hace reaccionar ciclohexeno con el benzoato tálico en presencia de ácido benzoico libre (relación molar de ciclohexeno a benzoato a ácido benzoico: 1:0,2:1), estando presente el ácido benzoico como una solución 1 M en 90% de dioxano y 10% de agua. La reacción se efectúa durante 30 minutos a 20°C, seguido por 30 minutos a 60°C. El análisis del oxidato demuestra que el 48% del ión tálico ha sido reducido y que el rendimiento de oxidación es del 90% basado en el carboxilato tálico reaccionado. El producto de oxidación consiste en 31% de óxido de ciclohexeno y 69% de ciclopenteno carboxaldehído, este último resultante de la transposición del esqueleto carbonado.

EJEMPLO 20

Se repite el ejemplo 19, excepto que no se añade ácido benzoico libre a la mezcla de reacción. El análisis demuestra que el 32% del ión tálico ha sido reducido y que el rendimiento en productos es del 40%. En este caso, el óxido de ciclohexeno representa un 35% aproximadamente del producto combinado de óxi-

do y aldehido.

EJEMPLO 21

5 Se repite de nuevo el ejemplo 19, excepto que se omite el agua y el disolvente consiste totalmente en dioxano. Se presenta muy poca reacción.

EJEMPLO 22

10 En otra serie de experimentos, que comprende la preparación de óxido de etileno y la utilización del procedimiento descrito en el ejemplo 1, con etileno a 14 kg/cm<sup>2</sup>. y reacción a 60°C durante 30 minutos, se lleva a cabo la operación utilizando tetrahidrofurano en presencia y ausencia de agua y con la adición de ácido benzoico ó acético (relación molar de ácido añadido a benzoato tálico de 1:1 aproximadamente). En el caso de ácido benzoico y una mezcla disolvente de 90% de tetrahidrofurano y 10% de agua, 15 el rendimiento en óxido de etileno es del 25%, pero cuando se omite el agua el rendimiento en óxido de etileno es del 0,4% solamente. Cuando se utiliza ácido acético en lugar de ácido benzoico en el sistema que contiene 90% de tetrahidrofurano y 10% de agua, el rendimiento en óxido de etileno es del 15%, pero cuando 20 se omite el agua solamente se produce una traza de óxido de etileno. Los rendimientos están basados en el carboxilato tálico cargado.

25 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificación de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

