

20 JUL. 1978



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

10 ES	11 NUMERO	10 A1
	21 463.106	
	22 FECHA DE PRESENTACION	
	11-10-1977	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
24.10436	12-10-1976	U.R.S.S.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C	

54 TITULO DE LA INVENCION

"UN METODO PARA LA PRODUCCION DE 2,4,6-TRI-(3,5-BUTILO DITERCIARIO-4-HIDROXIBENCIL)-MESITILENO"

71 SOLICITANTE (S)

1) NAUCHNO-ISSLEDOVATELSKY INSTITUT REZINOVYKH I LATEKHNYYKH ISDELY
2) STERLITAMAKHY OPYENO-PROMYSHLENNY NEFTEKHIMICHESKY ZAVOD

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

1) 1 Pugachevskaya ulitsa, 17, Moscú, U.R.S.S. y
2) Sterlitamak, 10, Bashkirskaaya ASSR, U.R.S.S.

72 INVENTOR (ES)

YAKOV ABRAMOVICH GURVICH, SIMONA TEVIEVNA KUKOK, GALINA GRIGORIEVNA LATYSHEVA, ANNA ISAAKOVNA RYBAK, EVGENY LVOVICH STYSKI, ALEXANDR GRIGORIEVICH LIKUMOVICH, JURY IVANOVICH MICHUROV, RUFINA ALEXANDROVNA FILIPOVA, VLADIMIR AVGUSTOVICH YANSHEVSKY, GRIGORY TOSTEVICH RUTMAN y IGOR JURIEVICH LOGUTOV

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ

(P.-67.172)

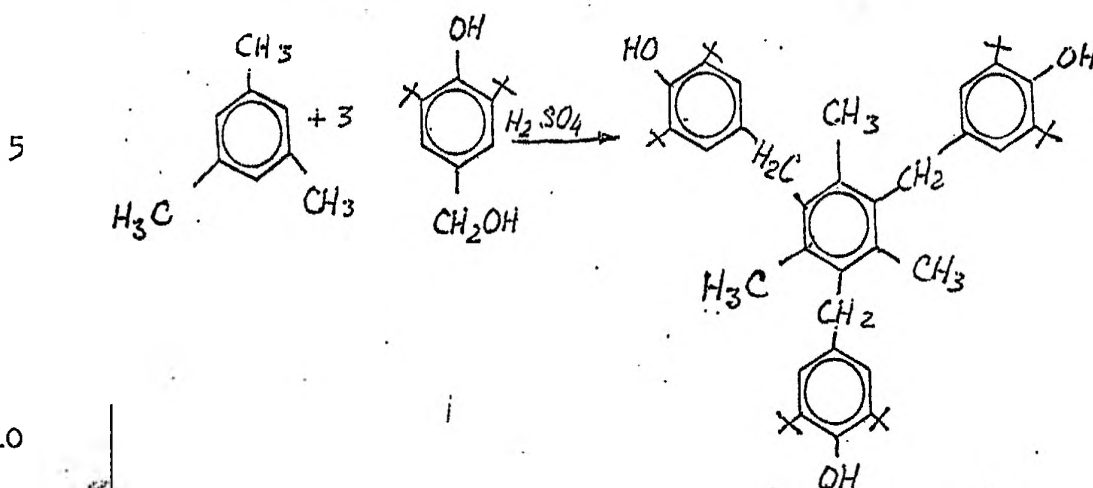
POOR
QUALITY

La presente invención se refiere a métodos para la producción de 2,4,6-tri-(3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencil)-mesitileno.

5 Dicho 2,4,6-tri-(3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencil)-mesitileno es un agente estabilizador eficaz, no colorante, no tóxico y no volátil, de la clase de los fenoles polinucleares, para plásticos y otros productos orgánicos, especialmente los que se transforman a temperaturas elevadas o que operan bajo vacío y temperaturas
10 altas. Por ejemplo, se utiliza ampliamente para estabilizar poliolefinas, poliamidas, polihidroximetileno, poliace-
tales, poliestireno, resinas fenolformaldehido, nylon, caucho y otros materiales polímeros. En particular, se
15 fabrican artículos colados y extruidos de color natural o coloreados en diversos tonos claros a partir de poliolefi-
nas estabilizadas con 2,4,6-tri-(3,5-butilo diterciario-4-
-hidroxibencil)-mesitileno.

El 2,4,6-tri-(3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencil)-mesitileno se utiliza para estabilizar algunas
20 preparaciones medicinales y cosméticas, así como artículos que están en contacto con preparaciones medicinales y ali-
menticias.

25 Existe un cierto número de métodos para la producción de 2,4,6-tri-(3,5-butilo diterciario-4-hidroxiben-
cencil)-mesitileno. Uno de los métodos consiste en hacer reaccionar mesitileno con alcohol 3,5-butilo diterciario-
-4-hidroxibencílico en un disolvente -cloruro de metileno- en presencia de ácido sulfúrico de acuerdo con la fórmula



en la que X es $C(CH_3)_3$.

El procedimiento se lleva a cabo de la manera siguiente: a una solución de 0,4 moles de alcohol 3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico y 0,1 mol de mesitileno en cloruro de metileno a una temperatura de 4°C se añaden 6,5 moles de ácido sulfúrico al 80% durante 30 minutos. La mezcla de reacción resultante se agita durante 3 horas más, después de lo cual se lava 4 veces con agua hasta reacción neutra. Se expulsa luego el cloruro de metileno por destilación y se cristaliza el producto buscado a partir de la masa remanente, recristalizándose ulteriormente dicho producto en isopentano. Después de la recristalización se obtiene un producto que tiene una temperatura de fusión de 200 a 200,7°C. El rendimiento en producto es 60% calculado sobre la base del agente de alcohilación.

15

20

25

En la realización de este método se forma una gran cantidad de efluentes ácidos, los cuales contienen disolventes orgánicos y fenoles. La purificación de tales efluentes implica dificultades considerables.

30

Dicho método requiere una cantidad considerable de ácido sulfúrico y un agente de alcoholación, siendo el rendimiento del producto buscado insuficientemente alto. Además, el grado de pureza del producto que se obtiene es también insuficiente, por lo que se requiere una recristalización adicional del producto. Esto da como resultado una tecnología más complicada del método y un rendimiento más bajo del producto. El agente de alcoholación empleado en este método -alcohol 3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico- no es fácilmente asequible. Su síntesis va acompañada de la formación de una gran cantidad de subproductos, lo que da como resultado su bajo rendimiento.

Se conoce en la técnica otro método para la producción de 2,4,6-tri-(3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencil)-mesitileno por reacción de mesitileno y un éster de alcohol 3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico. Dichos agente de alcoholación y mesitileno se disuelven en cloruro de metileno y se añade ácido sulfúrico al 80% a una temperatura de 30°C en corriente de nitrógeno con una relación de 0,5 a 2 moles de ácido por mol de mesitileno. La mezcla de reacción resultante se agita durante 3 horas a una temperatura de 10 a 40°C. Se añade después isooctano a dicha mezcla, se separa la capa acuosa, y la capa orgánica se lava con agua, luego con una solución de amoníaco al 15%, y de nuevo con agua. Después de ello, se expulsa el cloruro de metileno por destilación de la capa orgánica.

El rendimiento del producto buscado es 78 a 79% calculado sobre el agente de alcoholación -un éster del alcohol 3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico.

Las desventajas principales de este método son

también la formación de una gran cantidad de efluentes que contienen un ácido, disolventes orgánicos y fenoles, y un rendimiento bajo del producto buscado.

El método más perfecto es el utilizado para la producción de 2,4,6-tri-(3,5-butilo diterciario-4-hidroxi-bencil)-mesitileno por alcoholación de mesitileno con éteres de alcohol 3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico, particularmente con 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol o con un éter bis-3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico en un disolvente -cloroalcano. De acuerdo con este método, el procedimiento de reacción de las sustancias reaccionantes se lleva a cabo con una alimentación gradual del catalizador -ácido sulfúrico- a una mezcla de los reactivos a una temperatura de -20 a +20°C. La mezcla de reacción resultante se separa del ácido y se neutraliza con un agente alcalino-hidróxido de sodio en la forma de una solución acuosa al 5 a 7%. Después de ello, se separa la fase acuosa y se expulsa el disolvente de la fase orgánica por destilación.

El rendimiento del producto buscado es 60 a 67% del teórico, calculado para el agente de alcoholación.

El grado de pureza del producto es mayor que en los métodos previamente descritos (la temperatura de fusión es 238 a 239°C). Esto excluye la necesidad de una recristalización adicional.

Sin embargo, las desventajas de este método son también la formación de una gran cantidad de efluentes, y un rendimiento insuficientemente alto del producto buscado, lo que es debido a que el agente de alcoholación se toma con un exceso del 25% (4 moles en lugar de 3 mo-

les de la ecuación teórica por mol de mesitileno). En la realización del procedimiento, se requiere este exceso para obtener el producto buscado de alto grado de pureza que prácticamente no contiene impureza alguna de 2,4-di-
5 (3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencil)-mesitileno. Sin embargo, más del 20% de 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol o éter bis-3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico se convierte en un subproducto el 4,4-metilen-bis-(2,6-
butilo diterciario-fenol). La eliminación por lavado de esta impureza a partir del producto buscado da como resultado una reducción del rendimiento de aquél y requiere un alto consumo de metanol para el lavado.

Es un objeto de la presente invención eliminar las desventajas anteriores.

15 Es un objeto específico de la invención cambiar las condiciones de la etapa de alcoholación en el método para la producción de 2,4,6-tri-(3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencil)-mesitileno con objeto de aumentar el rendimiento del producto buscado y elevar el grado de su pureza, así como seleccionar un agente alcalino tal que puede hacer
20 posible evitar la formación de efluentes.

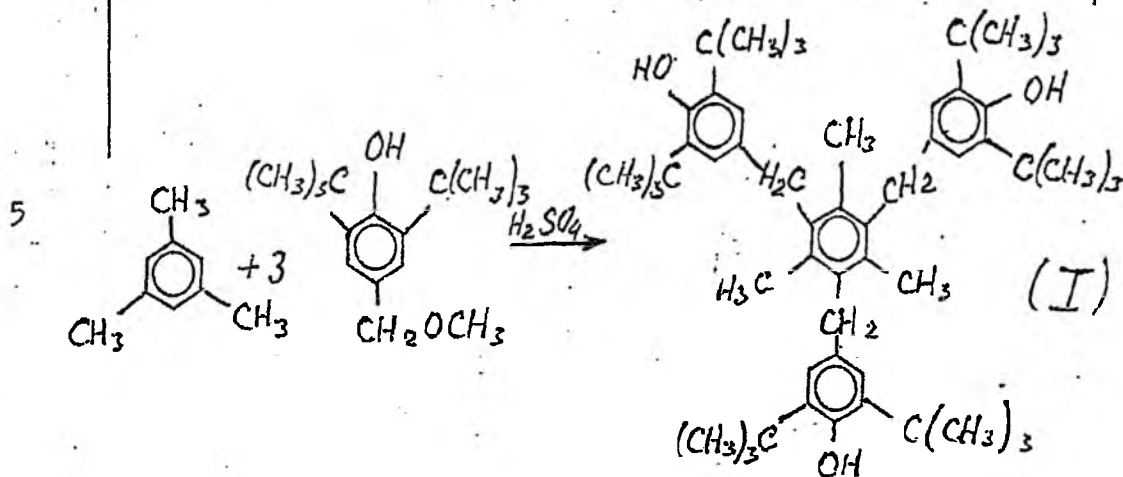
Este objeto se alcanza por el hecho de que, en el método propuesto para la producción de 2,4,6-tri(3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencil)-mesitileno por la reacción de mesitileno con 2,6-butilo ditercario-4-metoximetilfenol ó éter bis-3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico
25 a una temperatura de -20 a +20°C en presencia de un disolvente -cloroalcano- y un catalizador -ácido sulfúrico- para producir una mezcla de reacción que comprende una fase de ácido
30 y una fase orgánica que contiene el producto buscado, con

separación subsiguiente de dichas fases, tratamiento de la fase orgánica con un agente alcalino y separación subsiguiente del producto buscado por eliminación del disolvente, de acuerdo con la invención, la solución de mesitileno en cloroalcano se trata simultáneamente con ácido sulfúrico y una solución de 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol o éter bis-3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico en cloroalcano, y el agente alcalino es amoníaco gaseoso; después del tratamiento con aquél de la fase orgánica antes de la separación del producto buscado, se separa el sulfato de amonio resultante.

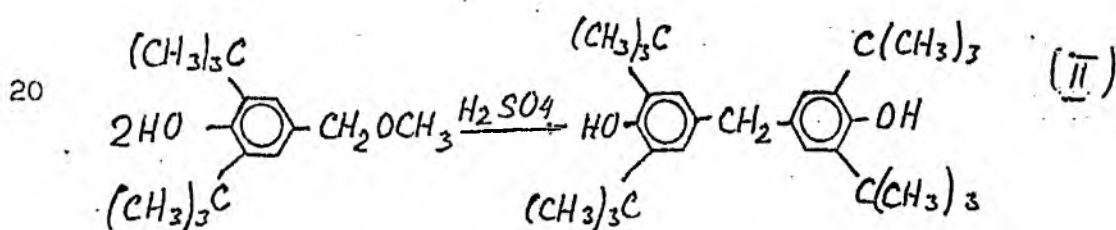
Como el cloroalcano utilizado como disolvente se pueden utilizar cloruro de metileno, tetracloruro de carbono y dicloroetano.

Como se ha indicado arriba, es aconsejable realizar el procedimiento entre -20 y $+20^{\circ}\text{C}$. Si la temperatura es más baja que dicho límite inferior, la reacción de alcoholación se retarda mucho y la duración del procedimiento se hace más larga. Una elevación de la temperatura por encima de 20°C da como resultado un rápido aumento en la formación de subproductos.

En las condiciones arriba indicadas, el mesitileno se alcohola con 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol de acuerdo con la fórmula:



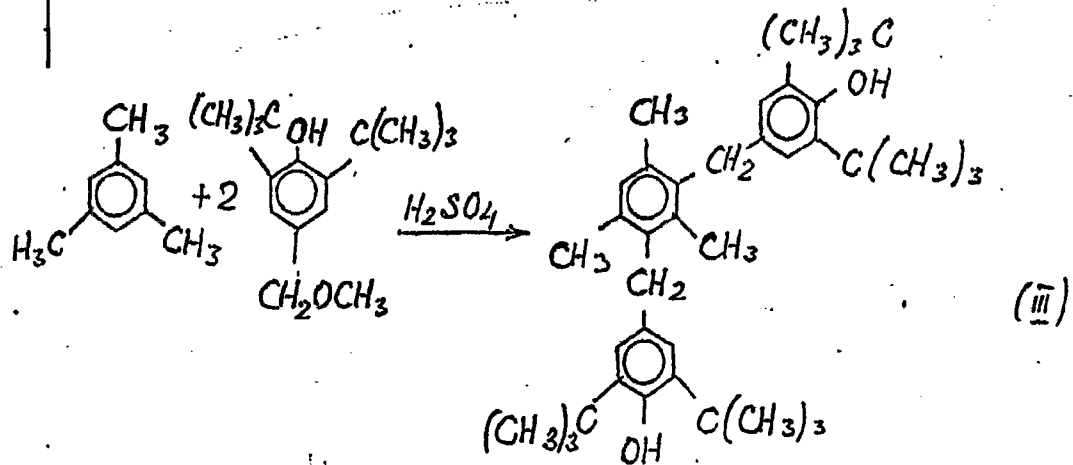
15 El exceso del agente de alcoholación conduce a la formación de un subproducto 4,4'-metileno-bis(2,6-butilo diterciario-fenol) de acuerdo con la fórmula:



Adicionalmente, un aumento en la temperatura de más de 20°C conduce a la formación de dicho subproducto.

Una disminución en la cantidad del agente de alcoholación por debajo de la estequiométrica da como re-

sultado la formación de otro subproducto el 2,4-di(3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencil)-mesitileno:



15 En el caso de emplear éter bis-3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico como el agente de alcoholación en las condiciones arriba mencionadas, se forman también los subproductos II y III.

20 En comparación con los métodos conocidos en la técnica anterior el método propuesto hace que sea posible obtener 2,4,6-tri(3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencil)-mesitileno con un rendimiento suficientemente alto del orden de 88 a 90% y un grado de pureza suficientemente alto (la temperatura de fusión es 239 a 239,5°C). Para la

25 realización del método propuesto se requiere una cantidad insignificante del agente de alcoholación y ácido sulfúrico, lo cual asegura una disminución acusada en la cantidad de residuos fenólicos que se forman en los métodos de la técnica anterior. El uso de amoníaco gaseoso como

30 agente alcalino evita la formación de efluentes.

El método es tecnológicamente simple y se efectúa de la manera siguiente.

Una porción de la cantidad requerida de cloroalcano y mesitileno se pone en un matraz provisto de agitador, termómetro, refrigerante, dos embudos de goteo, y un baño de refrigeración. El contenido del matraz se enfría a la temperatura deseada. Después se añaden simultáneamente, con agitación, una solución del agente de alcoholación en la segunda porción de cloroalcano y ácido sulfúrico. La temperatura del procedimiento se mantiene dentro del intervalo de -20 a $+20^{\circ}\text{C}$. La masa resultante está constituida por una fase de ácido y una fase orgánica. La fase de ácido se separa en el embudo de separación, y la fase orgánica que contiene el producto buscado se pone en un matraz provisto de agitador, condensador de reflujo, y tubo de suministro de gas, y se trata con amoníaco gaseoso. El sulfato amónico resultante se separa por filtración, y el disolvente -cloroalcano- se expulsa por destilación de la solución remanente.

Para una mejor comprensión de la presente invención, se presentan a continuación los siguientes ejemplos específicos.

Ejemplo 1

En un matraz provisto de agitador, termómetro, condensador de reflujo y dos embudos de goteo, se cargan 100 ml de cloruro de metileno y 6,84 g (0,057 moles) de mesitileno. La mezcla se enfría a 0°C con agitación. A la mezcla resultante se añaden simultáneamente 21 g (0,2 moles) de ácido sulfúrico y una solución de 50 g (0,2 mo-

les) de 2,6-butilo ditercisrio-4-metoximetilfenol en 100 ml de cloruro de metileno durante 30 a 40 minutos manteniendo una temperatura de 0 a 30°C.

La mezcla de reacción se agita después a esta temperatura durante otros 30 minutos. La composición de la mezcla de reacción se analiza por un método de cromatografía gas-líquido.

La composición de la mezcla de reacción, en % en peso, es:

10	Producto I	94,2;
	Producto II	5,1;
	Producto III	0,7.

La mezcla de reacción se pone en un embudo de separación, y se separa la fase de ácido. La fase orgánica se pone en un matraz provisto de agitador, condensador de reflujo, y tubo de suministro de gas, a través del cual se suministra amoníaco gaseoso para la neutralización. El sulfato de amonio resultante se separa por filtración. El cloruro de metileno se expulsa de la solución remanente por destilación.

Se obtienen 39,1 g del producto buscado, lo que representa el 88,6% de la cantidad teórica calculada con respecto al mesitileno, o el 76,1% de la cantidad teórica calculada con respecto al 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol. La temperatura de fusión es 239,1 a 239,6°C.

Se llevó a cabo el experimento siguiente, para comparación.

En un matraz provisto de agitador, termómetro, condensador de reflujo y embudo de goteo, se introdujeron

200 ml de cloruro de metileno, 6,02 g (0,05 moles) de mesitileno, y 43,75 g (0,17 moles) de 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol. La mezcla se enfría a 0°C con agitación, y se añaden gradualmente 18,25 g (0,17 moles) de ácido sulfúrico durante 30 minutos, manteniendo una temperatura de 0 a 3°C.

Después de ello, la mezcla de reacción se agita durante otros 30 minutos a la misma temperatura.

La composición de la mezcla de reacción, en % en peso, es:

producto I	75,2;
producto II	15,2;
producto III	9,6.

Se neutraliza luego la mezcla de reacción con una solución de hidróxido de sodio al 7%, se separa la capa acuosa, y se expulsa el disolvente de la capa orgánica por destilación.

Se obtienen 28,2 g del producto buscado, lo que constituye el 72,9% de la cantidad teórica calculada con respecto a mesitileno.

La temperatura de fusión es 238,6 a 239,2°C.

Por los datos anteriores, puede verse que, con introducción simultánea de los componentes en la zona de reacción, el rendimiento del producto buscado y su grado de pureza disminuyen acusadamente debido a la formación de una cantidad considerable de subproductos.

Ejemplo 2

En el matraz del Ejemplo 1 se introducen 100 ml de cloruro de metileno y 7,2 g (0,06 moles) de mesitileno. La mezcla se enfría a 0°C con agitación. Se añaden simultáneamente a la mezcla resultante 21 g (0,2 moles) de ácido sulfúrico al 94% y una solución de 50 g (0,2 moles) de 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol en 100 ml de cloruro de metileno durante 30 a 40 minutos manteniendo una temperatura de 0 a 3°C. La mezcla de reacción se agita después a la misma temperatura durante otros 30 minutos. La composición de la mezcla de reacción se analiza por un método de cromatografía gas-líquido.

La composición de la mezcla de reacción en % en peso, es:

producto I	94,0;
producto II	3,8;
producto III	2,2.

La separación de la fase de ácido y la fase orgánica, la neutralización de la fase orgánica con amoníaco gaseoso, la destilación del disolvente y la separación del producto se efectúan como en el Ejemplo 1.

El rendimiento del producto buscado es 41,4 g, lo que equivale al 89,1% del teórico, calculado respecto al mesitileno, o al 80,2% del teórico calculado respecto al agente de alcoholación. La temperatura de fusión es 239,2 a 239,8°C.

Se llevó a cabo el experimento siguiente para

comparación.

En un matraz provisto de agitador, termómetro, condensador de reflujo, y embudo de goteo, se introdujeron 200 ml de cloruro de metileno, 50 g (0,2 moles) de 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol y 6,02 g (0,05 moles) de mesitileno. La mezcla se enfrió mientras que se agitaba a 0°C y se añadieron gradualmente 22 g (0,2 moles) de ácido sulfúrico al 94% durante 30 minutos manteniendo una temperatura de 0 a 3°C. La mezcla de reacción se agitó luego durante otros 30 minutos a la misma temperatura.

La composición de la mezcla de reacción en % en peso, era:

producto I	79,5;
producto II	3,3;
producto III	17,2.

La mezcla de reacción se neutralizó con una solución al 7% de NaOH, se separó la capa acuosa, y se expulsó el disolvente de la capa orgánica por destilación.

El rendimiento del producto es 30,7 g, lo que representa el 79,3% del teórico calculado sobre el mesitileno, o el 59,5% calculado sobre el 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol. La temperatura de fusión del producto obtenido es 238,0 a 238,7°C.

Ejemplo 3

En el matraz del Ejemplo 1 se introducen 13 ml de cloruro de metileno y 1,03 g (0,0086 moles) de mesitileno. La mezcla se enfría a 0°C mientras que se agita y

se añaden simultáneamente 2,71 g de ácido sulfúrico al 94% (0,026 moles) y una solución de 6,5 g (0,026 moles) de 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol en 13 ml de cloruro de metileno manteniendo una temperatura de 0 a 3°C. La mezcla de reacción se agita a la misma temperatura durante otros 30 minutos. La composición de la mezcla de reacción se analiza por un método de cromatografía gas-líquido.

La composición de la mezcla de reacción, en % en peso, es:

producto I	91,7;
producto II	1,7;
producto III	6,6.

La mezcla de reacción se trata, y el producto buscado se separa, como en el Ejemplo 1.

Se obtienen 5,4 g del producto buscado, lo que representa el 81,5% del rendimiento teórico calculado sobre el mesitileno, o el 81,0% del teórico calculado sobre el 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol. La temperatura de fusión es 239,0 a 239,6°C.

Ejemplo 4.

En el matraz del Ejemplo 1 se cargan 13 ml de cloruro de metileno y 1,11 g (0,0093 moles) de mesitileno. La mezcla se enfría a 0°C mientras que se agita, y se añaden simultáneamente 2,71 g (0,026 moles) de ácido sulfúrico del 94% y una solución de 6,5 g (0,026 moles) de 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol en 13 ml de cloruro

de metileno manteniendo una temperatura de 0 a 3°C.

La mezcla de reacción se agita después a la misma temperatura durante otros 30 minutos.

La composición de la mezcla de reacción en %
5 en peso, es:

producto I 80,5;

producto II 1,2;

Producto III 18,3.

10 La mezcla de reacción se trata, y el producto buscado se separa, como en el Ejemplo 1.

Se obtienen 5,1 g del producto buscado, lo que representa el 70,9% del rendimiento teórico calculado sobre el mesitileno, o el 76,0% del teórico calculado sobre el 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol. La temperatura de fusión es 238,9 a 239,4°C.

Ejemplo 5

20 En el matraz del Ejemplo 1 se introducen 100 ml de cloruro de metileno y 7,2 g (0,06 moles) de mesitileno. La mezcla se enfría a 0°C mientras que se agita. A la mezcla resultante se añaden simultáneamente una solución de
25 45 g (0,099 moles) de éter bis-3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico en 100 ml de cloruro de metileno y 8 g (0,08 moles) de ácido sulfúrico al 94% manteniendo una temperatura de 0 a 3°C. La mezcla de reacción se agita después a la misma temperatura durante otros 30 minutos.

30 La composición de la mezcla de reacción, en % en peso, es:

producto I 93,8;
 producto II 3,7;
 producto III 2,5.

5 La mezcla de reacción se trata, y el producto buscado se separa, como en el Ejemplo 1.

El rendimiento de 2,4,6-tri(3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencil) mesitileno es 40,5 g, lo que representa el 87,2% del teórico calculado sobre el mesitileno, o el 79,2% del teórico calculado sobre el éter. La

10 temperatura de fusión es 239,4 a 239,8°C.

Se llevó a cabo el experimento siguiente para comparación:

En el matraz del Ejemplo 1 se introdujeron 12 ml de cloruro de metileno, 2,70 g (0,006 moles) de éter bis-3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico y 0,4 g

15 (0,003 moles) de mesitileno. La mezcla se enfrió con agitación a 0°C y se añadieron gradualmente 1,22 g (0,012 moles) de ácido sulfúrico al 94% durante 60 minutos manteniendo una temperatura de 0 a 3°C.

20 La mezcla de reacción se agitó después durante otros 30 minutos a la misma temperatura.

La composición de la mezcla de reacción, en % en peso, era:

25 producto I 82,0;
 producto II 15,5;
 producto III 2,5.

30 Se obtuvieron 1,86 g del producto buscado, lo que representa el 80,2% del rendimiento teórico calculado

sobre el mesitileno.

Ejemplo 6

5 En el matraz del Ejemplo 1 se introducen 100 ml de cloruro de metileno y 7,2 g (0,06 moles) de mesitileno. La mezcla se enfría mientras que se agita a -20°C y se añaden simultáneamente una solución de 50 g (0,2 moles) de 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol en 100 ml de cloruro de metileno y 21 g (0,2 moles) de ácido sulfúrico durante 30 minutos manteniendo una temperatura de -20°C .
10 La mezcla de reacción se agita durante 120 minutos a la misma temperatura y se toma una muestra para análisis.

La composición de la mezcla de reacción, en % en peso, es:

15

producto I	82,0;
producto II	5,6;
producto III	12,4.

20

La mezcla de reacción se trata, y el producto buscado se separa, como en el Ejemplo 1.

25

Se obtienen 34,8 g del producto buscado, lo que representa el 75% del rendimiento teórico calculado sobre el mesitileno, o el 68,0% del teórico calculado sobre el agente de alcoholación.

La temperatura de fusión es $233,6$ a $239,3^{\circ}\text{C}$.

Ejemplo 7

30

En el matraz descrito arriba se cargan 100 ml de dicloroetano y 7,2 g (0,06 moles) de mesitileno. La

mezcla se enfría con agitación a 12°C y se añaden gradualmente una solución de 50 g (0,2 moles) de 2,6-butilo diciterciario-4-metoximetilfenol en 100 ml de dicloroetano y 21 g (0,02 moles) de ácido sulfúrico durante 30 minutos manteniendo una temperatura de 12°C. La mezcla de reacción se agita durante 60 minutos a la misma temperatura, y se toma una muestra para análisis.

La composición de la mezcla de reacción, en % en peso, es:

producto I	83,8;
producto II	9,7;
producto III	6,5.

La mezcla de reacción se trata, y el producto buscado se separa, como en el Ejemplo 1.

Se obtienen 35,2 g del producto buscado, lo que representa el 75,8% del rendimiento teórico calculado sobre el mesitileno, o el 68,5% del teórico calculado sobre 2,6-butilo diciterciario-4-metoximetilfenol.

La temperatura de fusión es 238,9 a 239,3°C.

Ejemplo 8

En el matraz del Ejemplo 1 se introducen 100 ml de tetracloruro de carbono y 7,2 g (0,06 moles) de mesitileno. La mezcla se agita y se añaden gradualmente una solución de 50 g (0,2 moles) de 2,6-butilo diciterciario-4-metoximetilfenol en 100 ml de tetracloruro de carbono y 21 g (0,2 moles) de ácido sulfúrico al mismo tiempo a una

temperatura de 20°C durante 30 minutos manteniendo una temperatura de 20°C. La mezcla de reacción se agita ulteriormente durante 30 minutos a la misma temperatura, y se toma una muestra para análisis.

5 La composición de la mezcla de reacción, en % en peso, es:

producto I	87,2;
producto II	8,7;
producto III	4,1.

10 Se obtienen 37,4 g del producto buscado, lo que representa el 80,5% del rendimiento teórico calculado sobre el mesitileno, o el 73,0% del teórico calculado sobre el agente de alcoholación.

15 La temperatura de fusión es 238,0 a 238,7°C.

REIVINDICACIONES

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

5
10
15
20
25

1ª.- Un método para la producción de 2,4,6-tri(3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencil)-mesitileno por reacción de mesitileno con 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol ó éter bis-3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico a una temperatura de -20 a +20°C en presencia de un disolvente -cloroalcano- y un catalizador -ácido sulfúrico-, para producir una mezcla de reacción constituida por una fase de ácido y una fase orgánica que incluye el producto buscado, con separación subsiguiente de dichas fases, tratamiento de la fase orgánica con un agente alcalino y separación subsiguiente del producto buscado por eliminación del disolvente, caracterizado por el hecho de que se trata la solución de mesitileno en cloroalcano simultáneamente con ácido sulfúrico y con una solución de 2,6-butilo diterciario-4-metoximetilfenol ó éter bis-3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencílico en cloroalcano, y se utiliza amoníaco gaseoso como el agente alcalino, de tal modo que después del tratamiento con aquél de la fase orgánica antes de la separación del producto buscado, se separa el sulfato de amonio resultante.

2ª.- Un método para la producción de 2,4,6-tri(3,5-butilo diterciario-4-hidroxibencil)-mesitileno.

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

30

15-11-77

Esta Memoria consta de veintiuna hojas escritas
e máquinas por una sola de sus caras.

Madrid, 20.ENE 1978
P.A.

Fernando de Elizaburu
Por Poder.

