



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2023 00424

(22) Data de depozit: 02/08/2023

(41) Data publicării cererii:  
29/12/2023 BOPI nr. 12/2023

(71) Solicitant:

- JIANU IONEL-CĂLIN, CALEA ȘAGULUI NR. 21, SC. A, AP. 20, TIMIȘOARA, TM, RO;
- JIANU ADELINA-MARIA, CALEA ȘAGULUI NR. 21, SC. A, AP. 20, TIMIȘOARA, TM, RO;
- ILIE ADRIAN-COSMIN, STR. TIMIȘ NR. 18, BL. 32, SC. A, AP. 27, TIMIȘOARA, TM, RO;
- RUSU LAURA-CRISTINA, STR. NICOLAE IORGA, NR. 4, ET. 2, AP. 9, TIMIȘOARA, TM, RO;
- MIU CĂTĂLIN-ADRIAN, STR. ARH. VICTOR VLAD BL. 34, SC. A, ET. 1, AP. 3, TIMIȘOARA, TM, RO;
- ȚIGMEANU CODRUȚA-VICTORIA, CAL. MARTIRILOR 1989 NR. 37/A, ET. 3, AP. 13, TIMIȘOARA, TM, RO;
- STOIN DANIELA, STR. IOACHIM MILOIA, BL. B5, AP. 15, TIMIȘOARA, TM, RO;
- BUJANCĂ GABRIEL STELIAN, SAT BEREGȘĂU MARE, NR. 298, COMUNA SĂCĂLAZ, TM, RO;
- FOLESCU ROXANA, SAT COMLOȘU MARE NR. 122, COMUNA COMLOȘU MARE, TM, RO;
- ARDELEAN LAVINIA COSMINA, STR. CORIOLAN BREDICEANU, NR. 25, TIMIȘOARA, TM, RO;
- DĂNILĂ ALEXANDRA-IOANA, STR. HEINRICH HEINE, NR. 3, AP. 4, TIMIȘOARA, TM, RO;

(72) Inventatori:

- JIANU IONEL-CĂLIN, CALEA ȘAGULUI NR. 21, SC. A, AP. 20, TIMIȘOARA, TM, RO;
- JIANU ADELINA-MARIA, CALEA ȘAGULUI NR. 21, SC. A, AP. 20, TIMIȘOARA, TM, RO;
- ILIE ADRIAN-COSMIN, STR. TIMIȘ NR. 18, BL. 32, SC. A, AP. 27, TIMIȘOARA, TM, RO;
- RUSU LAURA-CRISTINA, STR. NICOLAE IORGA, NR. 4, ET. 2, AP. 9, TIMIȘOARA, TM, RO;
- MIU CĂTĂLIN-ADRIAN, STR. ARH. VICTOR VLAD BL. 34, SC. A, ET. 1, AP. 3, TIMIȘOARA, TM, RO;
- ȚIGMEANU CODRUȚA-VICTORIA, CAL. MARTIRILOR 1989 NR. 37/A, ET. 3, AP. 13, TIMIȘOARA, TM, RO;
- STOIN DANIELA, STR. IOACHIM MILOIA, BL. B5, AP. 15, TIMIȘOARA, TM, RO;
- BUJANCĂ GABRIEL STELIAN, SAT BEREGȘĂU MARE, NR. 298, COMUNA SĂCĂLAZ, TM, RO;
- FOLESCU ROXANA, SAT COMLOȘU MARE NR. 122, COMUNA COMLOȘU MARE, TM, RO;
- ARDELEAN LAVINIA COSMINA, STR. CORIOLAN BREDICEANU, NR. 25, TIMIȘOARA, TM, RO;
- DĂNILĂ ALEXANDRA-IOANA, STR. HEINRICH HEINE, NR. 3, AP. 4, TIMIȘOARA, TM, RO;

(54) POLIETERAMIDOSULFONAȚI OMOGENI SUPERFICIAL ACTIVI

(57) Rezumat:

Invenția se referă la structura și procedeul de obținere al unei serii omologe de săruri de dialchilol amoniu ale acizilor β-alchil homopolietilenoxi (n=3-18) homo-/heteropolipropilenoxi (m=3-18) propionamido-3'-metilpropan sulfonici cu formula generală: în care i-C<sub>6</sub>H<sub>17</sub> este 2-etil hexil, R este un atom de hidrogen sau un radical metil și bloc-copolimerul PEO<sub>n</sub>-PPO<sub>m</sub> are structuri variate. Procedeul, conform invenției, constă în etapele: sinteza homopolietilenglicolilor (n=3-18) homo-/heteropolipropilenglicolilor (m=3...18), reacția glicolilor corespunzători cu clorură de tionil, grefarea alcoolilor

2-etilenhexilici homopolietoxilați toсилаți la catene poli-oxipropilene omogene sau heterogene monoclorurate, adiția alcoolilor 2-etilhexilici homopolietilenoxi homo-/heteropolipropilenoxi la acidul acril- amidă-3'- metil-propan sulfonic, rezultând acizi β-alchil homopolietilenoxi homo-/heteropolipropilenoxi propionamido-3'-metil-propan sulfonic care se salefiază cu dialcanol amine, rezultând structuri utilizate ca agenți de igienizare superficial activi hibrid neionici-anionici.

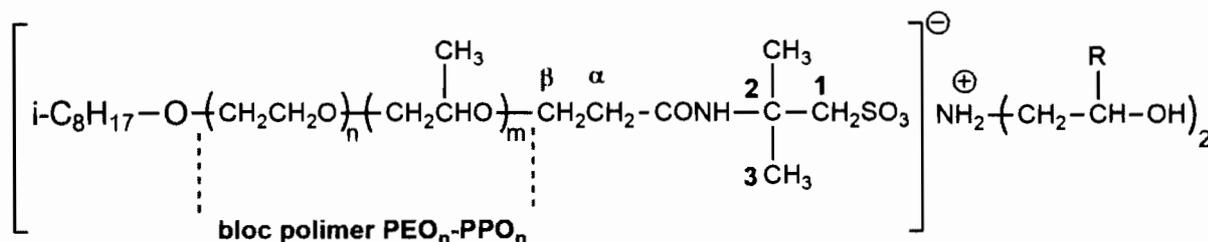
Revendicări: 2

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



**Alchil polieteramidosulfonați omogeni superficialactivi**

Prezenta cerere de brevet de invenție(CBI) se încadrează în preocupările de diversificare ale agenților de igienizare superficialactivi hibrid neionici-anionici. CBI se referă la structura și procedeul de obținere a unei noi serii omologe din categoria sărurilor de dialchilol (etanol, izopropanol) amoniu ale acizilor 2'-[β-2-etilhexil homopolietilenoxi (n=0-18) homo-/heteropolipropilenoxi (m=3-18)] propionamido-3'-metil-propan sulfonici cu formula generală:



în care radicalul i-C<sub>8</sub>H<sub>17</sub> reprezintă catena 2-etilhexil; n reprezintă gradul de oligomerizare al oxidului de etenă (EO) în catena homopolioxi-etilenică (PEO) omogenă (n=0,3,6,9,12,16,18), m reprezintă gradul de oligomerizare al oxidului de propenă (PO) în catena homo-/heteropolipropilenoxi (PPO) omogenă sau heterogenă (m=3-18), R reprezintă un hidrogen sau radical metil, „bloc polimer” PEO<sub>n</sub>-PPO<sub>m</sub> poate acoperi variante structurale diverse: PEO<sub>n</sub>-PPO<sub>m</sub>-PEO<sub>n'</sub> (n'+n''=n) n'≥n''; n'≤n''; PPO<sub>m</sub>-PEO<sub>n</sub>-PEO<sub>m'</sub> (m'+m''=m) m'≥m''; m'≤m''; etc.

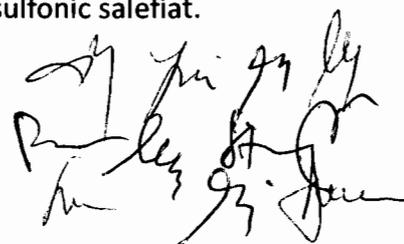
- Domeniile cu potențială aplicare a invenției** pot fi: procesarea alimentară, cosmetică, farmaceutică, postprocesarea textilă (avivare-antistatizare, emoliere, umectare, egalizare vopsiri, etc.), „preparative organic chemistry” (competențe de catalizatori pentru transfer interfazic, agenți de sechestrare-coordinare a unor entități structurale de mici dimensiuni, etc.). Prezența acrilamidei derivatizate (acrilamida-2-metil-propansulfonică) în structura noilor coloizi neionici-anionici omogeni sugerează și extensia sferei de utilizare a acrilamidei (monomer vinilic) ca atare (polimeri cu caracteristici dispersante și floculante; copolimeri cu acid acrilic, acrilonitril și/sau alți acilați în procesarea textilă, industria lacurilor și vopselelor, a celulozei și pielăriei). Compuși „de nișă” neșemnalăți în literatura de specialitate prin caracteristicile lor coloidale etalate pe o largă plajă HLB (hidrofil/hidrofobă) pot satisface în perspectivă cererile pieței mereu crescânde sortimental, cantitativ și calitativ.
- Stadiul cunoașterii (stadiul tehnicii).** În practica de igienizare actuală nu există recepturi universal aplicabile pentru diversele sortimente de murdărie, reziduuri de procesare tehnologică (grăsimi, glucide, proteine, etc.). „Substanța activă” din compoziția acestor recepturi, funcție de suprafața de curățat (igienizat), natura, cantitatea și vechimea reziduurilor, cuprinsă între 0,5-20% este structurată din amestecuri superficialactive. Ultimele decenii ale secolului XX înregistrează intensificarea semnificativă a eforturilor științifice în direcția cunoașterii, diversificării de noi categorii de structuri amfile (superficialactive) cu componente coloidale cumulate sinergic în același ansamblu molecular (neionic-anionic) cu intenția de a diminua sau elimina exhaustiv deficiențele majore ale produselor de igienizare comercializate (solubilitate deseori limitată în flotele apoase, respectiv sensibilitate accentuată a săpunurilor clasice față de duritatea excesivă a apelor tehnologice, etc.).

*[Handwritten signatures and initials]*

Hausmann H., și colab. 1939, US Patent 2183853 este astăzi recunoscut unanim creatorul săpunurilor neionice (polietoxilate) la debutul celei de a doua conflagrații mondiale din cauza penuriei accentuate de materii grase. Pe durata următoarelor decenii ale secolului XX variantele de sinteză au cunoscut o evoluție continuă prin: a) condensarea alcoolilor superiori polietoxilați heterogeni ( $n=3-20$ ) cu acid monocloracetic și/sau monoclorpropionic în cataliză bazică (Aalbers, A., 1968, Schulze, K., 1975); b) oxidarea alcoolilor superiori liniari polietoxilați ( $n=3-20$ ) heterogeni în mediu alcalin cu dioxid de titan (Cripe, T. și colab. PCT/US1991/008280); c) oxidarea alcoolilor superiori liniari polietoxilați ( $n=3-20$ ) heterogeni și a nonilfenolilor cu acid cromic și azotic (Lin, C. US Patent 4692551/1987); d) oxidarea catalitică a alcoolilor superiori liniari polietoxilați ( $n=3-20$ ) heterogeni cu platină și paladiu (Isa, H. și colab. DE2303821 A1/1973); e) condensarea alcoolilor superiori liniari polietoxilați ( $n=3-20$ ) heterogeni cu butirolactone (Rodney, N. și colab. US Patent 5230823/1993; Leinweber, D. și colab. US Patent 7208/1182/2007). Principalele dezavantaje care au împiedicat generalizarea acestor procedee au fost: randamente de procesare limitate la 60-70%; cuantumul produselor secundare, caracterul excesiv de laborios, coroziunea avansată a suprafețelor de contact care generează și amplifică porozitatea, rugozitatea acestora, final costuri ridicate în exploatare datorate și proliferării biofilmelor bacteriene, coeficienților de transfer termic reduși și deteriorarea caracteristicilor reologice ale fluidelor din circuitul materialelor. După 1955 Terentev, A. și colab. obțin acidul  $\beta$ -butoxipropionic și acidul 3-(2-butoxi)-etoxipropionic prin cianoetilarea (adiția nucleofilă vinilogă) alcoolilor corespunzători urmată de hidroliza acidă exhaustivă a propionitrililor  $\beta$ -substituiți. Ulterior între 1981-1983 Jianu I. și colab. extind cianoetilarea și varianta sa (amidoetilarea) la alcoolii superiori liniari  $C_{12}H_{25}-C_{18}H_{37}$  ca atare și polietoxilați ( $n=3-20$ ) heterogeni (RO63637; RO77367; RO78634; RO98157; RO80035) și a altor substraturi hidroxilice ca etapă intermediară în sinteza unor arhitecturi moleculare hibrid neionice-ionice (anionice, cationice, amfotere) cu competențe coloidale extinse în practica tehnologică. Variantele tehnologice brevetate elimină dezavantajele majore specificate anterior cu excepția consecințelor caracterului heterogen al substraturilor hidroxilice polietoxilate (produse tehnice cu urme de apă, polietilenglicoli și alcooli superiori polietoxilați cu distribuția statistică a omologilor de catenă polioxietilenică toate consumatoare de monomer acrilic). Ineficiența izolării cantitative a acestora prin metode fizico-chimice clasice (extracții solid/lichid, lichid/lichid în sisteme binare și/sau ternare de solvenți; eluarea cromatografică pe coloană deschisă cu gradient de concentrație al sistemelor de solvenți; distilare moleculară centrifugală; etc.) a determinat pe Jianu C. și colab. după 2000 să opteze pentru cianoetilarea alcoolilor superiori liniari sau parțial ramificați (alcoolul 2-etil hexilic) și a alchilfenolilor superiori ca atare sau polietoxilați/polipropoxilați ( $n=3-20$ ) omogeni (premieră tehnologică) (grad de oligomerizare strict precizat al oxidului de etenă în catena PEO sau PPO) (RO127955B1; RO131092A0; RO132484A0; RO133981B1; RO134446A0; RO134636A0). Structurile omogene au fost obținute printr-o schemă de reacții Williamson adaptată condițiilor catalizei de transfer interfazic, cu clorură de N,N-dimetil-N-etil-N- $\beta$ -tridecil polietilenoxi ( $n=18$ )  $\alpha$ -metil propionamidoetilamoniu omogenă (CTF1) (premieră tehnologică) (Jianu C. și colab. RO133981B1); clorură de N-metil-N-benzil-N-octadecil-N- $\beta$ -octilfenil polietilenoxi ( $n=12$ ) etilamoniu omogenă (CTF2) (premieră tehnologică) (Jianu C. și colab. RO132484A0). Deși în literatură adiția nucleofilă vinilogă

(cianoetilarea cu variantele sale) aplicată alcoolilor superior liniari sau parțial ramificați ca atare și/sau polietoxilați/polipropoxilați nu este detaliat investigată interesul științific și tehnologic față de acest procedeu de grefare a unor noi funcții organice, respectiv de extensie a catenei hidrofobe cu punte eterică (alcoolul 2-etil hexilic se află la limita inferioară a caracteristicilor hidrofobe impuse compușilor superficialactivi) poate fi dedus prin ponderea licențelor de obținere a structurilor hibrid neionice-ionice (anionice, cationice, amfotere). Întreaga evoluție a cunoașterii domeniului este elocventă pentru a argumenta convingător oportunitatea formulării unei noi soluții tehnice care să depășească limitele actuale.

3. **Problema tehnică propusă spre soluționare** constă în diversificarea gamei de structuri aparținând dialcanol (etanol/i-propanol) amidelor superioare sulfonate grefate pe catene „bloc polimer”  $PEO_n$ - $PPO_m$  omogene sau omogene/heterogene superficialactive. Cumularea sinergică realizată favorizează posibilitatea de caracterizare coloidală accentuat personalizată. O evaluare comparată similară între structuri exclusiv heterogene este neconcludentă din cauza pronunțatelor „efecte de vecinătate” induse de „efectele de simpatie funcțională”.
4. **Metodologia de soluționare a obiectivelor propuse** în problema tehnică se fundamentează pe aditia nucleofilă vinilogă a alcoolilor 2-etil hexil homopolietoxilați ( $n=0,3,6,9,12,16,18$ ) homo- sau heteropolipropoxilați ( $m=0,3,6,9,12,16,18$ ) la legătura olefinică asimetric substituită (vinilică) activată electronic electromer (acidul acrilamido-2'-metil propansulfonic) în poziția  $\beta$  de gruparea funcțională sulfonică (anionactivă) (premieră tehnologică) față de alte soluții tehnice consemnate în literatură (RO134636A0) unde sulfonarea se realizează separat după aditia nucleofilă vinilogă inițial exclusiv la vinilpiridină. Metodologia propriu-zisă cuprinde succesiv următoarele etape intermediare „cheie”: a) caracterizarea chimică și/sau fizico-chimică a principalilor reactanți ai schemei bloc de operații: seria omologă de alcooli 2-etil hexil homopolietoxilați ( $n=0,3,6,9,12,16,18$ ) homo- sau heteropolipropoxilați ( $m=0,3,6,9,12,16,18$ ); seria omologă a polietilenglicolilor omogeni ( $PEO_n$ ) ( $n=0,3,6,9,12,16,18$ ) ca atare și derivatizați (mono- și disodici; mono- și diclorurați); seria omologă a polipropilenglicolilor omogeni ( $PPO_m$ ) ( $m=0,3,6,9,12,16,18$ ) și heterogeni ca atare și derivatizați (mono- și disodici; mono- și diclorurați); „blocul polimer”  $PEO_n$ - $PPO_m$  și variantele sale structurale; acidul acrilamido-2'-metil propansulfonic; dialcanol (etanol, izopropanol) aminele; b) sinteza, purificarea și caracterizarea chimică și fizico-chimică (coloidală) a catalizatorilor de transfer de fază: clorură de N,N-dimetil-N-etil-N- $\beta$ -tridecil polietilenoxi ( $n=18$ )  $\alpha$ -metil propionamidoetilamoniu omogenă (CTF1) (premieră tehnologică); clorură de N-metil-N-benzil-N-octadecil-N- $\beta$ -octilfenil polietilenoxi ( $n=12$ ) etilamoniu omogenă (CTF2) (premieră tehnologică); c) sinteza succesivă a catenelor polioxi-etilenice ( $n=3,6,9,12,16,18$ ) omogene respectiv a catenelor polioxi-propilenice ( $m=3,6,9,12,16,18$ ) a „blocului polimerilor”  $PEO_n$ - $PPO_m$  și variantele lor structurale prin metoda Williamson adaptată condițiilor de transfer interfazic: CTF1 (RO133981B1); CTF2 (RO132484B1); d) homopolietilenglicolarea ( $n=3,6,9,12,16,18$ ) și homo-/heteropropilenglicolarea alcoolului 2-etil hexilic în condițiile catalizei de transfer interfazic (CTF<sub>1</sub>; CTF<sub>2</sub>); e) aditia nucleofilă vinilogă a alcoolilor 2-etil hexil homopolietoxilați ( $n=0,3,6,9,12,16,18$ ) homo- sau heteropolipropoxilați ( $m=3,6,9,12,16,18$ ) la acidul acrilamido-2'-metil propan sulfonic saefiat.



Handwritten signature and date: 27.10.2014

5. **Principalele elemente de noutate** raportate la etapa actuală a cunoașterii în domeniu se pot formula prin: a) structurarea seriei omologe de agenți de igienizare hibrid neionici („bloc polimer”  $PEO_n$ - $PPO_m$ )-anionici (propioamido propan sulfonici) omogeni/heterogeni diferită față de alte soluții tehnice brevetate în domeniu prin natura și variantele catenei neionice hidrofile:  $PEO_{n'}-PPO_m-PEO_{n''}$  ( $n'+n''=n$ )  $n' \geq n''$ ;  $n' \leq n''$ ;  $PPO_{m'}-PEO_n-PEO_{m''}$  ( $m'+m''=m$ )  $m' \geq m''$ ;  $m' \leq m''$ ; respectiv natura, polaritatea și metodologia de grefare a fragmentelor de activare electromeră a legăturii olefinice asimetric substituie (piridină, lutidine, colidine, etc.); b) „bloc polimerii”  $PEO_n$ - $PPO_m$  și variantele lor structurale care reglează controlat hidrofilia întregului ansamblu molecular neionic-anionic ( $PEO_n > PPO_m$ ); c) metodologia de procesare specifică structurilor omogene: cu catalizatori de transfer interfazic  $CTF_1$ ,  $CTF_2$ ; d) solubilitatea controlată prin variantele „bloc polimerilor”  $PEO_n$ - $PPO_m$  cu consecință ecologică (remanență eliminată, biodegradabilitate ridicată); e) potențiale efecte germicide (SR EN 1276:2000); f) eliminarea dezavantajelor majore ale soluțiilor tehnice anterioare și favorizarea costurilor de operare și exploatare reduse; g) stabilitatea ridicată la duritatea apelor tehnologice datorată competențelor conformaționale coordinate ale catenelor  $PEO_n$ - $PPO_m$  omogene și mixte (omogene/heterogene).
6. **Avantajele majore ale CBI raportate la stadiul actual al cunoașterii** sunt: a) diversificarea sortimentului de agenți de igienizare neionici-anionici superficialactivi omogeni și micști (omogeni/heterogeni) prin integrarea completă a unor produse de procesare petrochimică/carbochimică: alcool 2-etil hexilic (compus de hidroformilare), oxid de etenă, oxid de propenă, dialcanol (etanol, izopropanol) amine în conformitate cu recomandările UE 2003/53 și ulterioare de reducere sau eliminare a „vectorilor de toxicitate” pentru mediu și aer; b) analiza funcțională (ISO TR 896:1995; ISO 2131:1995) a seriei omologe de agenți de igienizare neionici-anionici superficialactivi omogeni și micști (omogeni/heterogeni) propusă spre brevetare acoperă o largă plajă de caracteristici coloidale de bază (tensiune superficială, concentrație critică micelară, balanță hidrofil/hidrofobă) care permit ofertarea unui considerabil domeniu de aplicații tehnologice: udare/etalare; spumare/antispumare; emulsionare; dispersare; sechestrare (coordinare) cationi metalici alcalino-pământoși, tranziționali; spălare; avivare/antistatazire; solubilizare micelară, dar și potențiale efecte germicide, etc. (premieră tehnologică).
7. **Exemple de realizare a invenției:**
- 7.1. **Prepararea tripropilenglicolatului monosodic omogen (3,6,8 trioxo- 2,5,8-trimetil -1-octoxid de sodiu).** Într-un vas de reacție prevăzut cu agitare mecanică eficace, refrigerent ascendent, atmosferă inertă controlată (5L/oră  $N_2$  purificat de  $CO_2$ ,  $O_2$ , urme de apă), posibilitate de prelevare probe sub atmosferă inertă, termometru, se dizolvă precaut în cca. 80 mL alcool metilic absolut, 0,86 at g Na liber de oxizi, 0,86 moli tripropilenglicol purificat de omologii adiacenți de oligomerizare și se încălzesc la 45-55°C cca. 1 oră sub agitare. Ulterior se îndepărtează exhaustiv în atmosferă inertă controlată alcoolul metilic prin distilare în vid (cca. 20 mm col. Hg).
- 7.2. **Prepararea hexa homo-/heteropropilenglicolatului (n=6) monosodic (3,6,9,12,15,17 hexaoxa-2,5,8,11,14,17 hexametil-1-heptadecoxid de sodiu) și a nonapropilenglicolatului (n=9) monosodic omogen (3,6,9,12,15,18,21,24,27,29-decaoxa-2,5,8,11,14,17,20,23,26,29-decametil-1-nonacosoxid de sodiu) în condițiile catalizei de transfer interfazic.** Se urmează un protocol de operare similar exemplului 7.1 cu o temperatură cuprinsă în intervalul 80-90°C, durata 2-3 ore,

mediu de procesare cca. 80 mL toluen anhidru și 0,0001 moli clorură de N,N-dimetil-N-etil-N-β-tridecylpolietilenoxi (n=18) α-metil propionamidoetil amoniu omogenă, catalizator de transfer de fază. Randamentele față de homo-/heteropolipropilenglicolii (n=6,9) introduși sunt între 90-94%.

- 7.3. Prepararea 1-clor-tripropilenglicolului omogen (1-clor-3,6,8-triox-2,5,8-trimetiloctan).** Într-un vas de reacție, poziționat într-un spațiu cu ventilație eficientă, prevăzut cu agitare mecanică eficace, sistem de dozare reactanți, refrigerent ascendent, atmosferă inertă (5L/oră N<sub>2</sub>) controlată, termometru se dizolvă 0,1 moli tripropilenglicol omogen 98-99% (liber de oligomeri adiacenți) în cca. 300 mL piridină anhidră, se introduc monitorizat 0,12 moli clorură de tionil în decurs de 10-15 minute, la 45-55°C. Se perfectează reacția la 75-80°C cca. 30 minute, ulterior se răcește la temperatura camerei. Produsul de culoare galben-brună, se extrage repetat în sistemul binar eter etilic/soluție saturată de clorură de sodiu ulterior se distilă în vid avansat (10<sup>-2</sup>-10<sup>-4</sup> mm col. Hg). Frațiunea colectată la 90-100°C se caracterizează fizico-chimic și chimic (temperatură de fierbere, solidificare, conținut în oxid de propenă). Randamentul față de tripropilenglicolul omogen introdus este între 82-87%.
- 7.4. Prepararea alcoolului 2-etilhexilic tosilat în condițiile catalizei de transfer interfazic.** Într-un vas de reacție prevăzut cu agitare mecanică eficace, termostatare, refrigerent ascendent, atmosferă inertă monitorizată, dozare controlată a reactanților se introduc la temperatura camerei cca. 50mL toluen, 0,1 moli alcool 2-etil hexilic, 0,0001 moli clorură de N-metil-N-benzil-N-octadecil-N-β-octilfenil polietilenoxi (n=12) etilamoniu omogenă, cca. 20 mL soluție NaOH 30%, apoi precaut 0,11 moli clorură de tosil (p-toluensulfoclorură) soluție toluenică. Amestecul se menține sub agitare la 30-40°C, 5-6 ore. Reacția se consideră orientativ finalizată când mirosul clorurii de tosil dispare. 2-etil hexiltosilatul purificat prin extracții repetate în sistemul binar toluen/saturat cu apă, respectiv cloroform/eter de petrol (p.f. = 30-60°C) (1/1; v/v) s-a caracterizat prin indice de ester și absorbția IR de la 1740-1750 cm<sup>-1</sup>. Valorile înregistrate corespund datelor din literatura de specialitate.
- 7.5. Prepararea alcoolilor 2-etilhexilici homopolietilenoxi (n=0-18) homo-/heteropolipropoxilați toсилаți (m=3,6,9,12,18) în condițiile catalizei de transfer interfazic.** Se urmează protocoalele de operare similare exemplului anterior cu deosebirea că temperaturile aparțin intervalului 40-90°C, durata procesului 3-4 ore. Alcoolii 2-etilhexilici homopolietilenoxi (n=0-18) homo-/heteropolipropoxilați (m=3,6,9,12,18) toсилаți purificați au fost caracterizați prin aceeași indicatori fizico-chimici. Valorile corespund datelor de literatură, iar randamentele față de alcoolii 2-etilhexilici homopolietilenoxi (n=0-18) homo-/heteropolipropoxilați (m=3,6,9,12,18) introduși în procesare s-au încadrat în intervalul 87-95%. Suplimentar se remarcă banda de absorbție IR intensă, largă de la 1110-1140 cm<sup>-1</sup> specifică vibrației de valență C-O-C, iar între 1600-2000 cm<sup>-1</sup> trei benzi caracteristice de intensitate medie crescătoare specifice nucleului aromatic 1,4 disubstituit alături de setul de benzi de absorbție IR specifice vibrațiilor de valență și deformare ale grupei funcționale -O-SO<sub>2</sub>- din gruparea tosilat de la 660-680 cm<sup>-1</sup>; 1170-1220 cm<sup>-1</sup>; și 1050 cm<sup>-1</sup> (parțial suprapuse cu absorbțiile aromatice IR). Cromatograma pe strat subțire (silicagel G nach Stahl) a produsului purificat în sistem ternar cloroform/metanol/apă (89/10/1; v/v/v) și binar butanonă saturată cu apă

developată cu reactiv Dragendorff confirmă caracterul omogen (existența unui singur spot).

- 7.6. Prepararea 1-clor-nona homo-/heteropropilenglicolului (n=9) (1-clor-3,6,9,12,15,18,21,24,27,30-decaoxo-2,5,8,11,14,17,20,23,26,29 decametil-29-hidroxi-nonacosan) și a 1-clor-hexa homo-/heteropropilenglicolului (n=6) (1-clor-3,6,9,12,15,17-hexaoxo-2,5,8,11,14,17,-hexametil-17-hidroxi-heptadecan).** Se urmează un protocol de operare similar exemplului 7.3 cu temperatura cuprinsă între 85-90°C (reflux), durată 20-30 minute cu adaos de 0,0001 moli clorură de N-metil-N-benzil-N-octadecil-N-β-octilfenil polietilenoxi (n=12) etilamoniu omogenă, catalizator de transfer de fază. Derivatul clorurat purificat se caracterizează chimic și fizico-chimic. Evaluarea comparată încrucișată a valorilor determinate confirmă puritatea, structura și caracterul omogen unitar al compușilor sintetizați.
- 7.7. Prepararea hexa homo-/heteropropilenglicolului (n=6), (1,17-dihidroxi-3,6,9,12,15-pentaoxo-2,5,8,11,14,17-heptametil-heptadecan), în condițiile catalizei de transfer de fază.** Într-un vas de reacție prevăzut cu sistem KPG, refrigerent ascendent, atmosferă inertă monitorizată (cca. 5 L /oră N<sub>2</sub> purificat de O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, urme de apă), termostatare se introduc la 50-70°C în cca. 20 minute succesiv 0,1 moli tripropilenglicolat monosodic omogen (3,6,8 trioxo-2,5,8-trimetil-1-octoxid de sodiu) dizolvat în 70-90 mL alcool metilic absolut, 0,12 moli 1-clor-3,6,8-trioxo-2,5,8-trimetil octan (1-clor-tripropilenglicol omogen) respectiv 0,0001 moli clorură de N-metil-N-benzil-N-octadecil-N-β-octilfenil polietilenoxi (n=12) etilamoniu omogenă, catalizator de transfer de fază. Se încălzește la reflux ulterior încă 30-40 minute și se filtrează la cald sărurile anorganice. Extractul în etanol absolut din produsul brut de reacție obținut după îndepărtarea exhaustivă în vid (10<sup>-2</sup>-10<sup>-4</sup> mm col Hg) a metanolului se caracterizează chimic și fizico-chimic. Evaluarea comparată a valorilor obținute confirmă puritatea, structura și caracterul omogen unitar al hexa homo-/heteropropilenglicolului (n=6) sintetizat.
- 7.8. Prepararea dodeca homo-/heterocapropilenglicolului (n=12) (1,38-dihidroxi-3,6,9,12,15,18,21,24,27,30,33,36-dodecaoxo-2,5,8,11,14,17,20,23,26,29,32,35,38-tridecametil-octatriacontan) în condițiile catalizei de transfer interfazic.** Într-un vas de reacție prevăzut cu sistem KPG, refrigerent ascendent, atmosferă inertă monitorizată (cca. 5 L /oră N<sub>2</sub> purificat de O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, urme de apă), termostatare se introduc la 60-70°C în cca. 20-30 minute succesiv 0,1 moli nona homo-/heteropropilenglicolat (n=9) monosodic (3,6,9,12,15,18,21,24,27,30-decaoxo-2,5,8,11,14,17,20,23,26,29-decametil-1-nonacosoxid de sodiu) dizolvat în 70-90 mL alcool metilic absolut, 0,12 moli 1-clor-3,6,8-trioxo-2,5,8-trimetil octan (1-clor-tripropilenglicol omogen) respectiv 0,0001 moli clorură de N-metil-N-benzil-N-octadecil-N-β-octilfenil polietilenoxi (n=12) etilamoniu omogenă, catalizator de transfer de fază. Se refluxează amestecul de procesare ulterior încă cca. 30-40 minute după care se filtrează la cald sărurile anorganice depuse. Extractul în etanol absolut din produsul brut de reacție obținut după îndepărtarea exhaustivă în vid (10<sup>-2</sup>-10<sup>-4</sup> mm col Hg) a metanolului se caracterizează chimic și fizico-chimic. Evaluarea comparată confirmă puritatea, structura și caracterul omogen unitar al dodeca homo-/heteropropilenglicolului (n=12) sintetizat.
- 7.9. Caracterizarea structurală gazcromatografică (piroliză cu dispozitiv „punct CURIE”) a alcoolilor 2-etil-hexilici homo-/heteropolipropoxilați omogeni**

(n=3,6,9,12,18). Proba de analizat ampastată cu  $P_2O_5$  se descompune termic controlat pe durata a 2-5 ore în intervalul de 40-480°C cu gradientul 24°C/minut în pirolizatorul tip „punct CURIE” al cromatografului de gaze prevăzut cu FID, coloană din sticlă cu dimensiunile 150x0,4 cm umplută cu Chromosorb G 80/100 mesh silanizat cu 10% metil silicon SE-30 lichid de repartiție, alimentat cu  $N_2$  100 mL/min;  $H_2$  46 mL/min; aer 300 mL/min. Produsele de piroliză separate confirmă față de etaloane prezența 2-etil-1-hexenei; 2-metil-1,3-dioxanului; 1,4-dioxanului respectiv a propionaldehidei. Eșantioanele solide de analizat (n≥9) se dizolvă inițial la cald cu acid ortofosforic 80-90%, ulterior cu adaos de  $P_2O_5$  până la obținerea unei paste vâscoase.

- 7.10. Prepararea hexaoxietilenglicolului omogen în condițiile catalizei de transfer interfazic.** Într-un vas de reacție, prevăzut cu agitare mecanică, termometru, atmosferă inertă controlată, refrigerant ascendent, se introduc 4 moli dietilenglicolat monosodic 0,0001 moli clorură de N-metil-N-etil-N-benzil-N-β-octilfenilpolietilenoxi (n=12) etilamoniu omogenă, apoi precaut 2,2 moli 1,8-diclor-3,6-dioxo-octan și se încălzește la 90-95°C (cca. 72 ore), după care amestecul de reacție se neutralizează cu cca. 27 mL soluție alcoolică NaOH 30%. Produsul de reacție, ce conține hexaoxietilenglicolul omogen se purifică în atmosferă controlată prin extracții repetate în sistemul eter etilic/apă. Randamentele față de dietilenglicolul introdus sunt cuprinse în intervalul 71-76%.
- 7.11. Prepararea nonaoxietilenglicolului omogen în condițiile catalizei de transfer interfazic.** Într-un vas de reacție, prevăzut cu agitare mecanică, termometru, pâlnie de picurare, refrigerant ascendent, atmosferă inertă controlată, se introduc precaut la 110-130°C în decurs de cca. 2 ore, 0,62 moli sarea monosodică a trietilenglicolului, 0,306 moli 1,8-diclor-3,6-dioxo-octan respectiv 0,0001 moli clorură de N-metil-N-etil-N-benzil-N-β-octilfenilpolietilenoxi (n=3) etilamoniu omogenă și se încălzesc la 150°C până la reacție neutră la fenolftaleină. Nonaoxietilenglicolul omogen se purifică prin extracții repetate în sistemul eter etilic/apă. Randamentul față de trietilenglicolul introdus este cuprins între 75-82%.
- 7.12. Prepararea 2-etil hexanolului homopolietilenoxi (n=3-18) heteropolipropoxilat (m=3), în condițiile catalizei de transfer interfazic.** Într-un vas de reacție, prevăzut cu agitare mecanică, termometru, pâlnie de picurare, refrigerant ascendent, atmosferă inertă controlată, se dizolvă 0,11 moli 2-etil hexil homopolietilenoxi (n=3-18) tosilat omogen, în cca. 100 mL toluen anhidru, se adaugă precaut soluția a 0,1 moli sare monosodică a tripropilenglicolului heterogen în 50 mL toluen anhidru respectiv 0,0001 moli clorură de N-metil-N-benzil-N-etil-N-β-octilfenilpolietilenoxi (n=12) etilamoniu omogenă sau clorură de N-metil-N-benzil-N-etil-N-β-octilfenilpolietilenoxi (n=3) etilamoniu omogenă. Se încălzește la reflux până la reacție neutră față de fenolftaleină și se îndepărtează exhaustiv toluenul (18-25°C/10-20 mm col. Hg). Rezultă un produs vâscos/ceros, de culoare slab gălbuie, din care se distilă în vid înaintat ( $10^{-3}$ - $10^{-4}$  mm col Hg) 2-etil hexanol homopolietilenoxi (n=3-18) heteropolipropoxilat (n=3). Randamentul față de tripropilenglicolul monosodic heterogen introdus este cuprins între 85-94%. Procedând similar s-a preparat seria omologă a 2-etil hexanolilor heteropolipropoxilați (n=6,9,12,18).
- 7.13. Prepararea alcoizilor 2-etil-hexil homopolietilenoxi (n=3-18) heteropolipropoxilați (m=6,9,12,18) alcalini heterogeni.** Într-un vas de reacție, se

introduc sub atmosferă inertă (cca. 5 L N<sub>2</sub>/oră), 200 mL soluție toluenică anhidră 0,1 m a 2-etil hexanolului sau 2-etil hexanolului homopolietilenoxi (n=3-18) heteropolipropoxilat (m=6,9,12,18) heterogen, iar în nacela atașată instalației se cântăresc 0,28 at. g metal alcalin liber de oxizi. Se închide sifonul cu un dop „afânat” de vată de sticlă, se assemblează restul instalației apoi se încălzește precaut 2-3 ore la reflux, când se obține soluția toluenică a alcoxizilor homopolietilenoxi (n=3-18) heteropolipropoxilați (m=6,9,12,18) alcalini heterogeni, a cărei concentrație se determină prin titrare acid-bază cu H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,01 n sub atmosferă inertă. Soluția toluenică se conservă în continuare la 30-90°C, deoarece solubilitatea 2-etil hexanolilor homopolietilenoxi (n=3-18) heteropolipropoxilați (m=6,9,12,18) salefiați heterogeni alcalini în toluen este limitată (soluția devine opalescentă sub 20°C). Înaintea fiecărei prelevări de catalizator bazic se agită.

- 7.14. Prepararea derivatului diclorurat al hexaoxaetilenglicolului omogen (1,17-diclor-3,6,9,12,15-pentaoxaheptadecan).** Într-un vas de reacție amplasat într-un spațiu bine ventilat, prevăzut cu agitare mecanică, termometru, pâlnie de picurare, refrigerent ascendent, atmosferă inertă controlată, se dizolvă 0,124 moli hexaoxaetilenglicol omogen, în cca. 300 mL piridină anhidră, se adaugă precaut (în decurs de cca. 15 minute) sub agitare la 40-50°C, 2,67 moli clorură de tionil. Temperatura se menține la 75-80°C, 30 minute, apoi se răcește la 20-25°C. Produsul de culoare galben-maronie se purifică prin extracții repetate în sistem eter etilic/soluție saturată de clorură de sodiu apoi prin distilare în vid înaintat (10<sup>-2</sup>-10<sup>-4</sup> mm Hg). Frațiunea colectată la 100-120°C/10 mm col. Hg se caracterizează prin conținut în oxid de etilenă de 66,88% (calculat 68,96%), temperatură de fierbere 169-170°C/0,2 mm (literatură 168-169°C/0,2 mm) și temperatură de solidificare (-10,4°C), literatură (-10,4°C). Randamentul față de hexaoxaetilenglicolul omogen introdus este cuprins între 75-79%.
- 7.15. Prepararea 2-etil hexanolilor tosilați homopolietoxilați omogeni (n=0,3,6,9,12,18) în condițiile catalizei de transfer interfazic.** Într-un vas de reacție amplasat într-un spațiu bine ventilat, prevăzut cu agitare mecanică, termometru, pâlnie de picurare, refrigerent ascendent, atmosferă inertă controlată, se introduc cca. 50 mL toluen, la temperatura camerei, 0,1 moli 2-etil hexil oxi- respectiv homopolietilenoxi omogeni (n=0,3,6,9,12,18), 0,0001 moli clorură de N-metil-N-benzil-N-etil-N-β-octilfenilpolietilenoxi (n=12) etilamoniu omogenă sau clorură de N-metil-N-benzil-N-etil-N-β-octilfenilpolietilenoxi (n=3) etilamoniu omogenă, 18,66 mL soluție alcoolică NaOH 30%, apoi precaut 70 g soluție toluenică 38% clorură de tosil. Amestecul se menține sub agitare la 30-35°C. Reacția se consideră orientativ finalizată când mirosul de clorură de tosil dispăre. 2-etil hexanolii tosilați homopolietoxilați omogeni (n=0,3,6,9,12,18) purificați, prin extracții repetate în sistemul toluen/apă și cloroform/eter de petrol (p.f.=30-60°C) s-au caracterizat prin conținut în oxid de etilenă, indice de esterificare 165 mg KOH/g (calculat 164,7 mg KOH/g) și banda de absorbție în infraroșu, de la 1740-1750 cm<sup>-1</sup>. Valorile obținute corespund datelor din literatură.
- 7.16. Prepararea derivatului diclorurat al hexaoxa homo-/heteropropilenglicolului.** Într-un vas de reacție amplasat într-un spațiu ventilat, prevăzut cu agitare mecanică, termometru, pâlnie de picurare, refrigerent ascendent, atmosferă inertă controlată se dizolvă 0,124 moli hexaoxa homo-/heteropropilenglicol, în cca. 300 mL piridină anhidră, și se adaugă precaut în decurs de cca. 15 minute la 40-50°C sub agitare,

2,67 moli clorură de tionil. Temperatura se menține la 75-80°C, cca. 30 minute, apoi se răcește la 20-25°C. Produsul de culoare galben-maronie se purifică prin extracții repetate în sistemul eter etilic/soluție saturată de clorură de sodiu apoi prin distilare în vid înaintat ( $10^{-3}$ - $10^{-4}$  mm col. Hg). Frațiunea colectată între 100-120°C/10 mm col. Hg se caracterizează prin conținut în oxid de propilenă, temperatură de fierbere 169-170°C/0,1 mm (literatură 168-169°C/ 0,1 mm) și temperatură de solidificare (-12,4°C), literatură (-12,4°C). Randamentul față de hexaoxa homo-/heteropropilenglicolul introdus este cuprins între 80-85%.

**7.17. Prepararea alcoolului 2-etil hexilic polietoxilat omogen (n=3) în condițiile catalizei de transfer interfazic.** Într-un vas de reacție, prevăzut cu agitare mecanică, termometru, pâlnie de picurare, refrigerent ascendent, atmosferă inertă controlată, se dizolvă 0,11 moli 2-etil hexilic tosilat, în cca. 100 mL toluen anhidru, se adaugă precaut soluția a 0,1 moli sare monosodică a tripropilenglicolului omogen în 50 mL toluen anhidru respectiv 0,0001 moli clorură de N-metil-N-benzil-N-etil-N- $\beta$ -octilfenilpolietilenoxi (n=12) etilamoniu omogenă sau clorură de N-metil-N-benzil-N-etil-N- $\beta$ -octilfenilpolietilenoxi (n=3) etilamoniu omogenă. Se încălzește la reflux până la reacție neutră față de fenolftaleină și se îndepărtează exhaustiv toluenul (18-25°C/ $10^{-2}$ - $10^{-3}$  mm col. Hg). Rezultă un produs fluid vâcos, de culoare slab gălbuie, din care se distilă în vid ( $10^{-3}$ - $10^{-4}$  mm col. Hg) 2-etilhexanolul polietoxilat omogen (n=3). Randamentul este cuprins între 72-78%. Procedând similar s-a preparat seria omologă a 2-etilhexanolilor polietoxilați omogeni (n=6,9,12,18).

**7.18. Prepararea ( $\beta$ )-2-etil hexil homopolietilenoxi (n=0,3,6,9,12,18) heteropolipropilenoxizilor (m=3-18) alcalini.** Într-un vas de reacție cu accesorii standard, se introduc sub atmosferă inertă (cca. 5 L  $N_2$ /oră), 200 mL soluție toluenică anhidră a 2-etil hexanolului homopolietoxilat (n=0,3,6,9,12,18) heteropolipropoxilat (m=3-18) 0,1m, iar în nacela atașată instalației se cântăresc 0,28 at. g metal alcalin liber de oxizi. Se închide sifonul cu un dop „afânat” de vată de sticlă, se assemblează restul instalației apoi se încălzește precaut cca. 2-3 ore la reflux, când se obține soluția toluenică a 2-etil hexanol homopolietilenoxi (n=3-18) heteropolipropilenoxizilor (m=3-18) alcalini, a cărei concentrație se determină prin titrare acid-bază cu  $H_2SO_4$  0,01 n sub atmosferă inertă. Soluția toluenică se conservă în continuare la 30-90°C, deoarece solubilitatea 2-etil hexanol homopolietilenoxi (n=3-18) heteropolipropilenoxizilor (m=3-18) alcalini în toluen este limitată (soluția devine opalescentă sub 20°C). Înaintea fiecărei prelevări de produs se agită.

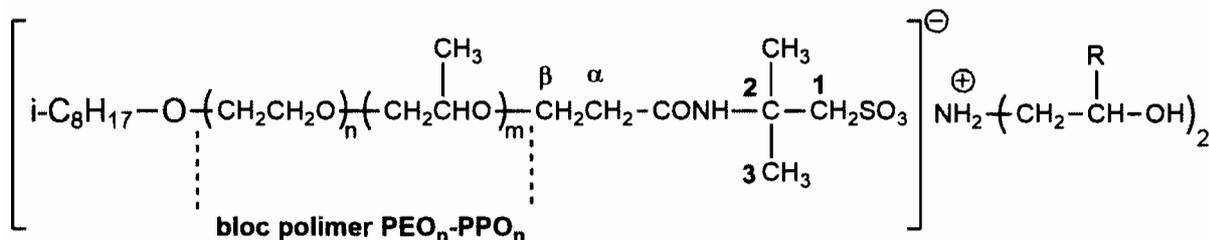
**7.19. Prepararea acizilor 2'-[ $\beta$ -2-etil-hexil-homopolietilenoxi (n=0-18) homo-/heteropolipropilenoxi (n=0,3,6,9,12,18)]-propionamido-3'-metil propan sulfonici.** Într-un vas de reacție prevăzut cu sistem de agitare mecanică KPG eficace, sistem de reglare termică eficientă (procesare exotermă) dispozitiv de dozare fină a reactanților, refrigerent ascendent, atmosferă inertă ( $N_2$  5 L/min fără oxigen, dioxid de carbon, umiditate) se introduc la 70-90°C (valoare strict monitorizată) 0,1 moli alcoolii 2-etilhexilici homopolietilenoxi (n=0-18) homo-/heteropolipropilenoxi (m=0,3,6,9,12,18), apoi sub agitare 0,1 moli acid acrilamido-2'-metil-propan sulfonic, și 0,1% catalizator bazic astfel încât temperatura să atingă fără să depășească în 10-20 minute valoarea protocolului de operare. Se definitivează procesul încă 20-22 ore. Produsul brut de consistență și culoare variabilă funcție de gradul de oligomerizare al oxidului de propenă se extrage în alcool etilic absolut.

Acizii 2'-[ $\beta$ -2-etil-hexil-homopolietilenoxi (n=0-18) homo-/heteropolipropilenoxi (n=0,3,6,9,12,18)] propionamido-3'-metil-propan sulfonici purificați se caracterizează chimic (conținut în oxid de propenă iodometric) și fizico-chimic (titrare antagonistă bifazică în cloroform cu soluție de cetiltrimetil amoniu bromură 0,001 m față de albastru de bromfenol soluție 0,04% în alcool etilic/apă sau bifazic în cloroform cu soluție de cetiltrimetilamoniu bromură 0,005 N față de albastru de metilen soluție 0,04% în etanol 95%).

Dr. Jui 97 lg  
R. Ullig  
Jui Ji Chuan

## REVEDICĂRI

1. Sărurile de dialchilol (etanol, izopropanol) amoniu ale acizilor 2'-[β-2-etil-hexil homo și heteropolipropilenoxi (m=3-18)] propionamido-3'-metil-propan sulfonici cu formula generală:



În care radicalul  $i\text{-C}_8\text{H}_{17}$  reprezintă catena 2-etilhexil;  $n$  reprezintă gradul de oligomerizare al oxidului de etenă (EO) în catena homopolioxi-etilenică (PEO) omogenă ( $n=0,3,6,9,12,16,18$ ),  $m$  reprezintă gradul de oligomerizare al oxidului de propenă (PO) în catena homo-/heteropolipropilenoxi (PPO) omogenă sau heterogenă ( $m=3-18$ ),  $R$  reprezintă un hidrogen sau radical metil, „bloc polimer” PEO<sub>n</sub>-PPO<sub>m</sub> poate acoperi variante structurale diverse: PEO<sub>n'</sub>-PPO<sub>m</sub>-PEO<sub>n''</sub> ( $n'+n''=n$ )  $n' \geq n''$ ;  $n' \leq n''$ ; PPO<sub>m'</sub>-PEO<sub>n</sub>-PEO<sub>m''</sub> ( $m'+m''=m$ )  $m' \geq m''$ ;  $m' \leq m''$ ; etc.

2. Procedeu de obținere a unor noi structuri superficialactive neionice-anionice din categoria sărurilor de dialcanol (etanol, i-propanol) amoniu ale acizilor 2'-[β-2-etil-hexil homo și heteropolipropilenoxi (m=3-18)] propionamido-3'-metil-propan sulfonici, conform revendicării 1 caracterizat prin aceea că acizii 2'-[β-2-etil-hexil homopolietilenoxi (n=3-18) homo-/heteropolipropilenoxi (m=3-18)] propionamido-3'-metil-propan sulfonici se safeiază cu dialcanol (etanol, i-propanol) amine.
  - 2.1. Procedeu conform revendicării 2, caracterizat prin aceea că acizii β-2-etil-hexil homopolietilenoxi (n=3-18) homo-/heteropolipropilenoxi (m=3-18) propionamido-3'-metil-propan sulfonici se obțin prin adiția nucleofilă a alcoolilor 2-etil-hexilici homopolietilenoxi (n=3-18) homo-/heteropolipropilenoxi (m=3-18) la acidul acrilamido-3'-metil-propansulfonic.
  - 2.2. Procedeu conform revendicării 2, caracterizat prin aceea că alcoolii 2-etilhexilici homopolietilenoxi (n=3-18) homo-/heteropolipropilenoxi (m=3-18) se obțin prin grefarea alcoolilor 2-etilhexilici homopolietoxilați (n=3-18) tosilați la catene polioxi-propilenice (m=3-18) omogene sau heterogene monoclorurate în condițiile catalizei de transfer interfazic;
  - 2.3. Procedeu conform revendicării 2, caracterizat prin aceea că derivații clorurați ai alcoolilor 2-etilhexilici homopolietilenoxi (n=3-18) homo-/heteropolipropilenoxi (m=3-18) se obțin din alcoolii 2-etilhexilici homopolietilenoxi (n=3-18) homo-/heteropolipropilenoxi (m=3-18) și clorură de tosil (p-toluensulfoclorură) în condițiile catalizei de transfer interfazic;
  - 2.4. Procedeu conform revendicării 2, caracterizat prin aceea că homopolietilenglicolii (n=3-18) homo-/heteropolipropilenglicolii (m=3-18) monoclorurați se obțin din homopolietilenglicolii (n=3-18) homo-/heteropolipropilenglicoli (m=3-18) și clorură de tionil;
  - 2.5. Procedeu conform revendicării 2, caracterizat prin aceea că homopolietilenglicolii (n=3-18) homo-/heteropolipropilenglicolii (m=3-18) se obțin „pas cu pas” aplicând o schemă de reacții Williamson adaptată din trietilenglicol, respectiv tripropilenglicol omogen sau heterogen în condițiile catalizei de transfer interfazic.