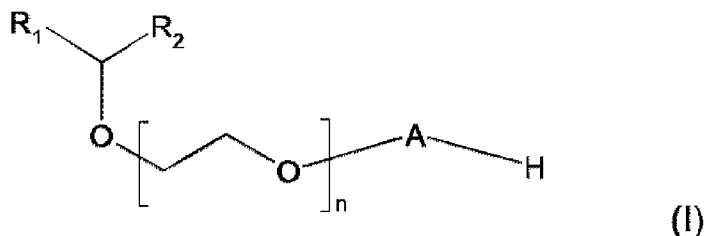




(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2018/11/08
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2019/05/16
(45) Date de délivrance/Issue Date: 2023/10/03
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2020/04/22
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 2018/052761
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2019/092366
(30) Priorité/Priority: 2017/11/10 (FR1760586)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C08G 65/08* (2006.01),
C07C 41/14 (2006.01), *C07C 43/03* (2006.01),
C07C 43/11 (2006.01), *C08G 65/10* (2006.01)
(72) Inventeurs/Inventors:
GILLET, JEAN-PHILIPPE, FR;
BEILLON, THIERRY, FR
(73) Propriétaire/Owner:
ARKEMA FRANCE, FR
(74) Agent: ROBIC

(54) Titre : ALCOOL SECONDAIRE ALCOXYLE
(54) Title: ALKOXYLATED SECONDARY ALCOHOL



(57) Abrégé/Abstract:

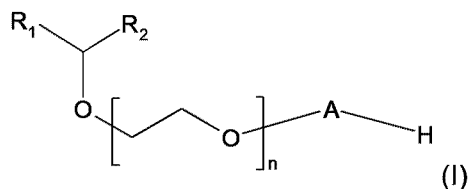
Procédé de préparation d'alcools secondaires alcoxylés de formule (I) : (voir formule I) où : - le groupe formé par R₁ et R₂ et l'atome de carbone, auquel R₁ et R₂ sont attachés, représente 2-octyle ou 4-méthyl-2-pentyle, - n va de 1 à 100, et - A représente un enchaînement d'un ou plusieurs motifs choisis parmi les motifs oxyde d'éthylène, de propylène, de butylène et leurs mélanges ; dans lequel a) on fait réagir un alcool de formule R₁CH(OH)R₂ (II), où R₁ et R₂ et l'atome de carbone auquel ils sont attachés sont définis ci-dessus, avec n oxyde(s) d'éthylène, en présence d'un catalyseur cyanure dimétallique; et b) on fait réagir le produit obtenu en a) avec un ou plusieurs oxydes choisis parmi l'oxyde d'éthylène, de propylène, de butylène et leurs mélanges, en présence du catalyseur cyanure dimétallique. Le procédé permet l'alcoxylation d'alcools secondaires de manière simple et est



(57) Abrégé(suite)/Abstract(continued):
applicable industriellement à faible coût.

ABRÉGÉ

Procédé de préparation d'alcools secondaires alcoxylés de formule (I) :



où :

- le groupe formé par R_1 et R_2 et l'atome de carbone, auquel R_1 et R_2 sont attachés, représente 2-octyle ou 4-méthyl-2-pentyle,
- n va de 1 à 100, et

- A représente un enchaînement d'un ou plusieurs motifs choisis parmi les motifs oxyde d'éthylène, de propylène, de butylène et leurs mélanges ;

dans lequel a) on fait réagir un alcool de formule $\text{R}_1\text{CH}(\text{OH})\text{R}_2$ (II), où R_1 et R_2 et l'atome de carbone auquel ils sont attachés sont définis ci-dessus, avec n oxyde(s) d'éthylène, en présence d'un catalyseur cyanure dimétallique; et b) on fait réagir le produit obtenu en a) avec un ou plusieurs oxydes choisis parmi l'oxyde d'éthylène, de propylène, de butylène et leurs mélanges, en présence du catalyseur cyanure dimétallique.

Le procédé permet l'alcoxylation d'alcools secondaires de manière simple et est applicable industriellement à faible coût.

ALCOOL SECONDAIRE ALCOXYLÉ

5 **[0001]** La présente invention concerne le domaine général des alcools secondaires alcoylés.

[0002] Les alcoylats d'alcools secondaires représentent une famille de composés offrant un large éventail de propriétés. En effet, les applications sont multiples. Ils peuvent notamment être utilisés en tant que solvant, hydrotrope ou encore tensioactif non ionique.
10 Ils peuvent également jouer le rôle de matière première pour d'autres composés, tels que les étheramines ou des tensioactifs anioniques obtenus par phosphatation ou sulfatation. Ainsi, les alcoylats d'alcools secondaires constituent une classe de composés revêtant un intérêt industriel majeur pour de nombreux acteurs.

[0003] De manière classique, les alcoylats d'alcools secondaires sont synthétisés à l'aide d'une catalyse basique, en utilisant par exemple de l'hydroxyde de potassium. Un
15 autre type de catalyseur peut également être employé : le catalyseur de type cyanure dimétallique, appelé catalyseur DMC.

[0004] Divers documents font référence à l'alcoylation de divers composés, dont les alcools, par une catalyse basique et/ou par une catalyse DMC.

20 **[0005]** Par exemple, le document WO 2012/071149 décrit l'éthoxylation d'alcools secondaires polyramifiés par une catalyse basique et/ou une catalyse DMC. Dans ce document, les alcools secondaires comprennent un nombre important d'atomes de carbone et de nombreuses ramifications ou branchements sur la chaîne principale.

[0006] Par ailleurs, le document WO 2009/000852 décrit un procédé d'alcoylation de
25 différents composés via une catalyse DMC. De l'oxyde de propylène et/ou de l'oxyde de butylène réagissent tout d'abord avec lesdits composés, en présence d'un catalyseur DMC, puis de l'oxyde d'éthylène est greffé à l'alcoylat synthétisé en utilisant le catalyseur DMC présent initialement.

[0007] Le document WO 2012/005897 divulgue notamment des alcools alcoylés à l'aide
30 d'un bloc propoxylé, puis d'un bloc éthoxylé, en présence d'un catalyseur DMC.

[0008] Il est par ailleurs connu que les alcools de faible masse moléculaire sont des poisons du catalyseur DMC.

[0009] C'est une des raisons pour lesquelles les acteurs industriels privilégient l'alcoylation d'alcools à chaîne longue ou très fortement ramifiée pour éviter la formation
35 de chélates stables, en présence du catalyseur DMC.

[0010] Il est également à noter que les acteurs industriels privilégient une première étape d'alcoxylation avec un bloc oxyde de propylène et/ou oxyde de butylène, puis une seconde étape d'alcoxylation à l'aide d'oxyde d'éthylène.

[0011] Les procédés d'alcoxylation décrits dans les deux documents WO 2009/000852 et
5 WO 2012/005897 tels que cités ci-dessus sont d'ailleurs réalisés selon cette méthode.

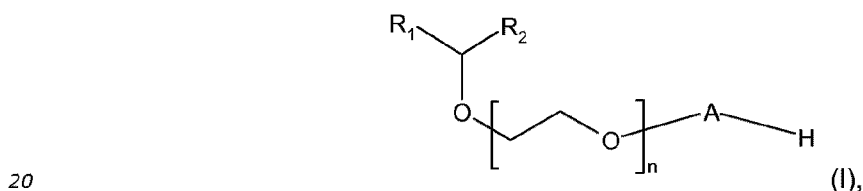
[0012] Il est également reconnu que les alcools secondaires présentent une faible réactivité par rapport aux alcools primaires. De ce fait, l'industrialisation de produits obtenus en alcoylant des alcools secondaires n'a jamais été raisonnablement envisagée.

[0013] En outre, à l'heure où l'enjeu environnemental est véritablement important,
10 l'utilisation d'un réactif bio-sourcé ou biodégradable et présentant un bon profil écotoxicologique est intéressant à envisager.

[0014] Ainsi, il est recherché un alcool secondaire à chaîne courte, alcoylé, dont l'alcoxylation est réalisée par un procédé simple et permet un développement industriel et commercial à faible coût. Il serait également avantageux de développer des alcools
15 secondaires alcoylés, dont le composé de départ est un réactif bio-sourcé et biodégradable.

[0015] La présente invention a pour objet de proposer une solution permettant de résoudre les problèmes mentionnés ci-dessus.

[0016] L'invention a pour objet un composé de formule (I) suivante :



dans laquelle :

- les groupements R_1 et R_2 , identiques ou différents, représentent, indépendamment l'un de l'autre, un groupement hydrocarboné linéaire, ramifié ou cyclique, saturé ou insaturé, comprenant de 1 à 6 atomes de carbone, étant entendu que la somme des atomes de carbone des groupements R_1 et R_2 va de 2 à 7 ; les groupements R_1 et R_2 peuvent aussi
25 former ensemble et avec l'atome de carbone qui les porte, un cycle à 6, 7 ou 8 sommets,
- n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 1 et 100, de préférence entre 2 et 100, de préférence encore entre 3 et 100, particulièrement entre 4 et 100, plus particulièrement entre 5 et 100, de préférence entre 6 et 100, de préférence encore entre 7
30 et 100, de manière préférée entre 8 et 100, encore plus préférée entre 9 et 100 et de manière très préférée entre 10 et 100,

- A représente un enchaînement d'un ou plusieurs motifs choisis parmi les motifs oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, oxyde de butylène et leurs mélanges,
- le groupe formé par R₁, R₂ et l'atome de carbone, auquel R₁ et R₂ sont attachés, présente un degré de branchement égal à 0, 1 ou 2.

5 **[0017]** La présente invention a également pour objet un procédé de préparation du composé de formule (I) selon l'invention.

[0018] Un autre objet de l'invention est l'utilisation d'un catalyseur de type cyanure dimétallique (« DiMetallic Cyanide » ou « DMC » en langue anglaise) pour réaliser l'alcoxylation du 2-octanol.

10 **[0019]** La présente invention a également pour objet l'utilisation du composé de formule (I) selon l'invention, en tant que tensioactif non-ionique, agent tensio-actif à faible pouvoir moussant (« low-foaming surfactant » en langue anglaise), agent de mouillage, agent moussant, hydrotrope, détergent, solvant, solvant réactif, agent de coalescence, compatibilisant, agent émulsifiant, dispersant, intermédiaire chimique, inhibiteur de
15 corrosion, désémulsionnant, plastifiant, séquestrant, inhibiteur de dépôts minéraux, liquide ionique, stabilisant, lubrifiant, additif pour bitumes, additif pour désencrage, agent gélifiant dans les huiles, collecteur de flottation pour les minerais, adjuvant de fabrication (« processing aid » en langue anglaise) dans la manufacture des objets plastiques, agent antistatique, additif pour les revêtements d'engrais, pour la protection des plantes, pour le
20 traitement des textiles et pour la récupération assistée du pétrole, pour la production d'électrodes et d'électrolytes pour batteries

[0020] D'autres avantages et caractéristiques de l'invention apparaîtront plus clairement à l'examen de la description détaillée.

[0021] Il est précisé que les expressions « de... à... » et « compris entre ... et ... »
25 utilisées dans la présente description doivent s'entendre comme incluant chacune des bornes mentionnées.

[0022] Au sens de la présente invention, on entend par « motif oxyde d'éthylène » un motif issu de l'oxyde d'éthylène après ouverture du cycle oxirane. Au sens de la présente invention, on entend par « motif oxyde de propylène » un motif issu de l'oxyde de propylène
30 après ouverture du cycle oxirane. Au sens de la présente invention, on entend par « motif oxyde de butylène » un motif issu de l'oxyde de butylène après ouverture du cycle oxirane.

[0023] Le composé selon l'invention est de formule (I) telle que mentionnée ci-dessus.

[0024] En d'autres termes, les groupements R_1 et R_2 , et le carbone auquel ils sont rattachés désignent un radical secondaire en C3-C8, de préférence en C4-C8, plus particulièrement en C5-C8 de préférence en C6-C8.

[0025] De préférence, les groupements R_1 et R_2 , identiques ou différents, représentent, indépendamment l'un de l'autre, méthyle, éthyle, n-propyle, iso-propyle, n-butyle, sec-butyle, pentyles, hexyles.

[0026] De préférence, le groupe formé par R_1 , R_2 et l'atome de carbone, auquel R_1 et R_2 sont attachés, est choisi parmi le radical 2-octyle et le radical 4-méthyl-2-pentyle. Plus particulièrement, le groupe formé par R_1 , R_2 et l'atome de carbone, auquel R_1 et R_2 sont attachés, est le radical 2-octyle.

[0027] Avantageusement, n est compris entre, bornes incluses, 1 et 75, de préférence entre 2 et 75, de préférence encore entre 3 et 75, particulièrement entre 4 et 75, plus particulièrement entre 5 et 75, de préférence entre 6 et 75, de préférence encore entre 7 et 75, de manière préférée entre 8 et 75, encore plus préféré entre 9 et 75 et de manière très préférée entre 10 et 75.

[0028] Avantageusement, n est compris entre, bornes incluses, 1 et 50, de préférence entre 2 et 50, de préférence encore entre 3 et 50, particulièrement entre 4 et 50, plus particulièrement entre 5 et 50, de préférence entre 6 et 50, de préférence encore entre 7 et 50, de manière préférée entre 8 et 50, encore plus préféré entre 9 et 50 et de manière très préférée entre 10 et 50.

[0029] Avantageusement, n est compris entre, bornes incluses, 1 et 30, de préférence entre 2 et 30, de préférence encore entre 3 et 30, particulièrement entre 4 et 30, plus particulièrement entre 5 et 30, de préférence entre 6 et 30, de préférence encore entre 7 et 30, de manière préférée entre 8 et 30, encore plus préféré entre 9 et 30 et de manière très préférée entre 10 et 30. De préférence, n va de 2 à 30.

[0030] Le degré de branchement désigne, au sens de la présente invention, le nombre total de groupes méthyles terminaux ($-CH_3$) présents sur les groupements R_1 et R_2 moins 1. En d'autres termes, le degré de branchement, noté D est un entier égal à la différence entre la somme des groupes méthyles terminaux ($-CH_3$) présents sur les groupements R_1 et R_2 et 1. Cette équation peut être exprimée ainsi :

$$D = \Sigma(\text{Me dans } R_1 \text{ et } R_2) - 1$$

[0031] Ainsi, si les groupements R_1 et R_2 comprennent 2 groupes méthyle, le degré de branchement est alors de 1.

$$D = \Sigma(\text{Me dans } R_1 \text{ et } R_2) - 1 = 2 - 1 = 1$$

[0032] De préférence, le degré de branchement est de 1 ou 2.

[0033] Par exemple, le degré de branchement du radical 2-octyle est de 1 et le degré de branchement du radical 4-méthyl-2-pentyle est de 2.

[0034] Le composé de formule (I) comprend n motif(s) oxyde d'éthylène, et un enchaînement comportant un ou plusieurs motifs choisis parmi le motif oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, oxyde de butylène et leurs mélanges.

[0035] Selon un mode de réalisation particulier, lorsque le composé de formule (I) comporte un mélange desdits motifs différents, ils peuvent être répartis de manière aléatoire, alternée ou par blocs.

[0036] Dans un mode de réalisation préférée de l'invention, le composé de formule (I) comprend n motif(s) oxyde d'éthylène, et un enchaînement comportant un ou plusieurs motifs choisis parmi le motif oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, oxyde de butylène et leurs mélanges, lesdits motifs pouvant être répartis de manière aléatoire, alternée ou par blocs, au moins un motif oxyde de propylène ou oxyde de butylène étant présent dans ledit enchaînement.

[0037] Selon un autre mode de réalisation préféré, A représente un enchaînement comprenant au moins un motif oxyde d'éthylène et au moins un motif oxyde de propylène, répartis de manière alternée, aléatoire ou par blocs.

[0038] Selon encore un autre mode de réalisation préféré, A représente un enchaînement comprenant au moins un motif oxyde d'éthylène et au moins un motif oxyde de butylène, répartis de manière alternée, aléatoire ou par blocs.

[0039] Selon encore un autre mode de réalisation préféré, A représente un enchaînement comprenant au moins un motif oxyde de propylène et au moins un motif oxyde de butylène, répartis de manière alternée, aléatoire ou par blocs.

[0040] L'invention a également pour objet un procédé de préparation d'un composé de formule (I) tel que défini précédemment, comprenant les étapes successives suivantes :

(a) faire réagir un alcool secondaire de formule (II) suivante : $R_1CH(OH)R_2$ (II), dans laquelle R_1 et R_2 sont tels que définis précédemment, avec n oxyde(s) d'éthylène, où n est tel que défini précédemment,

en présence d'au moins un catalyseur de type cyanure dimétallique ;

(b) faire réagir le produit issu de l'étape (a) avec un ou plusieurs oxydes choisis parmi l'oxyde d'éthylène, l'oxyde de propylène, l'oxyde de butylène et leurs mélanges, en présence d'au moins un catalyseur de type cyanure dimétallique.

[0041] Éventuellement, le produit issu de l'étape (a) peut être isolé. Le procédé selon l'invention présente l'avantage de synthétiser le composé de formule (I) dans de bonnes conditions de sécurité, de telle sorte qu'il peut être réalisé à une échelle industrielle. En

effet, les conditions opératoires en termes de température et de pression sont contrôlées grâce au procédé selon l'invention. L'exothermie de la réaction est notamment maîtrisée.

[0042] L'alcool secondaire de formule (II) a un degré de branchement 0, 1 ou 2. Avantageusement, l'alcool secondaire de formule (II) a une masse molaire moyenne en poids allant de 70 à 200 g/mol, de préférence de 80 à 180 g/mol. L'alcool secondaire de formule (II) est en C3-C8, de préférence en C6-C8.

[0043] L'alcool secondaire de formule (II) peut être choisi parmi le 2-octanol et le méthylisobutylcarbinol, de préférence le 2-octanol. Cet alcool présente un intérêt particulier à plusieurs titres. En effet, il s'agit d'un produit bio-sourcé, biodégradable et présentant un bon profil écotoxicologique. En outre, le point d'ébullition du 2-octanol est élevé et son prix de revient est tout à fait raisonnable.

[0044] Selon un mode de réalisation préféré, l'alcool secondaire de formule (II) est mis en œuvre après un séchage de telle sorte que la teneur en eau dans ledit alcool est inférieure ou égale à 200 ppm, de préférence inférieure ou égale à 100 ppm.

[0045] De manière préférée, le catalyseur de type cyanure dimétallique peut être de toute nature connue de l'homme du métier. Ces catalyseurs sont décrits dans les brevets US6429342, US6977236 et PL398518. Plus particulièrement, le catalyseur utilisé est l'hexacyanocobaltate de zinc, par exemple commercialisé par la Société Bayer sous le nom Arcol® ou encore par la société Mexeo sous la dénomination MEO-DMC®.

[0046] Avantageusement, la teneur en catalyseur de type cyanure dimétallique va de 1 à 1000 ppm par rapport à la teneur en alcool secondaire de formule (II), de préférence de 1 à 500 ppm de préférence de 2 à 300 ppm, plus préférentiellement de 5 à 200 ppm.

[0047] Selon un mode de réalisation préféré, le ratio molaire oxyde d'éthylène/ alcool secondaire de formule (II) va de 1 à 100, de préférence de 2 à 100, de préférence de 3 à 100, de préférence de 4 à 100, particulièrement de 5 à 100, plus particulièrement de 6 à 100, de manière préférée de 7 à 100, encore plus préféré de 8 à 100, préférentiellement de 9 à 100, et de préférence de 10 à 100.

[0048] De manière préférée, la température de réaction lors de l'étape (a) va de 80 à 200°C, de préférence de 100 à 180°C. La pression de la réaction lors de l'étape (a) peut aller de 0,01 MPa à 3 MPa, de préférence de 0,02 MPa à 2 MPa.

[0049] De manière préférée, la température de réaction lors de l'étape (b) va de 80 à 200°C, de préférence de 100 à 180°C. La pression de la réaction lors de l'étape (b) peut aller de 0,01 MPa à 3 MPa, de préférence de 0,02 MPa à 2 MPa.

[0050] La durée de chacune des étapes (a) et (b) peut aller de quelques minutes à quelques heures, typiquement 5 minutes à 24 heures.

[0051] De préférence, le procédé selon l'invention comprend une étape d'élimination des oxydes résiduels choisis parmi les oxydes d'éthylène, de propylène, de butylène et leurs mélanges mis en œuvre au cours du procédé selon l'invention. Ainsi, cette étape peut se dérouler entre l'étape (a) et l'étape (b) et également après l'étape (b)

5 **[0052]** On entend au sens de la présente invention par « oxyde résiduel » un oxyde qui n'a pas réagi. De préférence, ladite étape d'élimination de l'oxyde résiduel est réalisée par cooking, c'est-à-dire par un maintien en température allant de 70 à 170°C, préférentiellement de 100 à 160°C, pour consommer l'oxyde résiduel, et/ou par une étape de stripping sous courant de gaz inerte. Alternativement, ladite étape de stripping peut être
10 réalisée sous vide.

[0053] De préférence, après ladite étape d'élimination, la teneur massique en oxyde résiduel est inférieure ou égale à 0,1% par rapport au poids de composé de formule (I) obtenu, préférentiellement inférieure ou égale à 0,01%, plus préférentiellement inférieure ou égale à 0,001%.

15 **[0054]** De manière préférée, le procédé selon l'invention comprend les étapes successives suivantes :

(a1) Mélanger dans un réacteur au moins un alcool secondaire de formule (II), de préférence préalablement séché comme décrit précédemment, et au moins un catalyseur de type cyanure dimétallique ;

20 (a2) additionner progressivement dans le mélange n oxyde(s) d'éthylène, pour obtenir l'alcool secondaire de formule (I) éthoxylé ;

(a3) maintenir à la température de réaction jusqu'à stabilisation de la pression ;

(a4) Ajouter dans le mélange un ou plusieurs oxydes choisis parmi l'oxyde d'éthylène, l'oxyde de propylène, l'oxyde de butylène et leurs mélanges,

25 (a5) maintenir à la température de réaction jusqu'à stabilisation de la pression ;

(a6) récupération du produit attendu après stripping éventuel (mais préféré).

[0055] De manière préférée, le procédé selon l'invention comprend les étapes successives suivantes :

30 (a1) Mélanger dans un réacteur au moins un alcool secondaire de formule (II), de préférence préalablement séché comme décrit précédemment, et au moins un catalyseur de type cyanure dimétallique ;

(a2) additionner progressivement dans le mélange n oxyde(s) d'éthylène, pour obtenir l'alcool secondaire de formule (I) éthoxylé ;

(a3) maintenir à la température de réaction jusqu'à stabilisation de la pression ;

(a4) ajouter dans le mélange un ou plusieurs oxydes choisis parmi l'oxyde de propylène et l'oxyde de butylène et leurs mélanges ;

(a5) maintenir à la température de réaction jusqu'à stabilisation de la pression ;

(a6) Ajouter dans le mélange un ou plusieurs oxydes choisis parmi l'oxyde d'éthylène, l'oxyde de propylène, l'oxyde de butylène et leurs mélanges ;

(a7) maintenir à la température de réaction jusqu'à stabilisation de la pression ;

(a8) récupération du produit attendu après stripping éventuel (mais préféré).

[0056] Par ailleurs, le procédé peut être mis en œuvre en batch, en semi-continu ou en continu. L'homme du métier saura adapter le procédé de fabrication du composé de formule (I) selon l'invention selon la répartition aléatoire, alterné ou par blocs de l'enchaînement A.

[0057] L'invention a également pour objet l'utilisation d'un catalyseur de type cyanure dimétallique pour réaliser l'alcoxylation du 2-octanol

[0058] La présente invention a également pour objet l'utilisation du composé de formule (I) tel que défini précédemment, en tant que tensioactif non-ionique, agent tensioactif à faible pouvoir moussant, agent de mouillage, agent moussant, hydrotrope, détergent, solvant, solvant réactif, agent de coalescence, compatibilisant, agent émulsifiant, dispersant, intermédiaire chimique, inhibiteur de corrosion, désémulsionnant, plastifiant, séquestrant, inhibiteur de dépôts minéraux, liquide ionique, stabilisant, lubrifiant, additif pour bitumes, additif pour désencrage, agent gélifiant dans les huiles, collecteur de flottation pour les minerais, adjuvant de fabrication dans la manufacture des objets plastiques, agent antistatique, additif pour les revêtements d'engrais, pour la protection des plantes, pour le traitement des textiles et pour la récupération assistée du pétrole, pour la production d'électrodes et d'électrolytes pour batteries.

[0059] La présente invention a en outre pour objet une composition comprenant au moins un composé de formule (I) tel que défini précédemment, et un ou plusieurs solvants aqueux, organiques, hydro-organiques, tels que par exemple eau, alcools, glycols, polyols, huiles minérales, huiles végétales, et autres, seuls ou en mélanges de deux ou plusieurs d'entre eux, en toutes proportions.

[0060] La composition selon l'invention peut également contenir un ou plusieurs additifs et charges bien connus de l'homme du métier, tels que par exemple, et à titre non limitatif, tensio-actifs anioniques, cationiques, amphotères, non-ioniques, modificateurs de rhéologie, dés-émulsionnants, agents anti-dépôt, agents anti-mousse, dispersants, agents de contrôle du pH, colorants, anti-oxydants, conservateurs, inhibiteurs de corrosion, biocides, et autres additifs tels que par exemple produits soufrés, borés azotés, phosphatés, et autres. Les natures et quantités des additifs et charges peuvent varier dans

de grandes proportions selon la nature de l'application envisagée et pourront facilement être adaptées par l'homme du métier.

[0061] L'invention est illustrée par les exemples suivants qui ne sont nullement limitatifs.

5 **EXEMPLES**

[0062] Le 2-octanol (CAS RN 123-96-6) utilisé est le 2-octanol Oleris® de pureté > 99%, commercialisé par Arkema France.

Exemple 1 : Éthoxylation du 2-octanol

10 **[0063]** Dans un autoclave de 4 L, propre et sec, on charge 619 g (4,76 M) de 2-octanol séché à moins de 200 ppm d'eau et 0,06 g (100 ppm) de catalyseur DMC Arcol®. Le réacteur est refermé, purgé à l'azote et l'étanchéité sous pression est vérifiée. On pressurise le réacteur à l'azote sous 0,269 MPa à 20°C.

[0064] Le milieu réactionnel est porté à 120°C sous agitation. À cette température de
15 120°C, on introduit 40 g d'oxyde d'éthylène. Lorsque l'amorçage de la réaction est constaté, on introduit le reste de l'oxyde d'éthylène soit en tout 628 g (14,27 M) sur 60 mn à une température de 140-150°C. En fin d'addition, on maintient la température pendant 30 mn puis on strippe à l'azote l'oxyde d'éthylène résiduel. On refroidit le réacteur à 60°C et on récupère 1240 g de 2-octanol alcoylé comprenant 3 motifs oxyde d'éthylène. L'indice
20 d'hydroxyle (I_{OH}) est de 210 mg de KOH/g et la coloration est de 26 Hz.

Exemple 2 : Éthoxylation du méthylisobutylcarbinol (MIBC)

[0065] Dans un autoclave de 4 L, propre et sec, on charge 441 g (4,32 M) de MIBC séché à moins de 200 ppm d'eau et 0,044 g (100 ppm) de catalyseur DMC Arcol®. Le réacteur est
25 refermé, purgé à l'azote et l'étanchéité sous pression est vérifiée. On pressurise le réacteur à l'azote sous 0,246 MPa à 28°C.

[0066] Le milieu réactionnel est porté à 120°C sous agitation. À cette température de 120°C, on introduit 40 g d'oxyde d'éthylène. Lorsque l'amorçage de la réaction est constaté à 141°C, on introduit le reste de l'oxyde d'éthylène, soit en tout 380 g (8,64 M) sur 40 mn à
30 une température de 140°C-150°C. En fin d'addition, on maintient la température pendant 60 mn, puis on strippe à l'azote l'oxyde d'éthylène résiduel. On refroidit le réacteur à 60°C et on récupère 815 g de méthylisobutylcarbinol alcoylé comprenant 2 motifs oxyde d'éthylène. (I_{OH} : 290 mg de KOH/g et coloration : 3 Hz).

Exemple 3 : Éthoxylation-propoxylation du 2-octanol

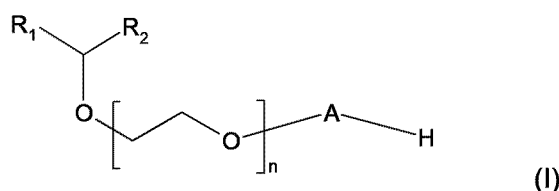
[0067] Dans un autoclave de 10 L, propre et sec, on charge 1034 g (7,95 M) de 2-octanol séché à moins de 200 ppm d'eau et 0,15 g (145 ppm) de catalyseur DMC Arcol®. Le réacteur est refermé, purgé à l'azote et l'étanchéité sous pression est vérifiée. On pressurise le réacteur à l'azote sous 0,12 MPa à 27°C.

[0068] Le milieu réactionnel est porté à 120°C sous agitation. À cette température de 120°C, on introduit 35 g d'oxyde d'éthylène. Lorsque l'amorçage de la réaction est constaté, on introduit le reste de l'oxyde d'éthylène, soit en tout 2098 g (47,68 M) sur 4 heures à une température de 140°C-150°C. En fin d'addition, on maintient la température pendant 30 mn pour consommer l'oxyde d'éthylène résiduel. Un prélèvement analytique du produit intermédiaire indique les caractéristiques suivantes : $I_{OH} = 136$ mg de KOH/g et coloration de 39 Hz.

[0069] On poursuit la réaction en introduisant l'oxyde de propylène, soit en tout 1844 g (31,18 M) sur 3 heures. En fin de réaction, on maintient à 140°C pendant 30 mn pour consommer l'oxyde de propylène résiduel puis on procède à une purge et au dégazage, on récupère 4910 g de 2-octanol-6OE-4OP. $I_{OH} = 86$ mg de KOH/g et coloration de 44 Hz.

[0070] Selon certains aspects, une ou plusieurs des réalisations suivantes sont décrites :

Réalisation 1. Procédé de préparation d'un composé de formule (I) suivante :



dans laquelle :

- le groupe formé par R_1 , R_2 et l'atome de carbone, auquel R_1 et R_2 sont attachés, est choisi parmi le radical 2-octyle et le radical 4-méthyl-2-pentyle,
- n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 1 et 100, et
- A représente un enchaînement d'un ou plusieurs motifs choisis parmi les motifs oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, oxyde de butylène et leurs mélanges ;

comprenant les étapes successives suivantes :

(a) faire réagir un alcool secondaire de formule (II) suivante : $R_1CH(OH)R_2$ (II), dans laquelle R_1 et R_2 et l'atome de carbone auquel R_1 et R_2 sont attachés, sont tels que définis ci-dessus, avec n oxyde(s) d'éthylène, où n est tel que défini précédemment, en présence d'au moins un catalyseur de type cyanure dimétallique ; et

(b) faire réagir le produit issu de l'étape (a) avec un ou plusieurs oxydes choisis parmi l'oxyde d'éthylène, l'oxyde de propylène, l'oxyde de butylène et leurs mélanges, en présence de l'au moins un catalyseur de type cyanure dimétallique.

Réalisation 2. Le procédé selon la réalisation 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 2 et 100.

Réalisation 3. Le procédé selon la réalisation 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 3 et 100.

Réalisation 4. Le procédé selon la réalisation 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 4 et 100.

Réalisation 5. Le procédé selon la réalisation 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 5 et 100.

Réalisation 6. Le procédé selon la réalisation 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 6 et 100.

Réalisation 7. Le procédé selon la réalisation 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 7 et 100.

Réalisation 8. Le procédé selon la réalisation 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 8 et 100.

Réalisation 9. Le procédé selon la réalisation 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 9 et 100.

Réalisation 10. Le procédé selon la réalisation 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 10 et 100.

Réalisation 11. Le procédé selon la réalisation 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 2 à 100.

Réalisation 12. Le procédé selon la réalisation 1, caractérisé en ce que dans
5 l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 3 à 100.

Réalisation 13. Le procédé selon la réalisation 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 4 à 100.

Réalisation 14. Le procédé selon la réalisation 1, caractérisé en ce que dans
10 l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 5 à 100.

Réalisation 15. Le procédé selon la réalisation 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 6 à 100.
15

Réalisation 16. Le procédé selon la réalisation 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 7 à 100.

Réalisation 17. Le procédé selon la réalisation 1, caractérisé en ce que dans
20 l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 8 à 100.

Réalisation 18. Le procédé selon la réalisation 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 9 à 100.

Réalisation 19. Le procédé selon la réalisation 1, caractérisé en ce que dans l'étape
25 (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 10 à 100.

Réalisation 20. Le procédé selon l'une quelconque des réalisations 1 à 19, caractérisé en ce que l'alcool secondaire de formule (II) est le 2-octanol.
30

Réalisation 21. Le procédé selon l'une quelconque des réalisations 1 à 20, caractérisé en ce que le catalyseur de type cyanure dimétallique est le hexacyanocobaltate de zinc.

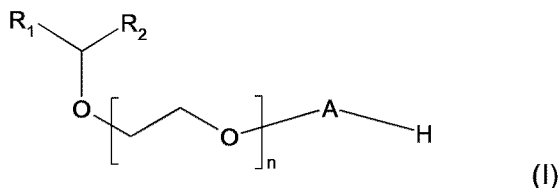
Réalisation 22. Le procédé selon l'une quelconque des réalisations 1 à 21, caractérisé en ce que la teneur en catalyseur de type cyanure dimétallique va de 1 à 1000 ppm par rapport à la teneur en alcool secondaire de formule (II).
35

Réalisation 23. Le procédé selon l'une quelconque des réalisations 1 à 21, caractérisé en ce que la teneur en catalyseur de type cyanure dimétallique va de 2 à 300 ppm par rapport à la teneur en alcool secondaire de formule (II).

- 5 **Réalisation 24.** Le procédé selon l'une quelconque des réalisations 1 à 21, caractérisé en ce que la teneur en catalyseur de type cyanure dimétallique va de 5 à 200 ppm par rapport à la teneur en alcool secondaire de formule (II).

REVENDEICATIONS

1. Procédé de préparation d'un composé de formule (I) suivante :



dans laquelle :

- le groupe formé par R_1 , R_2 et l'atome de carbone, auquel R_1 et R_2 sont attachés, est choisi parmi le radical 2-octyle et le radical 4-méthyl-2-pentyle,
- n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 1 et 100, et
- A représente un enchaînement d'un ou plusieurs motifs choisis parmi les motifs oxyde d'éthylène, oxyde de propylène, oxyde de butylène et leurs mélanges ;

comprenant les étapes successives suivantes :

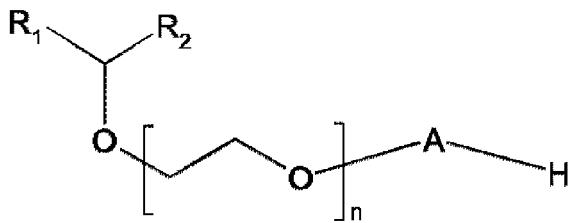
(a) faire réagir un alcool secondaire de formule (II) suivante : $R_1CH(OH)R_2$ (II), dans laquelle R_1 et R_2 et l'atome de carbone auquel R_1 et R_2 sont attachés, sont tels que définis ci-dessus, avec n oxyde(s) d'éthylène, où n est tel que défini précédemment, en présence d'au moins un catalyseur de type cyanure dimétallique ; et

(b) faire réagir le produit issu de l'étape (a) avec un ou plusieurs oxydes choisis parmi l'oxyde d'éthylène, l'oxyde de propylène, l'oxyde de butylène et leurs mélanges, en présence de l'au moins un catalyseur de type cyanure dimétallique.

2. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 2 et 100.
3. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 3 et 100.
4. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 4 et 100.
5. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 5 et 100.

6. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 6 et 100.
7. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 7 et 100.
8. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 8 et 100.
9. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 9 et 100.
10. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre, bornes incluses, 10 et 100.
11. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 2 à 100.
12. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 3 à 100.
13. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 4 à 100.
14. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 5 à 100.
15. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 6 à 100.
16. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 7 à 100.
17. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 8 à 100.

18. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 9 à 100.
19. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans l'étape (a), le ratio molaire oxyde d'éthylène/alcool secondaire de formule (II) va de 10 à 100.
20. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 19, caractérisé en ce que l'alcool secondaire de formule (II) est le 2-octanol.
21. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 20, caractérisé en ce que le catalyseur de type cyanure dimétallique est le hexacyanocobaltate de zinc.
22. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 21, caractérisé en ce que la teneur en catalyseur de type cyanure dimétallique va de 1 à 1000 ppm par rapport à la teneur en alcool secondaire de formule (II).
23. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 21, caractérisé en ce que la teneur en catalyseur de type cyanure dimétallique va de 2 à 300 ppm par rapport à la teneur en alcool secondaire de formule (II).
24. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 21, caractérisé en ce que la teneur en catalyseur de type cyanure dimétallique va de 5 à 200 ppm par rapport à la teneur en alcool secondaire de formule (II).



(I)