



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 366 827**

51 Int. Cl.:  
**C07F 9/09** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **09176233 .6**

96 Fecha de presentación : **18.01.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **2174943**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **14.04.2010**

54 Título: **Preparación de productos de propoxilación que contienen fósforo mediante uso de tricloruro de aluminio.**

30 Prioridad: **02.02.2007 DE 10 2007 005 273**  
**09.02.2007 DE 10 2007 006 494**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**25.10.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**25.10.2011**

73 Titular/es: **LANXESS DEUTSCHLAND GmbH**  
**Pfarrstr. 28**  
**68549, Ilvesheim, DE**

72 Inventor/es: **WeiB, Thomas y**  
**Elbert, Rainer**

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 366 827 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Preparación de productos de propoxilación que contienen fósforo mediante uso de tricloruro de aluminio

5 La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de productos de propoxilación que contienen fósforo con una relación de isómeros ventajosa mediante cloruro de aluminio como catalizador, así como a su uso como aditivo de polímeros, por ejemplo, como agente ignífugo, en poliuretanos.

10 El experto conoce la preparación de productos de alcoxilación que contienen fósforo, especialmente de fosfonatos orgánicos y alquilfosfatos sustituidos con halógenos. Se usan sobre todo ácido fosfórico, ácido fosforoso o trihalogenuro de fósforo, preferiblemente tricloruro de fósforo u oxihalogenuro de fósforo, especialmente oxiclورو de fósforo, y se hace reaccionar con epóxidos como óxido de etileno, óxido de propileno y/o epiclorhidrina. Para elevar la velocidad de reacción frecuentemente se usan catalizadores. El experto conoce muchas variantes de catalizadores que trabajan homogéneamente.

15 En general, los productos alcoxilados obtenidos deben purificarse en varias etapas a diferentes valores de pH. El tratamiento posterior se alcanza la mayoría de las veces mediante un procesamiento acuoso de los productos de reacción brutos, destruyéndose irreversiblemente el catalizador y separándose. Sin embargo, los tratamientos posteriores de este tipo para la destrucción o inactivación del catalizador tienen desventajas. Requieren adicionalmente reactores. Se produce un empeoramiento del rendimiento espacio-tiempo y se producen pérdidas de productos. Las aguas de lavado formadas deben desecharse de manera costosa.

20 Esto se describe, por ejemplo, en el documento DD 125 035, alcanzándose la inactivación o destrucción del catalizador de halogenuro de titanio allí usado mediante la adición de una cantidad estequiométrica de agua o lavados de los productos de alcoxilación que contienen fósforo con agua o álcalis.

25 El uso de diferentes catalizadores en la reacción de oxiclورو de fósforo con óxidos de alquileo superiores como óxido de propileno conduce generalmente a una mezcla de diaestereómeros de fosfatos de tris(cloropropilo) [a continuación llamados TCPP]. A este respecto, el anillo de oxirano en el óxido de propileno se abre con formación de TCPP. La elección del catalizador tiene a este respecto una influencia decisiva en la relación de los isómeros de TCPP (I) a (IV) entre sí (véase más adelante). Además, mediante la elección del catalizador también puede influirse favorablemente en el espectro de productos secundarios como, por ejemplo, cloropropanoles, éteres de TCPP (éteres de TCPP = fosfatos según I-IV con funciones poliéter cloradas en lugar de cloropropilo), 2-metilpentenal, entre otras cosas, de la reacción.

30 En el documento US-A 3 100 220 se da a conocer el uso de tetracloruro de titanio para la preparación de TCPP. A este respecto se obtienen TCPP con una densidad específica de 1,294. No se da a conocer una composición de los isómeros.

35 En el documento DE-A 1 921 504 se da a conocer un procedimiento para la preparación de compuestos de éster de cloroalquilo con fósforo pentavalente. A este respecto se reivindica un procedimiento para la preparación de compuestos de éster de cloroalquilo con fósforo pentavalente usando disoluciones acuosas de tricloruro de titanio en forma de una disolución acuosa clorhídrica al 0,001 % en peso de  $TiCl_3$ . No se da a conocer una composición de isómeros de TCPP.

40 En el documento US-A 2 610 978 se describe el desventajoso uso de tricloruro de aluminio. A este respecto se menciona que existe el riesgo de una reacción incontrolable entre óxido de etileno y oxiclورو de fósforo debido al catalizador que precipita. La concentración de catalizador se dio a conocer entre el 0,3 % y el 1 % con respecto al producto de reacción. Se describió un TCPP obtenido a partir de la catálisis de  $TiCl_4$  con un índice de refracción de  $n_D^{30}$ : 1,4608. No se especificó una distribución de isómeros de TCPP.

45 En el documento EP 0398 095 A2 se da a conocer un procedimiento para la preparación de TCPP usando tetracloruro de titanio. El procedimiento se reivindica a una relación de oxiclورو de fósforo/óxido de propileno de 1:3,09 a 1:3,50 mol/mol a 80-95 °C y concentración de catalizador de 1,7 a  $2,8 \cdot 10^{-3}$  mol/mol de  $POCl_3$ . El procesamiento se refiere a un lavado con agua de tres etapas constituido por lavado ácido, neutro y alcalino, así como posterior secado del producto. No se da a conocer un análisis de productos exacto del TCPP.

50 El objetivo de la presente invención ha consistido ahora en desarrollar un procedimiento para la preparación de productos de alcoxilación que contienen fósforo usando un catalizador que proporcione idealmente una relación de isómeros optimizada con, en la medida de lo posible, pocos componentes secundarios y, por tanto, mejores rendimientos. Un bajo espectro de componentes secundarios como, por ejemplo, el contenido de éteres de TCPP, es de importancia decisiva en cuanto a una evaluación toxicológica ventajosa. Además, el procedimiento deberá tener suficiente con un mínimo de etapas de lavado necesarias y, por tanto, ser conservador con los recursos.

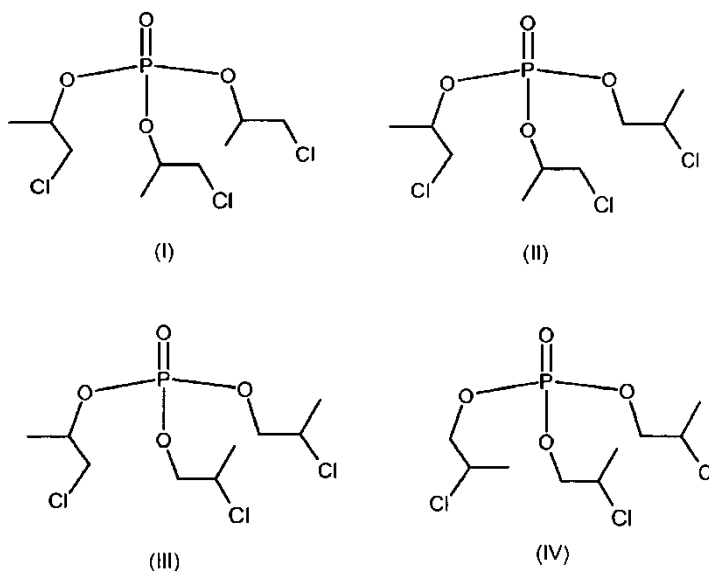
La solución del objetivo y, por tanto, el objeto de la presente invención es un procedimiento para la preparación de productos de propoxilación que contienen fósforo pobres en ácido y con una determinada relación de isómeros mediante reacción de trihalogenuros de fósforo y/u oxihalogenuros de fósforo con óxidos de alquileo, caracterizado porque

- 5 a) inicialmente se hacen reaccionar continuamente los trihalogenuros de fósforo y/u oxihalogenuros de fósforo con tricloruro de aluminio,
- b) el producto de reacción de a) se transfiere discontinua o continuamente a un reactor y allí se hace reaccionar con óxidos de alquileo y finalmente
- 10 c) el producto bruto se conduce después de la eliminación del óxido de alquileo en exceso a un lavado simple con lejía alcalina.

Sorprendentemente, los productos de propoxilación que contienen fósforo preparados mediante cloruro de aluminio como catalizador muestran una relación de isómeros ventajosa en comparación con el estado de la técnica, evitándose en la medida de lo posible la formación de productos secundarios. A este respecto, el evitar reacciones secundarias, por ejemplo la formación de éteres de TCPP, es una ventaja especial con respecto al rendimiento de la reacción cuando se usa tricloruro de aluminio.

15

Es sorprendente que en el caso de la síntesis según la invención de TCPP se obtenga una mezcla de isómeros de los compuestos (I) a (IV)



20 siendo la relación de los isómeros (I)/(II) en la mezcla > 4, preferiblemente 4 a 6. En el uso de cloruro de aluminio, la relación se encuentra en > 4, preferiblemente 4 a 6, y el contenido de éteres de TCPP en el 0,01 al 0,99 %. A este respecto puede influirse sobre la relación de isómeros mediante la temperatura y el contenido de catalizador. En comparación con esto, la relación de los isómeros (I)/(II) en el uso de tetracloruro de titanio se encuentra en < 4 y el contenido de éteres de TCPP en el 1,5 al 2,9 %.

25 En una forma de realización preferida, el procedimiento según la invención se refiere a la síntesis de fosfato de tri(cloropropilo) (TCPP) o de la mezcla de sus isómeros de configuración, concretamente (MeCHClCH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>PO (I), (ClCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)(MeCHClCH<sub>2</sub>O)PO (II), (ClCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OHMeCHClCH<sub>2</sub>O)PO (III), (ClCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>PO (IV).

La relación de los isómeros (I)/(II) en la mezcla de isómeros de TCPP se encuentra preferiblemente en 4 a 6 y la proporción de isómero (I) en el 70 al 90 %. Se prefiere alcanzar especialmente esta relación mediante el uso de tricloruro de aluminio. Todos los datos en % en la presente solicitud significan % en peso.

30

Como productos de partida que contienen fósforo, en el procedimiento según la invención se usan preferiblemente trihalogenuros de fósforo y/u oxihalogenuros de fósforo, especialmente tricloruro de fósforo y/u oxicloruro de fósforo, y se hacen reaccionar por separado o en mezcla entre sí en presencia de tricloruro de aluminio con los óxidos de alquileo. Ejemplos de óxidos de alquileo son óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de estireno, óxido de ciclohexeno, óxido de ciclopenteno, éter de glicidilo, epiclorhidrina, polibutadieno epoxidado, aceites insaturados

35

epoxidados. A este respecto, los óxidos de alquileo también pueden usarse en mezcla entre sí con los trihalogenuros de fósforo y/u oxihalogenuros de fósforo. De esta forma pueden obtenerse productos de alcoxilación que contienen fósforo como, por ejemplo, fosfato de tri(cloropropilo) (TCPP), fosfato de tri(cloroetilo) (TCEP), fosfito de tri(cloropropilo) o fosfito de de tri(cloroetilo).

5 En una forma de realización preferida, en la etapa b) se usa como óxido de alquileo óxido de propileno y/u óxido de etileno.

La realización de la etapa b) y de la etapa c) que dado el caso va a realizarse es conocida para el experto, por ejemplo, de Methoden der Organischen Chemie, Houben-Weyl, tomo 12/2 pág. 336-339.

10 El procedimiento según la invención para la preparación de productos de alcoxilación que contienen fósforo mediante cloruro de aluminio como catalizador puede realizarse tanto continuamente como discontinuamente. Condicionado por la etapa a), el procedimiento se realiza preferiblemente continuamente. Antes de la reacción de trihalogenuro de fósforo y/u oxihalogenuro de fósforo con óxidos de alquileo, el tricloruro de aluminio se pone preferiblemente en contacto con los trihalogenuros de fósforo y/u oxihalogenuros de fósforo en un recipiente de reacción y el producto de reacción formado a este respecto  $\text{POCl}_3\text{AlCl}_3$  (Z. Anorg. Allg. Chem. 1952, 269, 279) se introduce junto con trihalogenuro de fósforo y/u oxihalogenuro de fósforo en exceso al reactor para la reacción con un óxido de alquileo. La temperatura en el proceso de disolución del tricloruro de aluminio en la etapa a) deberá encontrarse en el intervalo de 0 a 200 °C, preferiblemente 10 a 150 °C, con especial preferencia 15 a 100 °C.

20 La velocidad de flujo del trihalogenuro de fósforo y/u oxihalogenuro de fósforo en el catalizador de aluminio depende de la realización de la etapa b), pero deberá encontrarse en 100 l/h a 1000 l/h, especialmente 200 l/h a 500 l/h, para garantizar un modo de operación continuo. Después de finalizar la etapa a), el contenido de tricloruro de aluminio de la disolución de reacción se encuentra en el intervalo de 10 a 10000 ppm, preferiblemente en el intervalo de 1000 a 3000 ppm.

25 Como ya se ha descrito anteriormente, la realización de la etapa b) es conocida para el experto. Ésta se realiza a temperaturas de 0 a 100 °C. Las temperaturas de reacción se encuentran preferiblemente entre 50 y 80 °C. La reacción se realiza sin presión o bajo una ligera sobrepresión de hasta 1 MPa. La mezcla de reacción de la etapa a) se dispone en el recipiente de reacción y se dosifica continuamente el óxido de alquileo. El medio de reacción puede diluirse mediante adición de productos de alcoxilación que contienen fósforo con uno de los correactantes o por separado del mismo. Después de terminar la dosificación de óxido de alquileo le sigue una fase de reacción posterior a temperaturas de 60 a 130 °C y finalmente se eliminan contaminantes fácilmente volátiles mediante una destilación a vacío o un arrastre con nitrógeno a temperaturas de 90 a 150 °C y presiones de hasta < 0,05 MPa. La eliminación de constituyentes fácilmente volátiles se realiza preferiblemente a aproximadamente 130 °C y aproximadamente 40 mbar (4 kPa).

35 Otras ventajas del procedimiento según la invención basado en cloruro de aluminio como catalizador se encuentran en la facilidad de separar el catalizador de los productos de reacción. A este respecto se hace uso de la propiedad que los iones aluminio ( $\text{Al}^{3+}$ ) en lavados alcalinos son solubles en forma de complejos de aluminio solubles, por ejemplo,  $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ . Por el contrario, en el caso de otros catalizadores - generalmente sales metálicas no anfóteras, como las de titanio (III) o titanio (IV) - inicialmente deben efectuarse lavados ácidos para convertir los iones metálicos no anfóteros en una forma soluble en agua. A continuación, en un lavado neutro y un lavado alcalino se neutralizan de nuevo constituyentes ácidos como ácidos residuales, especialmente ácido bis(cloropropil)fosfórico, para obtener un producto final libre de ácido. A diferencia de esto, mediante el uso de tricloruro de aluminio se logra realizar la sal metálica y la neutralización en una etapa. Por tanto, de forma considerada con los recursos puede renunciarse a un costoso lavado de varias etapas. Al mismo tiempo se obtienen productos más puros y aguas residuales menos cargadas.

45 Pero la presente invención también se refiere a productos de propoxilación que contienen fósforo pobres en ácido con una relación de isómeros determinada que pueden obtenerse mediante reacción de trihalogenuros de fósforo y/u oxihalogenuros de fósforo con óxidos de alquileo, caracterizado porque

a) inicialmente se hacen reaccionar continuamente los trihalogenuros de fósforo y/u oxihalogenuros de fósforo con tricloruro de aluminio,

50 b) el producto de reacción de a) se transfiere discontinua o continuamente a un reactor y allí se hace reaccionar con óxidos de alquileo y finalmente

c) el producto bruto se conduce después de la eliminación del óxido de alquileo en exceso a un lavado simple con lejía alcalina.

Finalmente, la presente invención se refiere al uso de cloruro de aluminio para la preparación de productos de

propoxilación que contienen fósforo, pobres en ácido y con una determinada relación de isómeros, caracterizado porque

- a) inicialmente se hacen reaccionar continuamente los trihalogenuros de fósforo y/u oxihalogenuros de fósforo con tricloruro de aluminio,
- 5 b) el producto de reacción de a) se transfiere discontinua o continuamente a un reactor y allí se hace reaccionar con óxidos de alquileo y finalmente
- c) el producto bruto se conduce después de la eliminación del óxido de alquileo en exceso a un lavado simple con lejía alcalina.

### **Ejemplos**

#### 10 **Ejemplo 1:** Síntesis de fosfato de tris(cloropropilo) (TCPP)

En el reactor cargado con fosfato de tris(cloropropilo) (Figura 2) se dosificaron continuamente óxido de propileno (52,5 ml/h) y tricloruro de aluminio disuelto en oxiclorigenuro de fósforo (21,6 ml/h). La reacción se realizó con una velocidad de recirculación de 1638 ml/h. A este respecto, la concentración de catalizador se varió como la temperatura de reacción. Después de un período de 6 h se sacaron muestras del fosfato de tris(cloropropilo) descargado y la composición del producto se analizó por cromatografía de gases. La Tabla 1 muestra la dependencia de la conversión de la reacción medida como óxido de propileno residual (% de CG) y la dependencia de la composición de isómeros de la concentración de catalizador y de la temperatura de reacción. La representación gráfica de la conversión de propileno de la Tabla 1 puede deducirse de la Figura 1.

**Tabla 1:**

Temperatura [°C]	% en peso de AlCl <sub>3</sub> en POCl <sub>3</sub>	% de CG de óxido de propileno residual	(I)*	(II)*	Relación (I)/(II)	(III)*	(IV)*	Éteres de TCPP*
55	0,15	13,1	81,0	17,6	4,58	1,2	0,02	0,18
65	0,15	3,6	82,0	16,6	4,95	1,2	0,03	0,16
75	0,15	2,3	80,5	17,9	4,50	1,4	0,03	0,16
65	0,30	0,1	81,8	16,8	4,85	1,3	0,03	0,09
65	0,60	2,4	80,6	17,6	4,57	1,4	0,04	0,36
25	0,10	5,4	83,2	15,7	5,30	1,0	0,00	0,12
35	0,10	4,8	84,2	14,9	5,66	0,9	0,00	0,00
45	0,10	4,4	83,2	15,8	5,27	0,9	0,00	0,12
55	0,10	3,7	82,0	16,7	4,92	1,2	0,00	0,12
65	0,10	2,2	80,9	17,7	4,56	1,3	0,00	0,11
75	0,10	2,9	79,5	18,9	4,21	1,5	0,00	0,11
85	0,10	6,4	76,1	21,5	3,54	2,0	0,12	0,24
95	0,10	6,8	71,2	24,9	2,86	2,9	0,15	0,74
50	0,30	9,0	81,8	16,5	4,94	1,2	0,03	0,44
50	0,50	9,3	80,7	17,3	4,65	1,4	0,04	0,59
80	0,30	7,4	79,4	18,4	4,32	1,6	0,04	0,61
80	0,50	6,1	78,2	19,0	4,08	1,7	0,05	0,99

\* proporciones relativas, normalizadas sin óxido de propileno.

**Ejemplo 2** Síntesis de fosfato de tris(cloropropilo) (TCPP)

5 En el reactor cargado con fosfato de tris(cloropropilo) (Figura 2) se dosificaron continuamente óxido de propileno (52,5 ml/h) y el catalizador tetracloruro de titanio o cloruro de aluminio disuelto en oxiclорuro de fósforo (21,6 ml/h). La reacción se realizó con una velocidad de recirculación de 1638 ml/h en el reactor 1. A este respecto, la concentración de catalizador se varió como la temperatura de reacción. Después de 6 h se extrajo respectivamente una muestra de 250 ml de fosfato de tris(cloropropilo). Después de eliminar los constituyentes volátiles a vacío en rotavapor (80 °C, 15 mbar (1,5 kPa), 0,5 h), la composición del producto se analizó por cromatografía de gases (CG) (Tabla 2).

10 A continuación, los productos se purificaron en un lavado con agua de tres etapas. Para esto, la muestra se mezcló con 250 ml de HCl 5 molar en la relación vol/vol 1:1 a 90 °C. Después de la separación de las fases, la fase orgánica se lavó con agua, solución de sosa cáustica 0,2 m y de nuevo con agua respectivamente en la relación vol/vol 1:1 a 90 °C. Después de la separación de las fases, los productos se secaron en rotavapor 2 h a 80 °C y 15 mbar (1,5 kPa) y se analizaron por cromatografía de gases, además de registrarse sus parámetros físicos (Tabla 3).

Tabla 2:

Temp. [°C]	AlCl <sub>3</sub> [% en moles] en POCl <sub>3</sub>	TiCl <sub>4</sub> [% en moles] en POCl <sub>3</sub>	Óxido de propileno	(I)	(II)	(III)	(IV)	Relación (I)/(II)	Éteres de TCPP	2-Metil-pental
55	0,52	-	0,1	81,0	16,7	1,3	0,04	4,9	0,3	0,07
50	0,52	-	0,0	81,5	16,4	1,2	0,03	5,0	0,2	0,05
40	0,52	-	0,1	82,1	15,7	1,1	0,03	5,2	0,2	0,06
55	0,34	-	0,1	81,5	16,2	1,2	0,03	5,0	0,1	0,06
55	0,11	-	0,1	82,5	15,9	1,1	0,02	5,2	0,1	0,02
65	0,11	-	0,0	78,0	18,3	1,6	0,05	4,3	0,4	0,04
65	-	0,52	0,1	69,7	23,0	2,8	0,13	3,0	2,3	0,15
50	-	0,52	0,1	73,0	21,3	2,3	0,09	3,4	1,9	0,07
40	-	0,52	0,1	73,7	20,3	2,0	0,06	3,6	1,5	0,07
65	-	0,34	0,1	68,0	22,6	2,9	0,13	3,0	2,6	0,17
65	-	0,11	0,1	57,0	21,6	2,8	0,15	2,6	2,9	0,05

**Tabla 3:** Condiciones de reacción a 65 °C, 0,34 % en moles de catalizador en POCl<sub>3</sub>.

Espectro de productos CG [%]	Antes del lavado		Después del lavado	
	Ejemplo comparativo: TiCl <sub>4</sub>	AlCl <sub>3</sub>	Ejemplo comparativo: TiCl <sub>4</sub>	AlCl <sub>3</sub>
Óxido de propileno	0,1	0,09	<0,01	0
2-Cloropropanol	0,6	0,26	<0,01	0
1,2-Dicloropropano	0,1	0,02		0
2-Metil-2-pental	0,2	0,08	0,1	0,04
OP(Oiso) <sub>3</sub> (I)	65,3	78,82	66,5	79,15
OP(Oiso) <sub>2</sub> (ON) (II)	26,3	18,52	26,1	18,68
OP(Oiso)(ON) <sub>2</sub> (III)	4,0	1,57	3,9	1,59
OP(ON) <sub>3</sub> (IV)	0,2	0,05	0,3	0,05
Éteres de TCPP	2,4	0,29	2,9	0,31
Resto	0,9	0,4		
Índice de acidez	mg de KOH/g		0,01	0,005
Índice de color de Hazen			20	15
Agua	%		0,05	0,04
Densidad a 20 °C	g/cm <sup>3</sup>		1,288	1,2914
Índice de refracción			1,464	1,4647
Viscosidad	mPas·s		~90	91
Conductividad	μS		1	0,6

**Ejemplo 3**Lavados de TCPP

- 5 Se repitió el Ejemplo 2 (condiciones de reacción a 65 °C, 0,34 % en moles de catalizador en POCl<sub>3</sub>) y el TCPP bruto de la catálisis con tricloruro de aluminio o tetracloruro de titanio se sometió a diferencia del Ejemplo 2 a un lavado de una etapa con NaOH 0,2 n a 90 °C. Para esto se mezclaron respectivamente 250 ml de TCPP bruto con el mismo volumen de NaOH 0,2 n. Después de la separación de las fases, las fases orgánicas se secaron en rotavapor 2 h a 80 °C y 15 mbar (1,5 kPa) y se analizaron por cromatografía de gases (Tabla 4).
- 10 El procesamiento de TCPP de la catálisis con titanio condujo a la formación de constituyentes insolubles en la fase acuosa (Figura 3, derecha). Por el contrario, para el TCPP catalizado con tricloruro de aluminio se obtuvo una fase acuosa transparente fácilmente separable (Figura 3, izquierda). Una caracterización de la fase acuosa se especifica en la Tabla 5.



**Tabla 4:**

Espectro de productos CG [%]	Después del lavado	
	Ejemplo comparativo: TiCl <sub>4</sub> -TCPP*	AlCl <sub>3</sub> -TCPP*
Óxido de propileno	0,00	0,00
2-Cloropropanol	0,01	0,00
1,2-Dicloropropano	0,00	0,00
2-Metil-2-pental	0,03	0,00
OP(OIso) <sub>3</sub> (I)	67,31	79,10
OP(OIso) <sub>2</sub> (ON) (II)	26,09	18,66
OP(OIso)(ON) <sub>2</sub> (III)	3,75	1,59
OP(ON) <sub>3</sub> (IV)	0,19	0,05
Éteres de TCPP	2,50	0,31
Resto	0,11	0,30
Contenido de metal [ppm]**	< 1	2

\*Valores promedio de respectivamente dos experimentos; \*\* Límite de detección: 1 ppm

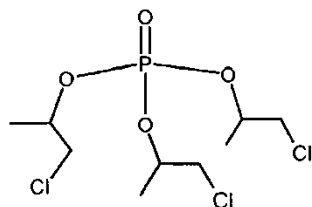
**Tabla 5:**

Datos analíticos para la fase acuosa [ppm]	Después del lavado	
	Ejemplo comparativo: TiCl <sub>4</sub> -TCPP*	AlCl <sub>3</sub> -TCPP*
Cloruro (Cl <sup>-</sup> )	3860	1335
Carbono orgánico (homogeneizado)**	3910	2170
AOX (halógenos orgánicos adsorbibles)**	1650	1400

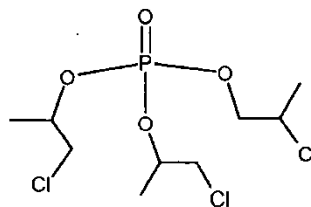
\*Valores promedio de respectivamente dos experimentos; \*\* Límite de detección: 10 ppm

## REIVINDICACIONES

1.- Uso de cloruro de aluminio para la preparación de productos de propoxilación que contienen fósforo, pobres en ácido y con una determinada relación de isómeros, caracterizado porque se obtiene una mezcla de productos con los isómeros (I) a (IV) a partir de la reacción de oxiclorigenuro de fósforo con óxido de propileno

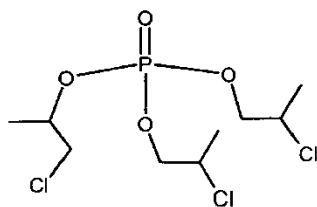


(I)

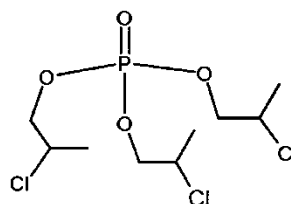


(II)

5



(III)



(IV)

siendo la relación de los isómeros (I)/(II) en la mezcla > 4 y ascendiendo la proporción de isómero (I) en la mezcla de isómeros de TCPP a al menos el 70 %.

10

2.- Uso según la reivindicación 1, caracterizado porque se obtienen productos de propoxilación que contienen fósforo, pobres en ácido y con la relación de isómeros determinada

a) haciendo reaccionar inicialmente de manera continua los trihalogenuros de fósforo y/u oxihalogenuros de fósforo con tricloruro de aluminio,

b) transfiriendo el producto de reacción de a) discontinua o continuamente a un reactor y haciéndolo reaccionar allí con óxidos de alquileo y finalmente

15

c) conduciendo el producto bruto después de la eliminación del óxido de alquileo en exceso a un lavado simple con lejía alcalina.

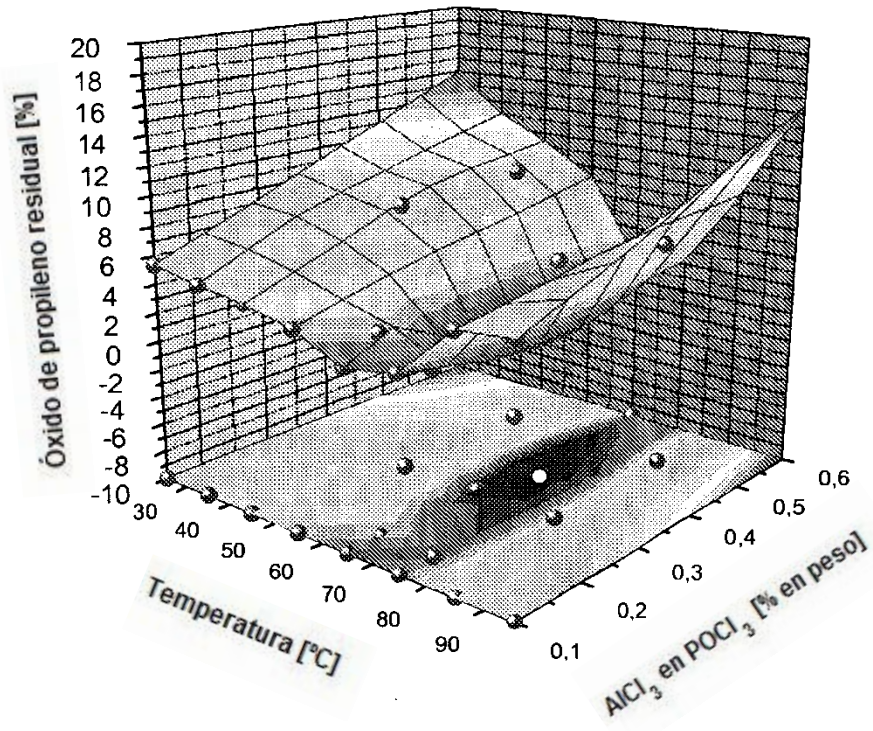


Figura 1

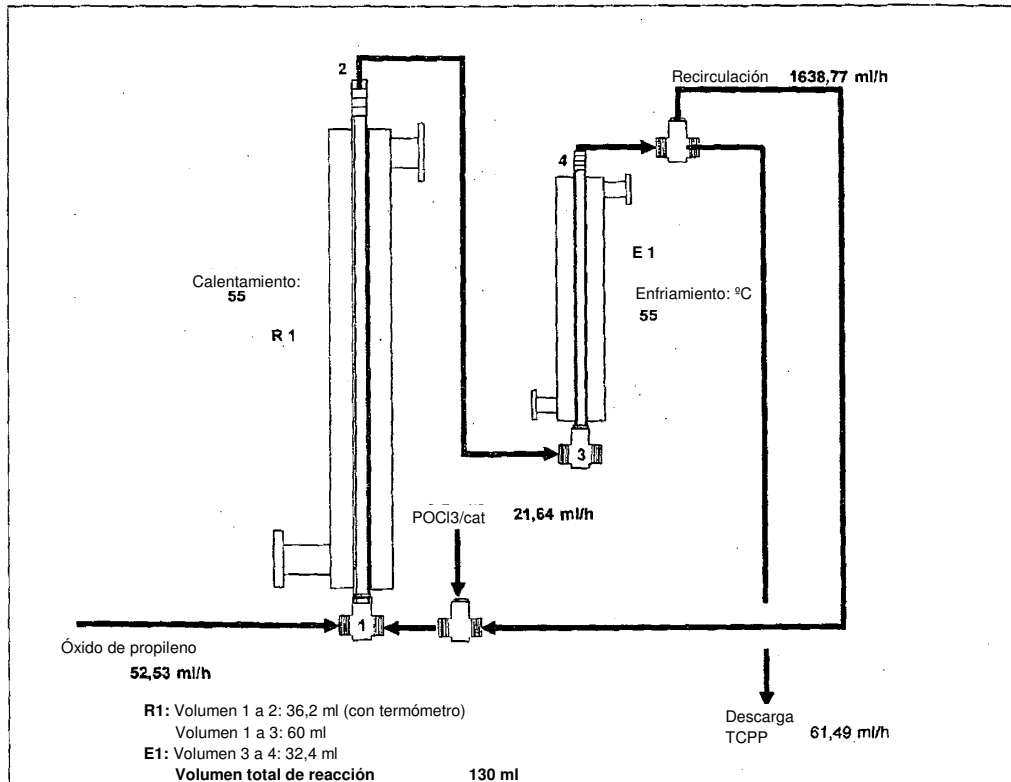
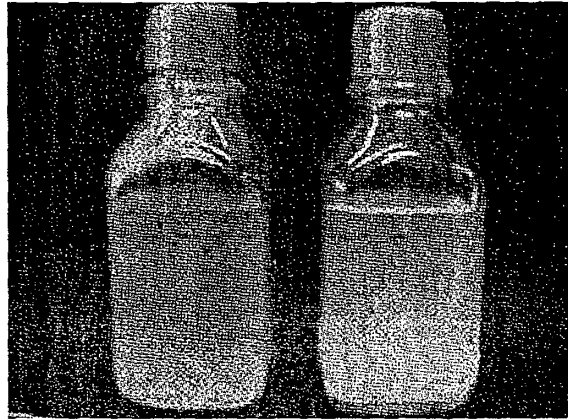


Figura 2



**Figura 3**