

OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



①Número de publicación: 2 384 682

51 Int. Cl.: B01J 19/18 B01D 1/22

(2006.01) (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96) Número de solicitud europea: 09779567 .8
- 96 Fecha de presentación: 28.05.2009
- Número de publicación de la solicitud: 2313191
 Fecha de publicación de la solicitud: 27.04.2011
- 54 Título: Método para retirar agua de una mezcla
- 30 Prioridad: 08.07.2008 EP 08104669

73 Titular/es:

Construction Research & Technology GmbH Dr.-Albert-Frank-Strasse 32 83308 Trostberg, DE

- 45 Fecha de publicación de la mención BOPI: 10.07.2012
- 72 Inventor/es:

KLAPDOHR, Simone; WALTHER, Burkhard; MACK, Helmut; CAI, Zhizhong; MARC, Laurent; MEZGER, Jochen; AUSTERMANN, Tobias y FLAKUS, Silke

- 45 Fecha de la publicación del folleto de la patente: 10.07.2012
- (74) Agente/Representante:

Carvajal y Urquijo, Isabel

ES 2 384 682 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

Método para retirar agua de una mezcla

La presente invención se refiere a un método para retirar agua de una mezcla que contiene al menos un compuesto con al menos un grupo que es reactivo frente a isocianato y agua.

- 5 En el estado de la técnica se conoce una gran cantidad de métodos para retirar agua de mezclas. El contenido de agua de compuestos orgánicos es de importancia decisiva para innumerables reacciones químicas, en cuyo caso la presencia de agua con frecuencia conduce a un consumo superior de materias primas, a productos secundarios indeseados o, por ejemplo, en determinados proceso catalíticos, a un completo bloqueo de la reacción deseada. De esta manera, por ejemplo, al producir poliuretano o poliurea, el contenido de agua de las materias primas 10 desempeña un papel importante ya que el aqua reacciona con los compuestos de isocianato empleados. Esto conduce a productos secundarios indeseados que influyen desventajosamente en las propiedades del producto. En este caso, el agua se introduce a la reacción ante todo a través del componente de polialcohol o de poliamina. Por esto, en la práctica industrial, al producir poliuretano o poliurea, es habitual emplear un exceso de isocianato correspondiente al contenido de agua. Sin embargo, para remover el agua del componente polialcohol o poliamina 15 también puede emplearse, por ejemplo, una destilación azeotrópica según el estado de la técnica. Esto tiene las ventajas conocidas generalmente, tales como tiempos largos de carga y descarga, mala transferencia de calor y de masa, calidad variable de los productos, residuos de aditivos, etc. además, el componente de polialcohol o de poliamina se expone a una carga térmica larga la cual, dependiendo del sustrato usado, puede conducir a productos secundarios indeseados y de esta manera puede afectar negativamente la calidad de la poliurea o del poliuretano.
- 20 El problema a resolver en la presente invención era proporcionar un método procesalmente flexible y económico para retirar agua de mezclas que contienen al menos un compuesto con al menos un grupo reactivo frente al isocianato y agua. El método debía ser realizable de manera sencilla y garantizar una calidad de producto reproducible.
- La solución a este problema es un método para retirar agua de una mezcla preferiblemente líquida que contiene al menos un compuesto preferiblemente orgánico con al menos uno, preferiblemente al menos dos grupos reactivos frente a isocianato, y agua, en cuyo caso la mezcla se aplica a la superficie de un cuerpo rotante A, en cuyo caso la mezcla fluye sobre la superficie del cuerpo rotante A hacia una zona externa de la superficie del cuerpo rotante A y en tal caso el agua se evapora de la mezcla.
- El cuerpo rotante A puede estar diseñado en forma de disco, de jarro, de anillo o de cono, en cuyo caso se considera preferible un disco rotante horizontal o uno que se desvía hasta en 45°C [sic]. El cuerpo A tiene normalmente un diámetro de 0,10 m a 3,0 m, preferible 0,20 m a 2,0 m y particularmente preferible de 0,20 m a 1,0 m. La superficie puede ser lisa o puede ser, por ejemplo, rizada o tener moldeamientos en forma de espiral, las cuales ejercen influencia en el mezclado y el tiempo de residencia de la mezcla de reacción. De manera conveniente el cuerpo A está incorporado a un contenedor estable respecto de las condiciones del método de la invención.
- La velocidad de rotación del cuerpo A, así como la rata de dosificación de la mezcla, son variables. La velocidad de rotación en revoluciones por minuto es usualmente de 1 a 20000, preferible de 100 a 5000 y particularmente preferible de 200 a 2000. El volumen de la mezcla de reacción que se encuentra por unidad de área de la superficie sobre el cuerpo rotante A es normalmente de 0,03 a 40 mL/dm², preferible de 0,1 a 10 mL/dm², particularmente preferible de 1,0 a 5,0 mL/dm². El tiempo de residencia promedio (promedio de frecuencia del espectro del tiempo de residencia) de la mezcla depende, entre otras cosas, del tipo de compuesto y de la cantidad contenida de agua, de la temperatura de la superficie así como de la velocidad de rotación del cuerpo rotante A y normalmente está entre 0,01 y 60 segundos, particularmente preferible entre 0,1 y 10 segundos, principalmente 1 a 7 segundos y esto se considera como extremadamente corto. Esto garantiza que el alcance de las posibles reacciones de descomposición y la formación de productos indeseados se reduce en gran medida y por lo tanto la calidad de los sustratos permanece.

En una forma preferida de realización de la invención, la remoción del agua se realiza por medio de un aparato que tiene

a) un cuerpo A rotante alrededor de un eje de rotación dispuesto preferiblemente en el centro

У

50 β) un sistema de dosificación.

En una forma más de realización, el aparato puede tener un dispositivo para sofocar. El dispositivo para sofocar se encuentra preferiblemente como al menos una pared refrigerante que circunda el disco rotante, con la cual se

ES 2 384 682 T3

encuentra la mezcla después de abandonar la superficie. En esta forma de realización, el método de la invención garantiza que la mezcla, de la cual debe retirarse el agua, puede calentarse fuertemente en muy poco tiempo por el cuerpo A, en cuyo caso se impiden reacciones secundarias indeseadas, producidas térmicamente sofocando a continuación. El enfriamiento abrupto se efectúa por medio del dispositivo para sofocar durante máximo cinco segundos, preferiblemente durante solo un segundo.

Para retirar efectivamente el agua también puede ser conveniente conducir la mezcla reiteradamente por la superficie del cuerpo A rotante. En otra modalidad de la invención la superficie se extiende a otros cuerpos rotantes de tal modo que la mezcla pasa desde la superficie del cuerpo rotante A a la superficie de al menos otro cuerpo rotante. Los otros cuerpos rotantes se proporcionan de manera conveniente en correspondencia con el cuerpo A. De manera típica, el cuerpo A alimenta entonces los otros cuerpos con la mezcla de reacción. La mezcla de reacción abandona este al menos otro cuerpo y luego puede enfriarse abruptamente por demanda mediante el dispositivo para sofocar.

10

15

20

25

30

45

50

Se considera preferible que la mezcla esté presente sobre la superficie del cuerpo rotante A en forma de una película que tiene un grosor promedio entre 0,1 μ m y 6,0 mm, preferible entre 60 y 1000 μ m y principalmente 100 y 500 μ m.

La temperatura del cuerpo rotante A, principalmente de la superficie enfrentada a la mezcla, puede variar en rangos amplios y depende tanto de las sustancias empleadas, del tiempo de residencia sobre el cuerpo A, como también de la presión. Han demostrado ser ventajosas temperaturas entre 5 y 300 °C, particularmente preferibles e ntre 25 y 240 °C, principalmente entre 150 y 230 °C. La mezcla ap licada al cuerpo A y/o el cuerpo rotante A pueden calentarse, por ejemplo, eléctricamente, con un líquido de transferencia de calor, con vapor, con un láser, con radiación de microondas o por medio de radiación infra-roja.

El método de la invención puede realizarse a presión normal o ligera sobre-presión y en una atmósfera de gas protector seco. Sin embargo, puede ser ventajoso generar un vacío, en cuyo caso han demostrado ser ventajosas presiones en total entre 0,01 mbar y 1100 mbar, particularmente preferible entre 1 mbar y 500 mbar, principalmente entre 10 mbar y 400 mbar. Una modalidad preferida prevé además que el agua evaporada se saque con un gas o con aire seco, principalmente un gas inerte.

Además, ha demostrado ser ventajoso condensar el agua evaporada en un cuerpo con una temperatura entre -196 °C y 100 °C, particularmente preferible entre -78 y 80 °C, principalmente entre -20 y 30 °C. A este res pecto, una modalidad preferida prevé que el cuerpo rotante A esté rodeado de al menos una superficie en la puede condensarse el agua, en cuyo caso se prefiere que la superficie tenga una tendencia a que el agua condensada se retire por gravitación a lo largo de la superficie desde el cuerpo rotante A.

Sin embargo también puede ser conveniente calentar las superficies que rodean al cuerpo A a fin de evitar una condensación de agua. El vapor de agua puede retirarse en esta modalidad mediante un vacío o de una corriente de gas inerte.

El contenido de agua de las mezclas empleadas no es crítico. El método de la invención es adecuado principalmente cuando el contenido de agua en la mezcla inmediatamente antes de cargarla sobre la superficie del cuerpo rotante A está entre 0,001 y 5 % en peso, particularmente preferible entre 0,005 y 1 % en peso, principalmente entre 0,01 y 0,5 % en peso, respecto del peso total de la mezcla. En este caso se considera preferible que el contenido de agua en la mezcla después de retirar el agua por evaporación sobre la superficie del cuerpo rotante A esté entre 0,0001 y 1 % en peso, particularmente preferible entre 0,001 y 0,2 % en peso, principalmente entre 0,002 y 0,1 % en peso, respecto del peso total de la mezcla

El contenido del compuesto con al menos un grupo reactivo frente al isocianato en la mezcla se presenta en general inmediatamente antes de cargar sobre la superficie del cuerpo rotante A entre 30 y 99,999 % en peso, particularmente preferible entre 70 y 99,995 % en peso, principalmente entre 95 y 99,99 % en peso, respecto del peso total de la mezcla.

Como compuesto con al menos un grupo reactivo frente al isocianato en el sentido de la presente invención son adecuados principalmente alcoholes y aminas, particularmente preferibles polioles y/o poliaminas. Estos contienen de uno a 10, preferible de dos a 10 y particularmente preferible dos o tres grupos hidroxilo y/o grupos amino y poseen un peso molecular promedio en número entre 32 y 20000, particularmente preferible entre 90 y 18000 g/mol. Como polioles son adecuados, preferiblemente, los compuestos de polihidroxilo que son líquidos a 25 $^{\circ}$ C, sólidos amorfos vidriosos o cristalinos. En este caso se considera preferible que los compuestos de polihidroxilo que no son líquidos a 25 $^{\circ}$ C se licúen antes de aplicar al disco, principalmente mediante fusión.

Como ejemplos típicos podrían mencionarse polipropilenglicoles bifuncionales. También pueden emplearse preferiblemente copolímeros aleatorios que tienen grupos hidroxilo y/o copolímeros en bloques de óxido de etileno y

de óxido de propileno. Polieterpolioles adecuados son conocidos per se en la química de los poliuretanos, tales como los polioles, preparados usando moléculas iniciadoras, de óxido de estireno, óxido de propileno, óxido de butileno, tetrahidrofurano o epiclorohidrina. Concretamente también son adecuados principalmente poli(oxitetrametilen)glicol (poli-THF), 1,2-polibutilenglicol, o sus mezclas. Principalmente son adecuados poli(óxido de propileno) y poli(óxido de etileno) y sus mezclas. Sin embargo también pueden emplearse poliéteres alquilados como, por ejemplo, metilpolietilenglicol (MPEG). Otro tipo de copolímero que puede emplearse como componente de poliol, el cual tiene grupos hidroxilo ubicados en los extremos, está de acuerdo con la fórmula general (preparable, por ejemplo, mediante "Controlled" High-Speed Anionic Polimerization de acuerdo con Macromolecules 2004, 37, 4038-4043):

$$CH_2$$
 CH_2
 CH_2
 CH_2
 CH_2
 CH_2
 CH_2
 CH_2

En la cual R es igual o diferente y se representa preferiblemente por OMe, OiPr, Cl o Br.

10

15

20

25

30

35

40

Como componente de poliol son adecuados también, principalmente, los poliesterdioles o polioles líquidos a 25°C, amorfos vidriosos o cristalinos, los cuales pueden prepararse mediante condensación de ácidos di- o tricarboxílicos como ácido adípico, ácido sebácico, ácido glutárico, ácido azelaico, ácido subérico, ácido undecanoico, ácido dodecandioico, ácido 3,3-dimetilglutárico, ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido hexahidroftálico y/o ácido graso dimérico, con dioles, trioles o polioles de bajo peso molecular, como etilenglicol, propilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, dipropilenglicol, 1,4-butandiol, 1,6-hexandiol, 1,8-octandiol, 1,10-decandiol, 1,12-dodecandiol, alcohol dimérico graso, glicerina, pentaeritritol y/ o trimetilolpropano.

Otro grupo adecuado de los polioles son los poliésteres, por ejemplo a base de caprolactona, que también se denominan "policaprolactonas". Otros polioles que pueden emplearse con policarbonato-polioles y dimerdioles así como polioles a base de aceites vegetales y sus derivados como aceite de ricino y sus derivados o aceite de soja epoxidado. Además, se toman en consideración policarbonatos que tienen grupos hidroxilo que pueden obtenerse mediante reacción de derivados de ácido carbónico, por ejemplo carbonato de difenilo, carbonato de dimetilo o fosgeno, con dioles. Particularmente son adecuados, por ejemplo, etilenglicol, 1,2- y 1,3-propandiol, 1,3- y 1,4-butandiol, 1,6-hexandiol, 1,8-octandiol, neopentilglicol, 1,4-bishidroximetilciclohexano, 2-metil-1,3-propandiol, 2,2,4-trimetilpentandiol, 1,3-dipropilenglicol, polipropilenglicoles, dibutilenglicol, polibutilenglicoles, bisfenol A, tetrabromobisfenol A, glicerina, trimetilolpropano, 1,2,6-hexantriol, 1,2,4-butantriol, trimetilolpropano, pentaeritritol, quinitol, manitol, sorbitol, metilglicósido y 1,3,4,6-dianhidrohexita. También los polibutadienos hidroxi-funcionales, los cuales pueden comprarse bajo el nombre comercial "Poli-bd®", entre otros, pueden emplearse como polioles al igual que sus análogos hidrogenados. También se toman en consideración polisulfuros hidroxi-funcionales, los cuales se venden bajo el nombre comercial "Tiokol® NPS-282", así como polisiloxanos hidroxi-funcionales.

Como poliaminas que se pueden emplear de acuerdo con la invención son adecuadas principalmente hidrazina, hidrato de hidrazina e hidrazinas sustituidas, tales como N-metilhidrazina, N,N'-dimetilhidrazina, hidrazidas ácidas, ácido adípico, ácido metiladípico, ácido sebácico, ácido hidracrílico, ácido tereftálico, semicarbacidoalquilen-hidrazidas, como hidrazida de ácido 13-semicarbazidopropiónico, ésteres de semicarbazidoalquilencarbazina, tales como, por ejemplo, éster de 2-semicarbazidoetil-carbazina y/ o compuestos de aminosemicarbazida, como carbonato de 13-aminoetilsemicarbazida.

Poliaminas, por ejemplo aquellas que se venden bajo el nombre comercial Jeffamine® (son polieterpoliaminas), también son adecuadas. Como polioles y/o poliaminas también se toman en consideración las especies conocidas como los llamados extensores de cadena, los cuales reaccionan con grupos de isocianato que se encuentran en exceso durante la preparación de poliuretanos y poliureas, normalmente tienen un peso molecular (Mn) por debajo de 400 y con frecuencia se presentan en forma de polioles, aminopolioles o poliaminas alifáticas, cicloalifáticas o aralifáticas.

Para retirar agua, los extensores de cadena adecuados son, por ejemplo:

- Alcanodioles, como etanodiol, 1,2- y 1,3-propanodiol, 1,4- y 2,3-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,3-dimetilpropanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentilglicol, ciclohexanodimetanol, 2-metil-1,3-propanodiol,
 - Eterdioles como dietilendiglicol, trietilenglicol o hidroquinonadihidroxietiléter
 - Éster de ácido hidroxibutilhidroxicaproico, éster de ácido hidroxihexilhidroxibutírico, éster hidroxietílico de ácido adípico y éster bishidroxietílico de ácido tereftálico

у

- Poliaminas como etilendiamina, 1,2- y 1,3-diaminopropano, 1,4-diaminobutano, 1,6-diaminohexano, mezcla isomérica de 2,2,4- y 2,4,4-trimetilhexametilendiamina, 2-metil-pentametilendiamina, dietilentriamina, 1,3- y 1,4-xililendiamina y 4,4-diaminodiciclohexilmetano.
- Finalmente debe mencionarse que los polioles y/o poliaminas pueden contener enlaces dobles que pueden resultar de ácidos carboxílicos o alcoholes grasos, alifáticos y de cadena larga. Una funcionalización con enlaces dobles olefínicos también es posible, por ejemplo, mediante incorporación de grupos vinílicos o alílicos. Estos pueden provenir, por ejemplo, de ácidos insaturados como anhídrido de ácido maleico, ácido acrílico o ácido metacrílico, así como de sus respectivos ésteres.
- En este contexto se ha mostrado como particularmente sorprendente que el método de la invención también es adecuado de una manera sobresaliente para retirar agua de líquidos altamente viscosos, en cuyo caso pueden retirarse efectivamente las cantidades más pequeñas de agua. Además de la viscosidad, las propiedades químicas las mezclas a secarse también desempeñan un papel importante. Principalmente los polioles y las poliaminas pueden secarse según métodos conocidos del estado de la técnica solo con medidas complicadas. El método según la presente invención también proporciona resultados sobresalientes para estas clases de sustancias. Además, el método de la invención puede realizarse con un gasto en aparatos muy bajo, en cuyo caso se hacen posibles caudales de sustancias relativamente altas. De esta manera, el método reivindicado también proporciona una alternativa muy favorable en costes a los procesos ya conocidos para la conversión a nivel industrial.
- Los productos del proceso obtenidos de acuerdo con el método de la invención también son adecuados de manera particular para reacciones en la que un contenido de agua bajo desempeña un papel importante. Por ejemplo, los polioles y/o poliaminas obtenidos de acuerdo con el método de la invención pueden emplearse ventajosamente para la preparación de poliuretanos y poliureas. Una forma particular de realización de la presente invención prevé por eso emplear los polioles y/o las poliaminas, después de evaporar el agua, para la reacción con isocianato, por ejemplo diisocianato, en cuyo caso la reacción se realiza en un reactor que tiene
- 25 α) un cuerpo B caliente, rotando alrededor de un eje de rotación,
 - β) un sistema de dosificación y
 - y) un dispositivo para sofocar,

en cuyo caso

40

- a) el poliol y/o la poliamina y el isocianato se aplican individualmente y/o como una mezcla, opcionalmente con otros componentes, con la ayuda de un sistema de dosificación, a la superficie del cuerpo rotante caliente B de modo que una película que contiene poliol y/o poliamina e isocianato fluye por la superficie del cuerpo rotante caliente B hacia una zona externa de la superficie caliente del cuerpo rotante B,
 - b) la película abandona la superficie como mezcla de reacción que contiene poliuretano y
- c) La composición de reacción se enfría por medio del dispositivo para sofocar después de abandonar la superficie caliente, de manera particularmente preferible el enfriamiento de la mezcla de reacción es de al menos 30 °C, particularmente preferible de al menos 50 °C, princi palmente de al menos 100 °C, y la temperatura de la superficie del cuerpo rotante B está entre 70 a 300 °C, particular mente preferible entre 150 y 230 °C.
 - El cuerpo rotante caliente B se proporciona aquí de manera correspondiente al cuerpo A. Aquí es principalmente ventajoso que el retiro de agua del poliol y/o de la poliamina como también la subsiguiente preparación de los poliuretanos y/o poliureas pueden realizarse con los mismos aparatos.
 - La proporción molar de los grupos isocianato de los componentes de isocianato empleados a la suma de los grupos amino y/o grupos hidroxilo de los polioles y/o aminas empleadas se encuentra preferiblemente entre 0,1 y 20, particularmente preferible entre 0,7 y 3, principalmente entre 0,8 y 2,5.
- En el método de la invención se emplea ventajosamente un catalizador adecuado para la preparación de poliuretanos o poliureas como componente de la mezcla de reacción de partida. Como catalizadores son adecuados los catalizadores usuales, conocidos per se, de la química de poliuretanos, como ácidos, por ejemplo ácido paratoluenosulfónico, o ter. aminas, como por ejemplo trietilamina, trietilendiamina (DABCO) o aquellos que tienen átomos tales como, por ejemplo, Sn, Mn, Fe, Co, Cd, Ni, Cu, Zn, Zr, Ti, Hf, Al, Th, Ce, Bi, Hg, N, P. La proporción molar catalizador / isocianato depende del tipo del isocianato y del tipo del catalizador y normalmente se encuentra entre 0 a 0,1, preferible 0 a 0,03.

La temperatura del cuerpo caliente B y el tiempo de contacto sobre el cuerpo se ajusta preferiblemente de tal manera que para enfriar la mezcla de reacción que contiene isocianato y poliol, al menos 93 %, particularmente preferible al menos 98 % de la cantidad máxima de grupos isocianatos que pueden reaccionar con la cantidad empleada de poliol y, opcionalmente, de amina, han reaccionado con grupos hidroxilo y opcionalmente amino del poliol y opcionalmente de la amina.

A continuación la invención debe describirse en mayor detalle por medio de ejemplos de realización.

Ejemplos

10

15

20

Los siguientes ejemplos de la patente se realizaron sobre el cuerpo rotante A el cual está diseñado como un disco liso y se compone de cobre; la superficie se croma. El disco se encuentra en un eje y está rodeado de una carcasa metálica a la cual se aplica vacío. Este disco se calienta desde adentro con un aceite de transferencia de calor. Reactores comparables también se describen con mayor detalle en los documentos WO00/48728, WO00/48729, WO00/48730, WO00/48731 y WO00/48732.

Ejemplo 1: Secamiento de polipropilenglicol 4000 (PPG 4000) con un contenido de agua de 0.50 % en peso al vacío

Se usa PPG 4000 (Acclaim® Poliol 4200, empresa Bayer AG) con un contenido de agua de 0.5 % en peso (Determinación del contenido de agua mediante titulación de Karl-Fischer). El cuerpo A, un disco liso con diámetro de 20 cm se calienta en tal caso a 230 °C y se hace rotar a 2000 rpm (rpm = revoluciones por minuto). A 200 mbar se dosifica el PPG 4000 con una bomba de rueda dentada con 4 ml/s al medio de la superficie del disco y fluye hacia afuera debido a la fuerza centrífuga como una película. Después de abandonar el disco se enfría sobre la pared de la carcasa perpendicular al mismo y se descarga desde la carcasa metálica. El PPG 4000 abandona el sistema con cerca de 100°C y se recoge en una botella de muestr a. El contenido de agua residual es de 0.03%. De esta manera, se retira el 94% del agua contenida en el PPG 4000. El procedimiento se retira, es decir, se dosifica el PPG 4000 ya tratado una vez de nuevo sobre el disco caliente en condiciones iguales, se obtiene el PPG 4000 con un contenido de agua de 0.01 %.

Ejemplo 2: Secamiento de PPG 4000 con un contenido de agua de 0.12 % en peso con una corriente de nitrógeno

Se emplea PPG 4000 (Acclaim® Poliol 4200, empresa Bayer AG) con un contenido de agua de 0.1 % en peso (determinación del contenido de agua mediante titulación de Karl-Fischer). El cuerpo A, un disco liso con diámetro de 20 cm se calienta en este caso a 230 °C y se hac e rotar a 200 rpm. Una corriente de nitrógeno fluye a través del sistema. La entrada y la salida se encuentran por encima del disco. El PPG 4000 se dosifica con una bomba de rueda dentada a 1 ml/s sobre el medio de la superficie del disco y fluye debido a la fuerza centrífuga como una película hacia afuera. El PPG 4000 se enfría después de abandonar el disco en la pared de la carcasa que se encuentra perpendicular al mismo y se descarga de la carcasa metálica. El PPG 4000 se recoge en una botella de muestras. El contenido de agua residual es de 0.03%.

Ejemplo 3: Secamiento de PPG 4000 con un contenido de agua de 0.03 % en peso con una corriente de nitrógeno

Se aplica PPG 4000 (Acclaim® Poliol 4200, empresa Bayer AG) con un contenido de agua de 0.03 % en peso (determinación del contenido de agua mediante titulación de Karl-Fischer) sobre el medio de la superficie de un disco según el ejemplo 1, el cual se calienta a 230°C. El disco rota a 200 r/min. El nitrógeno fluye a través del sistema. La entrada y salida de nitrógeno se encuentran encima del disco. El PPG 4000 se dosifica con una bomba de rueda dentada a 2 ml/s sobre el disco y fluye debido a la fuerza centrífuga como una película hacia afuera. Después de abandonar el disco se enfría en la pared de la carcasa que se encuentra perpendicular al mismo y se descarga de la carcasa metálica. El PPG 4000 abandona el sistema y se recoge en una botella de muestra. El contenido de agua residual es de 0.01 % en peso.

Ejemplo 4: Secamiento de polipropilenglicol 12000 (PPG 12000) con un contenido de agua de 0.5 % en peso al vacío

Se emplea PPG 12000 (Acclaim® Poliol 12200 N, empresa Bayer AG) con un contenido de agua de 0.5 % en peso (determinación del contenido de agua mediante titulación de Karl-Fischer). El cuerpo A, un disco liso con diámetro de 20 cm se calienta en este caso a 230 °C y se hac e rotar a 2000 rpm (rpm = revoluciones por minuto). A 200 mbar se dosifica el PPG 12000 con una bomba de rueda dentada a 4 ml/s sobre el medio de la superficie del disco y fluye debido a la fuerza centrífuga como una película hacia afuera. Después de abandonar el disco se enfría sobre la pared de la carcasa que se encuentra perpendicular al mismo y se descarga de la carcasa metálica. El PPG 12000 abandona el sistema y se recoge en una botella de muestra. El contenido de agua residual es de 0.03 % en peso.

Ejemplo de comparación: Secamiento de PPG 4000 con un contenido de agua de 0.06 % en peso mediante destilación azeotrópica con n-hexano

ES 2 384 682 T3

PPG 4000 (Acclaim® Poliol 4200, empresa Bayer AG) con un contenido de agua de 0.06 % en peso (determinación del contenido de agua mediante titulación de Karl-Fischer) se mezcló en un tanque con dispositivos para revolver con 2 % en peso de n-hexano y el n-hexano se retiró con el agua mediante destilación azeotrópica a 96°C al vacío. El contenido de agua residual después de la destilación es de 0.01 % en peso.

5

REIVINDICACIONES

- 1. Método para retirar agua de una mezcla que contiene al menos un compuesto con al menos un grupo reactivo frente a isocianato y agua, caracterizado porque se aplica la mezcla sobre la superficie de un cuerpo rotante A, en cuyo caso la mezcla fluye por la superficie del cuerpo rotante A a una zona externa de la superficie del cuerpo rotante A y aquí el agua se evapora de la mezcla.
- 2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque el cuerpo rotante A se presenta como un disco giratorio.
- 3. Método según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el retiro del agua se realiza mediante un aparato que tiene
- α) un cuerpo rotante A alrededor de un eje de rotación y
- 10 β) un sistema de dosificación.

5

25

- 4. Método según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la mezcla está presente sobre la superficie de un cuerpo rotante A en forma de una película que tiene un grosor promedio entre 0,1 μm y 6,0 mm.
- 5. Método según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el tiempo de residencia promedio de los ingredientes de la mezcla sobre la superficie del cuerpo rotante A está entre 0,01 y 60 segundos.
- 6. Método según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la temperatura del cuerpo rotante A está entre 5 y 300 ℃.
 - 7. Método según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la presión a la que se retira el agua está entre 0,01 mbar y 1100 mbar.
- 8. Método según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque se condensa el agua evaporada sobre un cuerpo con una temperatura entre 196 $^{\circ}$ C y 100 $^{\circ}$ C.
 - 9. Método según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el agua evaporada se saca con un gas o aire seco, principalmente con un gas inerte.
 - 10. Método según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el contenido de agua en la mezcla inmediatamente antes de aplicarse sobre la superficie del cuerpo rotante A está entre 5 y 0,001 % en peso respecto del peso total de la mezcla.
 - 11. Método según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque el contenido de agua en la mezcla después de retirar el agua mediante evaporación sobre la superficie del cuerpo rotante A está entre 0,0001 y 1 % en peso respecto del peso total de la mezcla.
- 12. Método según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque el contenido del compuesto con al menos un grupo reactivo frente al isocianato en la mezcla inmediatamente antes de la aplicación sobre la superficie del cuerpo rotante A está entre 30 y 99,999 % en peso respecto del peso total de la mezcla.
 - 13. Método según una de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque el compuesto con al menos un grupo reactivo frente a isocianato son alcoholes y/o aminas.
- 14. Método según una de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque la mezcla que contiene polioles y/o poliaminas, después de evaporar el agua, se emplea para la reacción con isocianato, en cuyo caso la reacción se realiza en un reactor que tiene
 - α) un cuerpo caliente rotante B alrededor de un eje de rotación,
 - β) un sistema de dosificación y
 - y) un dispositivo para sofocar,
- 40 en cuyo caso

ES 2 384 682 T3

- a) el poliol y/o la poliamina y el isocianato se cargan individualmente y/o como mezcla, opcionalmente con otros componentes, con ayuda del sistema de dosificación sobre la superficie del cuerpo caliente rotante B, de tal modo que fluye una película que contiene poliol y/o poliamina e isocianato por la superficie del cuerpo caliente rotante B hacia una zona externa de la superficie caliente del cuerpo rotante B,
- 5 b) la película abandona la superficie como mezcla de reacción que contiene poliuretano y
 - c) la composición de reacción se enfría por medio del dispositivo para sofocar después de dejar la superficie caliente, de manera particularmente preferible el enfriamiento de la mezcla de reacción es de al menos 30 $^{\circ}$ C, y la temperatura de la superficie del cuerpo rotante B está entre 70 a 300 $^{\circ}$ C.