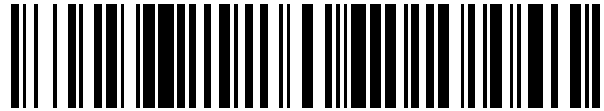


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 440 599**

51 Int. Cl.:

C08G 65/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.01.2010 E 10735860 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.11.2013 EP 2383307**

54 Título: **Procedimiento de preparación de derivados de poligliceril éter**

30 Prioridad:

29.01.2009 JP 2009017723
26.01.2010 JP 2010014604

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.01.2014

73 Titular/es:

KAO CORPORATION (100.0%)
14-10, Nihonbashi Kayabacho 1-chome Chuo-Ku
Tokyo 103-8210, JP

72 Inventor/es:

NISHI, TAKAFUMI;
UNO, MITSURU;
SAITO, AKIRA;
SEKI, YUICHIRO y
YAMAMOTO, GOUSHI

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 440 599 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).

DESCRIPCION

Procedimiento de preparación de derivados de poligliceril éter

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de derivados de poligliceril éter, y más particularmente, a un procedimiento de producción de derivados de poligliceril éter en la presencia de un aluminosilicato.

Antecedentes de la invención

10 Los derivados de poligliceril éter muestran excelentes propiedades como un tensioactivo no iónico, y han sido usados en diversas aplicaciones tales como alimentos, cosméticos, perfumes, productos químicos agrícolas y fármacos, para los fines de emulsificación, solubilización, dispersión, limpieza, espumación, des-espumación, penetración, efecto antibacteriano, etc.

Por ejemplo, el Documento PCT WO 2007/066723, etc., divulga un procedimiento de producción de derivados de poligliceril éter, en los cuales un alcohol y glicidol son sometidos a una reacción de adición en la presencia de un catalizador homogéneo tal como catalizadores a base de La.

15 Sin embargo, los procedimientos convencionales anteriores que usan el catalizador homogéneo tienden a necesitar un procedimiento complicado tal que, en el cual, después de completarse la reacción, la mezcla de reacción obtenida debe disolverse en una gran cantidad de un disolvente orgánico para eliminar el catalizador de la misma, mediante una resina de intercambio de iones, etc., y, a continuación, el disolvente debe eliminarse después de la mezcla de reacción mediante destilación, etc. Además, el procedimiento tiene problemas tales como que en el mismo se usan grandes cargas en las instalaciones.

20 En general, se conocen diversas reacciones que usan un catalizador sólido. Por ejemplo, los Documentos JP 2007-63210A, JP 9-508434A y JP 8-506137A, respectivamente, divulgan un procedimiento de producción de poliglicerol en la presencia de un catalizador tal como carbón activado y zeolita. Además, por ejemplo, el Documento PCT WO 2006/085485 divulga un procedimiento de producción de un derivado de poliglicerol éter a partir de un alcohol y glicidol en la presencia de carbón activado como el catalizador sólido.

25 El Documento de EE.UU. 2003 092879 A1 se refiere a un procedimiento de preparación de polioles altamente ramificados mediante la polimerización de glicidol en la presencia de un compuesto de partida de hidrógeno activo con catalizadores básicos, en el que el glicidol se agrega en solución diluida y el disolvente usado para la dilución es continuamente separado por destilación.

30 El Documento de EE.UU. 2008 085980 A1 se refiere a un derivado de poliglicerol que contiene alqueno, el cual se prepara llevando a cabo la polimerización mediante la apertura de anillo de glicidol con un compuesto que contiene hidroxilo en la presencia de un catalizador alcalino. El compuesto que contiene hidroxilo está representado por la fórmula $R-(OCH_2-CH(OH)CH)_m-OH$, en la que R representa un grupo alqueno que contiene tres a cinco átomos de carbono y que tiene un doble enlace terminal; y "m" indica 0 ó 1.

35 El Documento WO 95/21210 A se refiere a un procedimiento en el que glicerol, glicidol, carbonato de glicerol o 2,2-dimetil-1,3-dioxolano-4-metanol es polimerizado en oligómeros preponderantemente lineales a 150°C a 350°C, en la presencia de un catalizador, seleccionado entre RbF, CsF y/o KF impregnado sobre alúmina, óxido de zirconio, y zeolita con iones intercambiados de cesio o rubidio.

40 El Documento WO 94/18259 A1 se refiere a un procedimiento en el que glicerol, glicidol o 2,2-dimetil-1,3-dioxolano-4-metanol es polimerizado en la presencia de una zeolita ácida que tiene un tamaño de poro promedio de al menos 0,6 nanómetros a 150-250°C.

Sumario de la invención

45 La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter, que incluye la etapa de reacción de un alcohol (excepto para glicidol y glicerol) con glicidol en la presencia de un aluminosilicato cuyos iones hidrógeno son iones parcialmente o totalmente intercambiados con al menos un catión seleccionado entre el grupo que consiste en iones amonio y cationes de elementos metálicos.

Descripción detallada de la invención

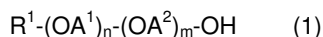
50 De cualquier modo, en el procedimiento de producción convencional que usa carbón activado como el catalizador sólido, el poliglicerol tiende a producirse como un sub-producto por polimerización entre moléculas de glicidol, lo cual da como resultado un pobre rendimiento del derivado de poligliceril éter. Además, una vez producido el poliglicerol, tiende a producirse un problema tal como que el carbón activado es de difícil separación del derivado de poliglicerol éter como producto deseado.

De acuerdo con ello, la presente invención se refiere a un procedimiento de producción de un derivado de poliglicerol éter a partir de alcoholes y glicidoles usando un aluminosilicato específico. Además, la presente invención se refiere a un procedimiento de producción de un derivado de poliglicerol éter, en el cual puede simplificarse una etapa de separación del catalizador, y el derivado de poliglicerol éter puede producirse de una manera económica y eficaz.

- 5 Más específicamente, la presente invención se refiere a un procedimiento de producción de un derivado de poliglicerol éter que incluye la etapa de reacción de un alcohol (excepto para glicidol y glicerol) con glicidol en la presencia de un aluminosilicato cuyos iones hidrógeno son iones parcialmente o totalmente intercambiados con al menos un catión seleccionado entre el grupo que consiste en iones amonio y cationes de elementos metálicos (denominados en la presente invención en adelante como "cationes"), en el que una relación molar de átomo de aluminio (Al) a átomo de silicio (Si) (Al/Si) en el aluminosilicato es mayor de 0 e igual o menor de 0,01. El "derivado de poligliceril éter" tal como se usa en la presente invención, indica un compuesto que contiene un resto poliglicerol constituido a partir de un resto glicerol o dos o más restos glicerol unidos de manera continua entre sí, y un grupo hidrocarburo tal como un grupo alquilo.

(Alcoholes)

- 15 El alcohol usado en la presente invención incluye alcoholes excepto para glicidol y glicerol. Desde el punto de vista de una buena reactividad, el alcohol es preferiblemente un compuesto representado por la fórmula general siguiente (1):



- 20 en la que R^1 es un grupo hidrocarburo que tiene 1 a 36 átomos de carbono; A^1 es un grupo alcanodiilo lineal o ramificado que tiene 2 a 4 átomos de carbono; A^2 es un grupo alcanodiilo lineal o ramificado que contiene un grupo hidroxilo que tiene 2 a 4 átomos de carbono; y n y m representan los grados de polimerización promedio en masa del grupo OA^1 y el grupo OA^2 , respectivamente, en la cual n es un número de desde 0 hasta 20 y m es un número de desde 0 hasta 2.

- 25 En la fórmula general (1), R^1 es un grupo hidrocarburo lineal, ramificado o cíclico, saturado o insaturado que tiene 1 a 36 átomos de carbono. Como el grupo hidrocarburo, desde el punto de vista de buenas propiedades del derivado de poligliceril éter resultante, se usan preferiblemente (i) grupos alquilo lineales, ramificados o cíclicos que tienen 4 a 24 átomos de carbono y preferiblemente 8 a 18 átomos de carbono, (ii) grupos alquenilo lineales, ramificados o cíclicos que tienen 2 a 36 átomos de carbono, preferiblemente 4 a 24 átomos de carbono y más preferiblemente 8 a 18 átomos de carbono; y (iii) grupos aromáticos substituidos o no substituidos que tienen 6 a 24 átomos de carbono.

- 30 Los ejemplos específicos de los grupos alquilo como R^1 incluyen metilo, etilo, *n*-propilo, isopropilo, diversos grupos butilo, diversos grupos pentilo, diversos grupos hexilo, diversos grupos octilo, diversos grupos decilo, diversos grupos dodecilo, diversos grupos tetradecilo, diversos grupos hexadecilo, diversos grupos octadecilo, diversos grupos icosilo, diversos grupos tetracosilo, diversos grupos triacontilo, y grupos ciclopentilo, ciclohexilo y ciclooctilo. Inter-
35 namente, los "diversos" grupos tal como se usa en la presente invención significan todos ellos grupos lineales, ramificados y cíclicos. En el caso del grupo ramificado, el número y posiciones de las cadenas ramificadas de los mismos no están particularmente limitados.

Los ejemplos específicos de los grupos alquenilo como R^1 incluyen propenilo, alilo, 1-butenilo, isobutenilo, diversos grupos hexenilo, diversos grupos octenilo, diversos grupos decenilo, diversos grupos dodecenilo, y grupos oleilo, ciclopentenilo, ciclohexenilo y ciclooctenilo.

- 40 Los ejemplos específicos de los grupos aromáticos como R^2 incluyen fenilo, naftilo, 2-metil fenilo, 3-metil fenilo, 4-metil fenilo, 2-metoxifenilo, 3-metoxifenilo, 4-metoxifenilo y 4-nitrofenilo.

En la fórmula general (1), A^1 es un grupo alcanodiilo lineal o ramificado que tiene 2 a 4 átomos de carbono. El ejemplo específico del grupo alcanodiilo como A^1 incluye un grupo etileno, un grupo trimetileno, un grupo propano-1,2-diilo, un grupo tetrametileno y un grupo butano-1,3-diilo.

- 45 En la fórmula general (1), A^2 es un grupo alcanodiilo lineal o ramificado que contiene un grupo hidroxilo que tiene 2 a 4 átomos de carbono. Los ejemplos específicos del grupo alcanodiilo que contiene un grupo hidroxilo como A^2 incluyen un grupo hidroxi-propano-1,2-diilo y un grupo hidroxi-butano-1,3-diilo.

- Además, n y m representan grados de polimerización promedio en masa del grupo OA^1 y el grupo OA^2 como grupos oxialcanodiilo, respectivamente. Desde el punto de vista de buenas propiedades del derivado de poligliceril éter resultante, n es un número de desde 0 hasta 20, preferiblemente desde 0 hasta 8 y más preferible 0, y m es un número de desde 0 hasta 2. Cuando n y m son 2 o más, los grupos OA^1 plurales y los grupos OA^2 plurales pueden ser respectivamente el mismo o diferente.

- Los ejemplos específicos del alcohol representado por la fórmula general (1) incluyen los alcoholes siguientes (i) a (iv):

(i) alcoholes alifáticos tales como alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol propílico, alcohol isopropílico, alcohol pentílico, alcohol isopentílico, alcohol hexílico, alcohol ciclohexílico, alcohol 2-etilhexílico, alcohol octílico, alcohol decílico, alcohol laurílico, alcohol miristílico, alcohol palmitílico, alcohol estearílico, alcohol isoestearílico y alcohol oleílico;

5 (ii) alcoholes aromáticos tales como fenol, metoxifenol y naftol;

(iii) monoalquil éteres de polialquileno glicoles tales como etileno glicol monometil éter, etileno glicol monohexil éter, etileno glicol monodecil éter, etileno glicol monoestearil éter, propileno glicol monometil éter, propileno glicol monohexil éter, propileno glicol monoocil éter, propileno glicol monododecil éter, polietileno glicol monododecil éter, polietileno glicol monomiristil éter, polietileno glicol monopalmítíl éter y polipropileno glicol monododecil éter; y

10 (iv) mono- o di-gliceril éteres tales como etil gliceril éter, hexil gliceril éter, 2-etilhexil gliceril éter, octil gliceril éter, decil gliceril éter, lauril gliceril éter, estearil gliceril éter, isoestearil gliceril éter y diglicerol monododecil éter, o etileno glicol monododecil monogliceril éter.

15 Entre los alcoholes específicos anteriormente ejemplificados, desde el punto de vista de una buena utilizabilidad del derivado poligliceril éter resultante, los preferidos son alcoholes alifáticos que tienen 8 a 18 átomos carbono tales como alcohol octílico, alcohol 2-etilhexílico, alcohol decílico, alcohol laurílico, alcohol miristílico, alcohol palmitílico, alcohol estearílico y alcohol isoestearílico y monogliceril éteres tales como 2-etilhexil gliceril éter, octil gliceril éter, decil gliceril éter, lauril gliceril éter, miristil gliceril éter, palmítíl gliceril éter, estearil gliceril éter e isoestearil gliceril éter; siendo más preferidos los alcoholes alifáticos que tienen 10 a 18 átomos de carbono; y especialmente preferido es el alcohol laurílico.

20 Estos alcoholes pueden usarse solos o en combinación de dos o más de los mismos.

(Aluminosilicato)

25 En la presente invención, la reacción entre el alcohol (excepto para glicidol y glicerol) y glicidol se lleva a cabo en la presencia de un aluminosilicato cuyos iones hidrógeno son iones parcialmente o totalmente intercambiados con al menos un catión seleccionado entre el grupo que consiste en iones amonio y cationes de elementos metálicos.

30 Los ejemplos de los iones amonio como los cationes con los cuales los iones hidrógeno del aluminosilicato han de ser intercambiados los iones, incluyen iones tales como un ión amonio, un ión amonio primario, un ión amonio secundario, un ión amonio terciario, un ión amonio cuaternario y un ión piridinio. Desde los puntos de vista de una buena disponibilidad y una preparación facilitada del aluminosilicato, entre estos iones amonio, los preferidos son un ión amonio y un ión piridinio.

35 Los ejemplos de los cationes de los elementos metálicos incluyen cationes de elementos metálicos típicos que pertenecen a los Grupos 1A, 2A, 2B y 3B de una Tabla Periódica de forma alargada (que corresponden a los Grupos 1, 2, 12 y 13 de la Tabla Periódica de la IUPAC) y cationes de elementos de transición que pertenecen a los Grupos 3A a 7A, 8 y 1B de una Tabla Periódica de forma alargada (que corresponden a los Grupos 3 a 11 de la Tabla Periódica de la IUPAC). Entre estos cationes de los elementos metálicos, desde el punto de vista de supresión de producción de poliglicerol como un sub-producto, el preferido es al menos un catión seleccionado entre el grupo que consiste en iones de metales alcalinos e iones de metales alcalinotérreos.

40 Los ejemplos específicos de los iones de metales alcalinos incluyen iones de sodio, potasio, rubidio, cesio, etc. Entre estos iones de metales alcalinos, desde los puntos de vista de una buena disponibilidad y una preparación facilitada del aluminosilicato, los preferidos son un ión de sodio, un ión de potasio y un ión de cesio.

Los ejemplos específicos de los iones de metales alcalinotérreos incluyen iones de magnesio, calcio, estroncio, bario, etc. Entre estos iones de metales alcalinotérreos, desde los puntos de vista de una buena disponibilidad y una preparación facilitada del aluminosilicato, los preferidos son un ión de magnesio y un ión de calcio.

45 Como el catión con el cual los iones hidrógeno del aluminosilicato anterior han de ser intercambiados los iones, con vistas a una buena reacción de selectividad del glicidol, los cationes preferidos son un ión piridinio, un ión de sodio, un ión de potasio, un ión de cesio, un ión de magnesio y un ión de calcio, y los iones especialmente preferidos son un ión piridinio, un ión de sodio, un ión de potasio y un ión de cesio.

50 Los iones de hidrógeno presentes en el aluminosilicato están electrostáticamente unidos a un átomo de aluminio (Al), el cual está parcialmente negativamente cargado en el aluminosilicato. La proporción (cantidad) de los iones de hidrógeno en el aluminosilicato que tienen iones intercambiados con los iones amonio o los cationes de los elementos metálicos, puede evaluarse a partir de una relación molar de nitrógeno o de elemento metálico a aluminio [(nitrógeno/A1) o (elemento metálico/A1)], que se determina sometiendo el aluminosilicato a una espectrometría de emisión atómica de plasma de acoplamiento inductivo de alta frecuencia (ICP-AES).

De acuerdo con ello, en la presente invención, la proporción (cantidad) de los iones hidrógeno intercambiados con los cationes en el aluminosilicato puede evaluarse igualmente a partir de la suma de las dos relaciones molares anteriores (referidas en la presente invención en delante de manera colectiva como "relación (cationes/A1)"). Así, la proporción (cantidad) de los iones hidrógeno intercambiados con los cationes en el aluminosilicato puede evaluarse a partir de la relación (cationes/A1) (= (nitrógeno/A1) + (elemento metálico/A1)). El elemento metálico tal como se usa en la presente invención incluye preferiblemente los que exceptúan al aluminio.

La relación molar de los cationes a Al (relación (cationes/A1)) en el aluminosilicato cuyos iones hidrógeno están totalmente o parcialmente intercambiados los iones con los iones amonio y los cationes de los elementos metálicos es preferiblemente de desde 0,10 hasta 10, más preferiblemente desde 0,15 hasta 5, aún más preferiblemente desde 0,20 hasta 4 y especialmente preferiblemente desde 0,25 hasta 3 desde el punto de vista de supresión de la producción de poliglicerol.

El aluminosilicato usado en la presente invención es preferiblemente cristalino. Sin embargo, en la presente invención, puede usarse igualmente de manera adecuada un aluminosilicato no cristalino. En la presente invención, desde los puntos de vista de supresión de la producción de poliglicerol y potenciación de la proporción de conversión del alcohol, la zeolita es la usada preferiblemente como el aluminosilicato. La zeolita utilizable en la presente invención es al menos una zeolita seleccionada entre el grupo que consiste en una zeolita tipo Y, una zeolita tipo β , una zeolita tipo mordenita y ZSM-5. Entre estas zeolitas, la preferida es al menos una zeolita seleccionada entre el grupo que consiste en una zeolita tipo Y y una zeolita tipo mordenita.

La relación molar de un átomo de aluminio (A1) a un átomo de silicio (Si) (Al/Si) en el aluminosilicato es mayor de 0 y 0,01 o menor, desde los puntos de vista de supresión de la producción de poliglicerol y potenciación de la proporción de conversión del alcohol.

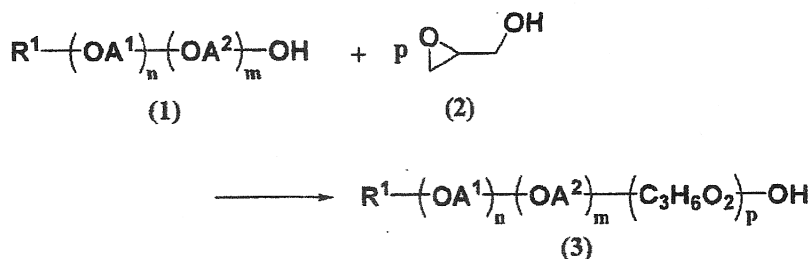
La forma del aluminosilicato no está particularmente limitada, y el aluminosilicato puede ser de cualquier forma, por ejemplo, puede ser en la forma de un polvo o gránulos obtenidos mediante moldeo del polvo. El aluminosilicato en la forma de un polvo tiene un tamaño de partícula promedio (diámetro medio) de desde 0,1 μm hasta 1 mm, más preferiblemente desde 0,5 hasta 100 μm , aún más preferiblemente desde 0,8 hasta 80 μm e incluso aún más preferiblemente desde 1 hasta 50 μm desde los puntos de vista de una buena reactividad entre el alcohol y glicidol y de facilitar la separación del aluminosilicato después de la reacción.

El aluminosilicato usado en la presente invención tiene una estructura en la cual una parte o la totalidad de los protones en un aluminosilicato de tipo de ácido protónico tiene iones intercambiados con los iones amonio o los cationes de los elementos metálicos. Más específicamente, el procedimiento de intercambio de iones anterior para la obtención del aluminosilicato usado en la presente invención, se lleva cabo mediante el procedimiento de neutralización del aluminosilicato de tipo de ácido protónico con un compuesto amino, o el procedimiento de neutralización del aluminosilicato de tipo de ácido protónico con nitratos, etc.

La cantidad del aluminosilicato usado en el procedimiento de producción de la presente invención es usualmente de desde 0,01 hasta 200% en masa, preferiblemente desde 0,1 hasta 100% en masa y más preferiblemente desde 1 hasta 50% en masa, en base al alcohol desde los puntos de vista de una alta productividad, supresión de la producción de sub-productos y potenciación de la proporción de conversión del alcohol.

(Producción de derivado de poligliceril éter)

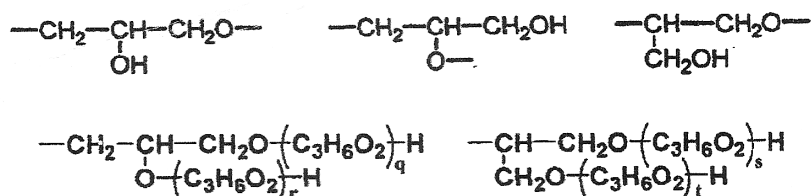
En la presente invención, el alcohol (excepto para glicidol y glicerol) y el glicidol representados por fórmula siguiente (2) reaccionan entre sí en la presencia del aluminosilicato anterior. Cuando se usa el compuesto representado por la fórmula general anterior (1) como el alcohol, se produce el derivado de poligliceril éter representado por la fórmula general siguiente (3), tal como se muestra en la fórmula de reacción siguiente.



En la fórmula general (3), R^1 , A^1 , A^2 , n y m son los mismos que se han definido anteriormente; $(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2)_p$ representa un resto poliglicerol producido mediante la reacción de adición de glicidol, en la que p es un grado de polimerización promedio en masa de un resto de glicerol en el resto poliglicerol. Igualmente, los valores preferidos de R^1 , A^1 , A^2 , n y m son también los mismos que se han descrito anteriormente. Desde el punto de vista de alta productividad y una

buena utilizabilidad del derivado de poligliceril éter resultante, una suma de m y p es preferiblemente de desde 0,5 hasta 20, más preferiblemente desde 1 hasta 12 y aún más preferiblemente desde 1 hasta 6.

La estructura específica del resto poliglicerilo puede incluir una o más estructuras seleccionadas entre el grupo que consiste en los representados por las fórmulas siguientes.



5 en las que q, r, s y t son respectivamente un número entero de 1 o más; y (C₃H₆O₂) tiene el mismo significado definido en la (C₃H₆O₂)_p anterior.

10 Las proporciones del alcohol representado por la fórmula general (1) y el glicidol representado por la fórmula (2) que se usan en la reacción anterior, pueden determinarse de manera apropiada de acuerdo con un grado de polimerización promedio en masa deseado p del derivado de poligliceril éter obtenido representado por la fórmula general (3). Desde los puntos de vista de una alta productividad y una buena utilizabilidad del derivado de poligliceril éter resultante, el glicidol representado por la fórmula (2) se usa preferiblemente en una cantidad de desde 0,5 hasta 30 mol, más preferiblemente desde 1 hasta 20 mol y aún más preferiblemente desde 1 hasta 12 mol por mol del alcohol representado por la fórmula general (1).

15 La reacción entre el alcohol y glicidol es una reacción exotérmica. Por ello, en la presente invención, la reacción se lleva a cabo preferiblemente de manera gradual mediante goteo continuo de glicidol al alcohol o adición intermitente de partes divididas de glicidol al mismo, mientras se agita el alcohol.

20 Cuando el glicidol se gotea continuamente al alcohol, la velocidad de goteo es preferiblemente del 1% en masa/minuto o menor, más preferiblemente 0,7% en masa/minuto o menos y aún más preferiblemente 0,4% en masa/minuto o menor, en base del alcohol a cargar.

25 Cuando se agregan de manera intermitente partes divididas de glicidol al alcohol, ha de agregarse igualmente dividida una cantidad total de glicidol en preferiblemente dos o más partes, más preferiblemente 3 o más partes y aún más preferiblemente 4 o más partes, y las partes divididas de glicidol se agregan al alcohol a intervalos iguales de manera tal que la velocidad de adición del mismo entre dentro del intervalo anteriormente especificado en su totalidad. Desde los puntos de vista industriales, el glicidol se agrega preferiblemente en aproximadamente 2 a 5 partes divididas, aunque el número de partes divididas de glicidol puede variar dependiendo de la cantidad total de glicidol a agregar, etc.

30 El tiempo requerido para el goteo de manera continua de glicidol o la adición intermitentemente de partes divididas de glicidol puede también variar dependiendo de la cantidad total de glicidol a agregar, etc., y preferiblemente es desde 1 hasta 50 horas, más preferiblemente desde 2 hasta 20 horas y aún más preferiblemente desde 2 hasta 10 horas desde los puntos de vista industriales.

Además, después de completar la adición de glicidol, el sistema de reacción puede mantenerse bajo la misma condición durante un periodo de desde 0,1 hasta 20 horas para envejecimiento de la misma. Igualmente, el goteo de glicidol y el envejecimiento pueden repetirse de manera alternada.

35 (Condiciones de reacción)

La temperatura de reacción usada en la presente invención puede determinarse de manera apropiada de acuerdo con el tipo del alcohol usado, tipo y cantidad del aluminosilicato usado, etc. Más específicamente, desde los puntos de vista del tiempo de reacción, eficacia de reacción, rendimiento y calidad del producto resultante, la temperatura de reacción es preferiblemente de desde 100 hasta 250°C, más preferiblemente desde 150 hasta 230°C y aún más preferiblemente desde 180 hasta 210°C.

La presión en el sistema de reacción no está particularmente limitada, y la reacción puede llevarse a cabo tanto bajo presiones normales como bajo presiones aplicadas.

45 La presión del manómetro en el sistema de reacción está preferiblemente dentro del intervalo de desde 0,1 hasta 10 MPa y más preferiblemente desde 0,3 hasta 0,9 MPa desde el punto de vista de un alto rendimiento del derivado de poligliceril éter obtenido. El efecto de incremento del rendimiento debido a las presiones aplicadas es especialmente remarcable con respecto de una alta temperatura, por la cual se incrementa la cantidad de sub-producto de poliglicerol. Por ello, cuando el sistema de reacción se mantiene bajo presiones aplicadas, es posible suprimir la producción

de poliglicerol incluso a una temperatura elevada, de manera tal que el tiempo de reacción puede acortarse incluso cuando se usa un catalizador de baja actividad.

El sistema de reacción puede presurizarse llenando el sistema de reacción con un gas inerte tal como un gas nitrógeno, un gas helio y un gas argón. Entre estos gases inertes, el gas nitrógeno es el preferiblemente usado.

- 5 En la presente invención, desde los puntos de vista de la supresión de la producción de sub-productos y de potenciación de la selectividad al derivado de poligliceril éter, el sistema de reacción está preferiblemente presurizado mediante la introducción del gas inerte dentro del mismo, de manera tal que se ajusta una presión parcial de glicidol dentro del sistema de reacción a desde 0,10 hasta 0,49 MPa, preferiblemente desde 0,10 hasta 0,36 MPa y más preferiblemente desde 0,10 hasta 0,25 MPa. Desde el punto de vista de acortamiento del tiempo de reacción bajo las presiones aplicadas, la temperatura de reacción está preferiblemente controlada de desde 100 hasta 250°C, más preferiblemente desde 180 hasta 250°C y aún más preferiblemente desde 210 hasta 250°C.

El volumen de una fase vapor en el sistema de reacción durante o después de la reacción es preferiblemente 50% o menor, más preferiblemente 30% o menor y aún más preferiblemente desde 1 hasta 30% en base a un volumen de un reactor usado desde el punto de vista de la supresión total de polimerización entre moléculas de glicidol.

- 15 Además, la concentración de glicidol en la fase vapor del sistema de reacción es preferiblemente 70% o menor, más preferiblemente 50% o menor y aún más preferiblemente desde 1 hasta 30% desde el punto de vista de la supresión total de polimerización entre moléculas de glicidol.

- 20 Además, la reacción realizada bajo una condición libre de disolvente es excelente desde el punto de vista de una buena conveniencia industrial. Sin embargo, cuando el sistema de reacción está en un estado altamente viscoso o un estado no uniforme debido a la composición del alcohol o a la cantidad de glicidol agregada, la reacción puede realizarse en la presencia de una cantidad adecuada de un disolvente adecuado.

- 25 Los ejemplos del disolvente incluyen disolventes anfipáticos tales como tetrahidrofurano, dioxano y etileno glicol dimetil éter, disolventes a base de hidrocarburos, p. ej., hidrocarburos alifáticos tales como hexano, heptano, ciclohexano, metil ciclohexano, isooctano y triisobutileno hidrogenado, e hidrocarburos aromáticos tales como benceno, tolueno, xileno y disolventes a base de etil benceno silicona tales como octametil ciclotetrasiloxano y decametil ciclopentasiloxano; y combinación de estos disolventes.

Estos disolventes pueden usarse solos o en combinación de cualquiera de dos o más de los mismos.

Sin embargo, estos disolventes son preferiblemente sometidos a deshidratación o desecación tras su uso.

- 30 Una vez completada la reacción, el aluminosilicato usado en la presente invención se separa de la solución de reacción resultante. En la presente invención, el aluminosilicato puede separarse fácilmente de la solución de reacción mediante un procedimiento adecuado tal como filtración y decantación. La solución de reacción así obtenida puede someterse a tratamiento de lavado, si es necesario, obteniéndose, de esta forma, el derivado de poligliceril éter deseado. Si es necesario, el derivado de poligliceril éter resultante puede purificarse adicionalmente mediante un procedimiento ordinario tal como cromatografía de columna de gel, destilación y recristalización. En ese caso, el aluminosilicato usado puede recuperarse y reutilizarse.

Además, después de completarse la reacción, cuando el poliglicerol se produce en una cantidad que supera su solubilidad en la mezcla de reacción líquida y, en consecuencia, precipita de la misma, el poliglicerol puede separarse fácilmente de la misma sometiendo la mezcla de reacción líquida a filtración, etc., de acuerdo con los requerimientos.

- 40 El derivado de poligliceril éter obtenido mediante el procedimiento de la presente invención es útil como un tensioactivo no iónico, aunque las aplicaciones del derivado de poligliceril éter y la configuración del mismo en su uso no están particularmente limitadas. Por ejemplo, el derivado de poligliceril éter puede usarse en la forma de un compuesto *per se*, una solución acuosa, una dispersión en agua o una emulsión que contiene la otra fase aceite, un gel acuoso, una solución o dispersión alcohólica, un gel aceitoso, y una mezcla o un producto impregnado o penetrado con una sustancia sólida tal como ceras.

Ejemplos

En los Ejemplos y Ejemplos Comparativos siguientes, los términos “%” y “ppm” representan “% en masa” y “ppm en masa”, respectivamente, salvo que se especifique lo contrario.

- 50 En los Ejemplos de Preparación siguientes de los aluminosilicatos de intercambio de iones, la relación molar (cationes/Al) y la relación molar (Al/Si) se calcularon a partir de los resultados de análisis cuantitativos usando ICP-AES, en tanto que el tamaño de partícula promedio se determinó como un diámetro medio en volumen calculado a partir de los valores obtenidos mediante una medición de una distribución del tamaño de partícula mediante difracción/difusión con láser del aluminosilicato.

En los Ejemplos y Ejemplos Comparativos siguientes, las proporciones de conversión del alcohol y glicidol puros después de completarse la reacción se analizaron usando cromatografía de gas, en tanto que el poligliceril contenido en la mezcla de reacción líquida se analizó usando una cromatografía líquida. Los analizadores y las condiciones analíticas usadas en la presente invención se muestran más adelante.

5 <ICP-AES>

Aparato: "Optima 5300DV" disponible de PerkinElmer Co., Ltd.

<Medición del tamaño de partícula promedio del aluminosilicato>

10 Analizador de distribución de partícula mediante difracción/difusión por láser: "LA-920" disponible de Horiba Ltd.; Medio de dispersión: agua; Pretratamiento: tratamiento ultrasónico durante 1 minuto; Temperatura de medición: 25°C; Índice de refracción usado para los cálculos: 1,2.

<Análisis mediante cromatografía de gas>

Aparato: "HP 6850 Series" disponible de Hewlett Packard Co.

Columna: B-1HT" disponible de J&W Corp., (diámetro interno: 0,25 mm; longitud: 15 m; espesor de membrana: 0,1 µm)

15 Gas portador: He; 1,0 ml/min

Inyección: 300°C; relación de corte: 1/50

Detección: procedimiento FID; 300°C

Condiciones de temperatura de la columna: mantenida a 40°C durante 2 min → aumentada a 10°C/min → mantenida a 350°C durante 2 min

20 <Análisis mediante cromatografía líquida>

Aparato: "LaChrom" disponible de Hitachi Ltd.

Columna "Amide-80" (Nº de catálogo 13071) disponible de Tosch Corp.

Tamaño de columna: 4,6 mm (DI) x 25,0 m (Long.)

Eluyente: acetonitrilo/agua = 1:1; velocidad de flujo: 1,0 ml/min

25 Detección: IR (índice de refracción)

Temperatura de columna: 40°C

<Preparación del aluminosilicato de intercambio de iones>

Ejemplo de Preparación 1 (Preparación de Zeolita 400 tipo Py-Y)

30 Se cargó un matraz de fondo redondo de 300 ml con 12,5 g de zeolita ("HSZ-390HUA" disponible de Tosch Corp.; relación molar Al/Si: 0,0027), 125 ml de tolueno y 2,02 g de piridina para preparar una suspensión dispersada de zeolita. La dispersión resultante se agitó en un baño de aceite a 120°C bajo reflujo durante 13 horas y, a continuación, se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. La zeolita así separada se lavó con 500 ml de diclorometano y, a continuación, se secó a 180°C bajo una presión de 40,0 Pa durante 6 horas. Como un resultado del análisis mediante ICP-AES, se confirmó que la zeolita tipo Py-Y resultante tenía una composición (en peso) de Si: 47%, Al: 0,12% y nitrógeno: 0,02%, y la relación molar (Al/Si) de la misma era de 0,0027, la relación molar (cationes/Al) era de 0,96, y el tamaño de partícula promedio (diámetro medio) de la misma era de 4,4 µm.

Ejemplo de Preparación 2 (Preparación de Zeolita 400 tipo Na-Y)

40 Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 1000 ml con 52,5 g de zeolita ("HSZ-390HUA" disponible de Tosch Corp.; relación molar Al/Si: 0,0027), 500 ml de agua de intercambio de iones y 50,1 g de nitrato sódico para preparar una suspensión dispersada de zeolita. La dispersión resultante se agitó mientras se calentaba en un baño de aceite a 100°C un día y una noche en total. La suspensión se dejó reposar y, a continuación, se sometió a decantación para separar el líquido sobrenadante de la misma y además se agregó una solución acuosa de nitrato sódico reciente (preparada a partir de 50,27 g de nitrato sódico y 400 ml de agua de intercambio de iones) a la misma. La mezcla resultante se agitó mientras se calentaba en un baño de aceite a 100°C un día y una noche en total.

45 El procedimiento se repitió una vez más. Después de completar el tratamiento, la mezcla obtenida se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. La zeolita así separada se lavó con 1500 ml de agua de intercambio de iones y, a continuación, se secó a 180°C bajo una presión de 40,0 Pa durante 10 horas. Como un resultado del aná-

lisis mediante ICP-AES, se confirmó que la zeolita tipo Na-Y resultante tenía una composición (en peso) de Si: 46%, Al: 0,11% y sodio (Na): 0,03%, y la relación molar (Al/Si) de la misma era de 0,0025, la relación molar (cationes/Al) era de 0,32, y el tamaño de partícula promedio (diámetro medio) de la misma era de 6,5 μm .

Ejemplo de Preparación 3 (Preparación de Mordenita-Na 240)

- 5 Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 1000 ml con 50,65 g de zeolita ("HSZ-690HOA" disponible de Tosch Corp.; relación molar Al/Si: 0,0077), 500 ml de agua de intercambio de iones y 55,3 g de nitrato sódico para preparar una suspensión dispersada de zeolita. La dispersión resultante se agitó mientras se calentaba en un baño de aceite a 100°C un día y una noche en total. A continuación, la suspensión se sometió a filtración para separar la Mordenita-Na de la misma. La Mordenita-Na así separada se lavó con 1500 ml de agua de intercambio de iones y, a continuación, se secó a 180°C bajo una presión de 40,0 Pa durante 10 horas. Como un resultado del análisis mediante ICP-AES, se confirmó que la Mordenita-Na tenía una composición (en peso) de Si: 46%, Al: 0,33% y Na: 0,62%, y la relación molar (Al/Si) de la misma era de 0,0075, la relación molar (cationes/Al) era de 2,20, y el tamaño de partícula promedio (diámetro medio) de la misma era de 11,4 μm .

Ejemplo de Preparación 4 (Preparación de Zeolita Na- β)

- 15 Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 1000 ml con 51,19 g de zeolita ("HSZ-980HOA" disponible de Tosch Corp.; relación molar Al/Si: 0,0051), 500 ml de agua de intercambio de iones y 52,89 g de nitrato sódico para preparar una suspensión dispersada de zeolita. La dispersión resultante se agitó mientras se calentaba en un baño de aceite a 100°C un día y una noche en total. A continuación, la suspensión se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. La zeolita así separada se lavó con 1500 ml de agua de intercambio de iones y, a continuación, se secó a 180°C bajo una presión de 40,0 Pa durante 8 horas. Como un resultado del análisis mediante ICP-AES, se confirmó que la zeolita Na- β tenía una composición (en peso) de Si: 45%, Al: 0,23% y Na: 0,23%, y la relación molar (Al/Si) de la misma era de 0,0053, la relación molar (cationes/Al) era de 1,17, y el tamaño de partícula promedio (diámetro medio) de la misma era de 1,7 μm .

Ejemplo de Preparación 5 (Preparación de Zeolita 100 tipo Na-Y)

- 25 Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 1000 ml con 51,53 g de zeolita ("HSZ-385HUA" disponible de Tosch Corp.; relación molar Al/Si: 0,021), 500 ml de agua de intercambio de iones y 103,54 g de nitrato sódico para preparar una suspensión dispersada de zeolita. La dispersión resultante se agitó mientras se calentaba en un baño de aceite a 100°C un día y una noche en total. La suspensión se dejó reposar y, a continuación, se sometió a decantación para separar el líquido sobrenadante de la misma, y además se agregó una solución acuosa de nitrato sódico reciente (preparada a partir de 103,09 g de nitrato sódico y 300 ml de agua de intercambio de iones) a la misma. La mezcla resultante se agitó mientras se calentaba en un baño de aceite a 100°C un día y una noche en total. Este procedimiento se repitió una vez más. Después de completar el tratamiento, la mezcla obtenida se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. La zeolita así separada se lavó con 1500 ml de agua de intercambio de iones y, a continuación, se secó a 180°C bajo una presión de 40,0 Pa durante 8 horas. Como un resultado del análisis mediante ICP-AES, se confirmó que la zeolita tipo Na-Y resultante tenía una composición (en peso) de Si: 45%, Al: 0,73% y Na: 0,43%, y la relación molar (Al/Si) de la misma era de 0,017, la relación molar (cationes/Al) era de 0,69, y el tamaño de partícula promedio (diámetro medio) de la misma era de 1,9 μm .

Ejemplo de Preparación 6 (Preparación de Zeolita 400 tipo Mg-Y)

- 40 Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 500 ml con 12,20 g de zeolita tipo Na-Y anteriormente preparada, 150 ml de agua de intercambio de iones y 31,60 g de nitrato magnésico hexahidrato para preparar una suspensión dispersada de zeolita. La dispersión resultante se agitó mientras se calentaba en un baño de aceite a 100°C un día y una noche en total. La suspensión se dejó reposar y, a continuación, se sometió a decantación para separar el líquido sobrenadante de la misma, y además se agregó una solución acuosa de nitrato magnésico reciente (preparada a partir de 30,05 g de nitrato magnésico hexahidrato y 100 ml de agua de intercambio de iones) a la misma. La mezcla resultante se agitó mientras se calentaba en un baño de aceite a 100°C un día y una noche en total. Este procedimiento se repitió una vez más. Después de completar el tratamiento, la mezcla obtenida se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. La zeolita así separada se lavó con 1500 ml de agua de intercambio de iones y, a continuación, se secó a 180°C bajo una presión de 40,0 Pa durante 8 horas. Como un resultado del análisis mediante ICP-AES, se confirmó que la zeolita tipo Mg-Y resultante tenía una composición (en peso) de Si: 43%, Al: 0,12% y magnesio (Mg): 0,02%, y la relación molar (Al/Si) de la misma era de 0,0029, la relación molar (cationes/Al) era de 0,18, y el tamaño de partícula promedio (diámetro medio) de la misma era de 6,2 μm .

Ejemplo de Preparación 7 (Preparación de Zeolita 400 tipo Cs-Y)

- 55 Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 500 ml con 20,63 g de zeolita ("HSZ-390HUA" disponible de Tosch Corp.; relación molar Al/Si: 0,0027), 150 ml de agua de intercambio de iones y 5,24 g de nitrato de cesio para preparar una suspensión dispersada de zeolita. La dispersión resultante se agitó mientras se calentaba en un baño de aceite a 100°C un día y una noche en total. La suspensión se dejó reposar y, a continuación, se sometió a decantación para separar el líquido sobrenadante de la misma, y además se agregó una solución acuosa de nitrato de cesio reciente (preparada a partir de 5,04 g de nitrato de cesio y 70 ml de agua de intercambio de iones) a la

misma. La mezcla resultante se agitó mientras se calentaba en un baño de aceite a 100°C un día y una noche en total. Este procedimiento se repitió una vez más. Después de completar el tratamiento, la mezcla obtenida se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. La zeolita así separada se lavó con 1500 ml de agua de intercambio de iones y, a continuación, se secó a 180°C bajo una presión de 40,0 Pa durante 8 horas. Como un resultado del análisis mediante ICP-AES, se confirmó que la zeolita tipo Cs-Y resultante tenía una composición (en peso) de Si: 44%, Al: 0,12% y cesio (Cs): 0,13%, y la relación molar (Al/Si) de la misma era de 0,0028, la relación molar (cationes/Al) era de 0,22, y el tamaño de partícula promedio (diámetro medio) de la misma era de 6,0 µm.

Ejemplo 1

Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 200 ml con 50,10 g (0,27 mol) de alcohol laurílico y 2,51 g de la zeolita 400 tipo Py-Y obtenida en el Ejemplo de Preparación 1, y los contenidos del matraz se calentaron a 200°C mientras se agitaba bajo un flujo de nitrógeno. A continuación, mientras la temperatura se mantenía a 200°C, se gotearon 10,22 g (0,14 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. Después de esto, se gotearon 10,77 g (0,15 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. A continuación, se gotearon otros 8,73 g (0,12 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas, obteniéndose, de esta forma, 80,60 g de un producto de reacción final. La mezcla de reacción se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Además, se confirmó que la proporción de conversión de alcohol laurílico fue del 73%, el contenido de poliglicerol en el producto de reacción fue del 2,5% en masa, y el resto poliglicerilo del lauril poligliceril éter resultante tenía un grado de polimerización promedio en masa de 1,36.

Ejemplo 2

Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 200 ml con 50,00 g (0,27 mol) de alcohol laurílico y 2,50 g de la zeolita 400 tipo Na-Y obtenida en el Ejemplo de Preparación 2, y los contenidos del matraz se calentaron a 200°C mientras se agitaba bajo un flujo de nitrógeno. A continuación, mientras la temperatura se mantenía a 200°C, se gotearon 9,89 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. Después de esto, se gotearon 9,77 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. A continuación, se gotearon otros 10,09 g (0,14 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas, obteniéndose, de esta forma, 80,33 g de un producto de reacción final. La mezcla de reacción se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Además, se confirmó que la proporción de conversión de alcohol laurílico fue del 73,5%, el contenido de poliglicerol en el producto de reacción fue del 2,5% en masa, y el resto poliglicerilo del lauril poligliceril éter resultante tenía un grado de polimerización promedio en masa de 1,35.

Ejemplo 3 (Ejemplo que no entra dentro del ámbito de la invención como reivindicado)

Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 200 ml con 50,02 g (0,27 mol) de alcohol laurílico y zeolita tipo Na-Y ("HSZ-320NAA" disponible de Tosoh Corp.; relación molar Al/Si: 0,35; relación molar cationes/Al: 1,00), a continuación, los contenidos del matraz se calentaron a 200°C mientras se agitaba bajo un flujo de nitrógeno. A continuación, mientras la temperatura se mantenía a 200°C, se gotearon 10,21 g (0,14 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. Después de esto, se gotearon 9,53 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. A continuación, se gotearon otros 10,05 g (0,14 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas, obteniéndose, de esta forma, 80,15 g de un producto de reacción final. La mezcla de reacción se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Además, se confirmó que la proporción de conversión de alcohol laurílico fue del 62,2%, el contenido de poliglicerol en el producto de reacción fue del 10% en masa, y el resto poliglicerilo del lauril poligliceril éter resultante tenía un grado de polimerización promedio en masa de 1,10.

Ejemplo 4

Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 200 ml con 50,00 g (0,27 mol) de alcohol laurílico y 2,50 g de la Mordenita-Na 240 obtenida en el Ejemplo de Preparación 3, y los contenidos del matraz se calentaron a 200°C mientras se agitaba bajo un flujo de nitrógeno. A continuación, mientras la temperatura se mantenía a 200°C, se gotearon 10,14 g (0,14 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. Después de esto, se gotearon 9,93 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. A conti-

nuación, se gotearon otros 9,79 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas, obteniéndose, de esta forma, 77,38 g de un producto de reacción final. La mezcla de reacción se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Además, se confirmó que la proporción de conversión de alcohol laurílico fue del 75,6%, el contenido de poliglicerol en el producto de reacción fue del 2,3% en masa, y el resto poliglicerilo del lauril poligliceril éter resultante tenía un grado de polimerización promedio en masa de 1,37.

Ejemplo 5

Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 200 ml con 50,00 g (0,27 mol) de alcohol laurílico y 2,50 g de la zeolita Na- β obtenida en el Ejemplo de Preparación 4, y los contenidos del matraz se calentaron a 200°C mientras se agitaba bajo un flujo de nitrógeno. A continuación, mientras la temperatura se mantenía a 200°C, se gotearon 10,41 g (0,14 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. Después de esto, se gotearon 9,58 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. A continuación, se gotearon otros 9,99 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas, obteniéndose, de esta forma, 77,00 g de un producto de reacción final. La mezcla de reacción se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Además, se confirmó que la proporción de conversión de alcohol laurílico fue del 66,6%, el contenido de poliglicerol en el producto de reacción fue del 9,2% en masa, y el resto poliglicerilo del lauril poligliceril éter resultante tenía un grado de polimerización promedio en masa de 1,13.

Ejemplo 6 (Ejemplo que no entra dentro del ámbito de la invención como reivindicado)

Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 200 ml con 50,00 g (0,27 mol) de alcohol laurílico y 2,50 g de la zeolita 100 tipo Na-Y obtenida en el Ejemplo de Preparación 5, y los contenidos del matraz se calentaron a 200°C mientras se agitaba bajo un flujo de nitrógeno. A continuación, mientras la temperatura se mantenía a 200°C, se gotearon 9,94 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. Después de esto, se gotearon 9,80 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. A continuación, se gotearon otros 9,98 g (0,14 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas, obteniéndose, de esta forma, 76,60 g de un producto de reacción final. La mezcla de reacción se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Además, se confirmó que la proporción de conversión de alcohol laurílico fue del 53,2%, el contenido de poliglicerol en el producto de reacción fue del 20,0% en masa, y el resto poliglicerilo del lauril poligliceril éter resultante tenía un grado de polimerización promedio en masa de 0,87.

Ejemplo 7

Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 200 ml con 50,00 g (0,27 mol) de alcohol laurílico y 2,50 g de la zeolita 400 tipo Mg-Y obtenida en el Ejemplo de Preparación 6, y los contenidos del matraz se calentaron a 200°C mientras se agitaba bajo un flujo de nitrógeno. A continuación, mientras la temperatura se mantenía a 200°C, se gotearon 9,78 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. Después de esto, se gotearon 9,89 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. A continuación, se gotearon otros 10,33 g (0,14 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas, obteniéndose, de esta forma, 78,32 g de un producto de reacción final. La mezcla de reacción se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Además, se confirmó que la proporción de conversión de alcohol laurílico fue del 54,2%, el contenido de poliglicerol en el producto de reacción fue del 16,0% en masa, y el resto poliglicerilo del lauril poligliceril éter resultante tenía un grado de polimerización promedio en masa de 0,71.

Ejemplo 8

Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 200 ml con 50,00 g (0,27 mol) de alcohol laurílico y 2,50 g de la zeolita 400 tipo Cs-Y obtenida en el Ejemplo de Preparación 7, y los contenidos del matraz se calentaron a 200°C mientras se agitaba bajo un flujo de nitrógeno. A continuación, mientras la temperatura se mantenía a 200°C, se gotearon 9,92 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. Después de esto, se gotearon 10,11 g (0,14 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. A conti-

nuación, se gotearon otros 10,12 g (0,14 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas, obteniéndose, de esta forma, 81,02 g de un producto de reacción final. La mezcla de reacción se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Además, se confirmó que la proporción de conversión de alcohol laurílico fue del 76,5%, el contenido de poliglicerol en el producto de reacción fue del 3,0% en masa, y el resto poliglicerilo del lauril poligliceril éter resultante tenía un grado de polimerización promedio en masa de 1,40.

Ejemplo Comparativo 1

Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 200 ml con 50,00 g (0,27 mol) de alcohol laurílico y el alcohol laurílico del matraz se calentó a 200°C mientras se agitaba bajo un flujo de nitrógeno. A continuación, mientras la temperatura se mantenía a 200°C, se gotearon 9,83 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. Después de esto, se gotearon 10,02 g (0,14 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. A continuación, se gotearon otros 9,96 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas, obteniéndose, de esta forma, 78,63 g de un producto de reacción final. La mezcla de reacción se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Además, se confirmó que la proporción de conversión de alcohol laurílico fue del 46,3%, el contenido de poliglicerol en el producto de reacción fue del 27,0% en masa, y el resto poliglicerilo del lauril poligliceril éter resultante tenía un grado de polimerización promedio en masa de 0,44.

Ejemplo Comparativo 2

Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 200 ml con 30,08 g (0,16 mol) de alcohol laurílico y 1,50 g de zeolita tipo H-Y de intercambio de iones ("HSZ-390HUA" disponible de Tosoh Corp., composición (en peso): Si: 46%, Al:0,12%, sodio: no detectado, y nitrógeno: no detectado; relación molar Al/Si: 0,0027), y los contenidos del matraz se calentaron a 150°C mientras se agitaba bajo un flujo de nitrógeno esto fue debido a que cuando se calentó a 200°C, el líquido de reacción resultante se agitó difícilmente debido a la rápida producción de polímeros obtenidos del glicidol). A continuación, mientras la temperatura se mantenía a 150°C, se gotearon 18,39 g (0,25 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas. Después de completado el goteo, el líquido de reacción resultante se mantuvo en un estado de suspensión viscosa y, por ello, se agitó difícilmente. Por esta razón, se interrumpió la agitación del líquido de reacción, y el líquido de reacción se sometió a filtración para separar el producto de reacción final de la misma. Como un resultado del análisis de la solución del producto de reacción final así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 94,0%). Además, se confirmó que la proporción de conversión de alcohol laurílico fue del 5,4% y el contenido de los componentes sólidos de la misma incluida la zeolita recuperada fue del 32% en masa sobre la base de los materiales totales cargados.

Ejemplo Comparativo 3

Se cargó un matraz de fondo redondo de cuatro bocas de 200 ml con 50,00 g (0,27 mol) de alcohol laurílico y 2,51 g de carbón activado ("Shirasagi A" disponible de Japan Enviro Chemicals, Ltd.), y los contenidos del matraz se calentaron a 200°C mientras se agitaba bajo un flujo de nitrógeno. A continuación, mientras la temperatura se mantenía a 200°C, se gotearon 10,24 g (0,14 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. Después de esto, se gotearon 9,91 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas. A continuación, se gotearon otros 9,90 g (0,13 mol) de glicidol dentro del matraz durante 3 horas, y los contenidos del matraz se agitaron continuamente tal cuales durante 4 horas, obteniéndose, de esta forma, 77,99 g de un producto de reacción final. La mezcla de reacción se sometió a filtración para separar la zeolita de la misma. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Además, se confirmó que la proporción de conversión de alcohol laurílico fue del 39,6%, el contenido de poliglicerol en el producto de reacción fue del 21,7% en masa, y el resto poliglicerilo del lauril poligliceril éter resultante tenía un grado de polimerización promedio en masa de 0,64.

TABLA 1

	Zeolita				Condiciones de reacción	Proporción de conversión de alcohol laurílico (%)	Sub-productos (% en masa)
	Tipo	Al/Si (mol/mol)	Cationes	Cationes/Al (mol/mol)			
Ejemplo 1	Y	0,0027	PyH ⁺	0,96	A	73,7	2,5
Ejemplo 2	Y	0,0025	Na ⁺	0,32	A	73,5	2,5
Ejemplo 3*	Y	0,35	Na ⁺	1,0	A	62,2	10
Ejemplo 4	Mordenita	0,0075	Na ⁺	2,2	A	75,6	2,3
Ejemplo 5	β	0,0053	Na ⁺	1,2	A	66,6	9,2
Ejemplo 6*	Y	0,017	Na ⁺	0,69	A	53,2	20
Ejemplo 7	Y	0,0029	Mg ²⁺	0,18	A	54,2	16
Ejemplo 8	Y	0,0028	Cs ⁺	0,22	A	76,5	3,0
Ejemplo Comparativo 1	No usado				A	46,3	27
Ejemplo Comparativo 2	Y	0,0027	Sin intercambio de cationes	No detectado	B	5,4	30
Ejemplo Comparativo 3	En su lugar se usó carbón activado				A	39,6	22

* Ejemplos que no entran dentro del ámbito de la invención como reivindicados

Los detalles de las condiciones de reacción A y B que aparecen en la Tabla 1 son los siguientes.

(Condiciones de reacción A)

- 5
- Relación de carga: Alcohol laurílico:glicidol = 1:1,5 (relación molar); zeolita (en el Ejemplo Comparativo 3 se usó en su lugar carbón activado): 5% en masa (en base al alcohol laurílico)
 - Temperatura de reacción: 200°C
- 10
- Condiciones de adición del glicidol: Después de goteo de 0,5 equivalentes de glicidol (en base al alcohol laurílico) durante 3 horas, la mezcla obtenida se agitó durante 4 horas, y este procedimiento se repitió tres veces.

(Condiciones de reacción B)

- Relación de carga: Alcohol laurílico:glicidol = 1:1,5 (relación molar); zeolita: 5% en masa (en base al alcohol laurílico)
 - Temperatura de reacción: 150°C
- 15
- Condiciones de adición del glicidol: Se goteó glicidol en una cantidad de 1,5 equivalentes (en base al alcohol laurílico) durante 3 horas.

A partir de los resultados mostrados en la Tabla 1, se admite que en el procedimiento de la presente invención, incluso cuando la proporción de conversión del alcohol se incrementó, fue posible suprimir la producción de poliglicérol como un sub-producto.

Ejemplo 9

Se cargó un autoclave de 500 ml con 150,00 g (0,80 mol) de alcohol laurílico, 7,51 g (5% en masa en base al alcohol laurílico) de la zeolita 400 tipo Na-Y obtenida en el Ejemplo de Preparación 2 como un catalizador, y 29,8 g (0,40 mol, 0,5 equivalentes en base al alcohol laurílico) de glicidol, y se incrementó una presión interior del autoclave a 0,3 MPa (presión de manómetro) (aumentada a 0,6 MPa (presión de manómetro) después del calentamiento) mediante la introducción de nitrógeno dentro del mismo, y además los contenidos del autoclave se calentaron a 230°C mientras se agitaba (durante lo cual la temperatura comenzó a aumentar desde 25°C a una velocidad de aumento de 6,8°C/min.; presión parcial de glicidol: 0,25 MPa). Los contenidos del autoclave se hicieron reaccionar entre sí durante 4 horas a partir del momento (0 horas) en el cual la temperatura alcanzó los 230°C, obteniéndose, de esta forma, 187,2 g de un producto de reacción final. La mezcla de reacción se sometió a filtración para separar el catalizador de la misma. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 10

De la misma manera que en el Ejemplo 9, los contenidos del autoclave se calentaron a 230°C (en el cual la temperatura comenzó a aumentar desde 25°C a una velocidad de aumento de 6,8°C/min.; presión parcial de glicidol: 0,25 MPa) y, a continuación, se hicieron reaccionar entre sí durante 4 horas a partir del momento (0 horas) en el cual la temperatura alcanzó los 230°C. Después de esto, se agregaron 29,8 g (0,40 mol; 0,5 equivalentes en base al alcohol laurílico) adicionales al autoclave, y los contenidos del autoclave se hicieron reaccionar entre sí otras 4 horas, obteniéndose, de esta forma, 217,1 g de un producto de reacción final. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 11

De la misma manera que en el Ejemplo 9, los contenidos del autoclave se calentaron a 230°C (en el cual la temperatura comenzó a aumentar desde 25°C a una velocidad de aumento de 6,8°C/min.; presión parcial de glicidol: 0,25 MPa) y, a continuación, se hicieron reaccionar entre sí durante 4 horas a partir del momento (0 horas) en el cual la temperatura alcanzó los 230°C. Después de esto, se agregaron 29,8 g (0,40 mol; 0,5 equivalentes en base al alcohol laurílico) adicionales al autoclave, y los contenidos del autoclave se hicieron reaccionar entre sí otras 4 horas. A continuación, se agregaron otros 29,8 g (0,40 mol; 0,5 equivalentes en base al alcohol laurílico) de glicidol al autoclave, y los contenidos del autoclave se hicieron reaccionar entre sí otras 4 horas, obteniéndose, de esta forma, 246,9 g de un producto de reacción final. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 12

De la misma manera que en el Ejemplo 9, excepto que el glicidol se cargó en una cantidad de 89,54 g (1,21 mol; 1,5 equivalentes en base al alcohol laurílico), los contenidos del autoclave se calentaron a 230°C (en el cual la temperatura comenzó a aumentar desde 25°C a una velocidad de aumento de 6,8°C/min.; presión parcial de glicidol: 0,36 MPa) y, a continuación, se hicieron reaccionar entre sí durante 4 horas a partir del momento (0 horas) en el cual la temperatura alcanzó los 230°C, obteniéndose, de esta forma, 215,8 g de un producto de reacción final. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 13

De la misma manera que en el Ejemplo 9, excepto que el glicidol se cargó en una cantidad de 89,60 g (1,21 mol; 1,5 equivalentes en base al alcohol laurílico), los contenidos del autoclave se calentaron a 250°C (en el cual la temperatura comenzó a aumentar desde 25°C a una velocidad de aumento de 7,5°C/min.; presión parcial de glicidol: 0,48 MPa) y, a continuación, se hicieron reaccionar entre sí durante 3 horas a partir del momento (0 horas) en el cual la temperatura alcanzó los 250°C, obteniéndose, de esta forma, 232,2 g de un producto de reacción final. Como un resultado del análisis del producto de reacción así obtenido mediante cromatografía de gas, se confirmó que se produjo lauril poligliceril éter (proporción de conversión de glicidol: 99% o más). Los resultados se muestran en la Tabla 2.

TABLA 2

		Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo 12	Ejemplo 13
Glicidol	Cantidad agregada [equivalente/alcohol laurílico]	0,5	1,0	1,5	1,5	1,5
	Procedimiento de adición	Agregada de una vez	Agregada intermitentemente dividida en dos partes	Agregada intermitentemente dividida en tres partes	Agregada de una vez	Agregada de una vez
Condiciones de reacción	Temperatura de reacción [°C]	230	230	230	230	250
	Tiempo de reacción [horas]	4	8	12	4	3
	Presión de manómetro [MPa]	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
	Concentración de glicol en fase vapor [% en volumen]	41,6	41,2	41,4	65,7	63,8
Proporción de conversión de alcohol laurílico [%]		34,2	56,5	70,2	66,0	65,5
Contenido de poliglicerol [% en masa]		1,4	2,9	4,6	7,5	7,7
Contenido de glicerol éter [% en masa]		40,6	62,4	74,6	68,1	65,6
Presencia o no presencia de depósitos		Ninguna	Ninguna	Ninguna	Ninguna	Ninguna

Sin embargo, la "Concentración de glicidol en la fase vapor (% en volumen)" que aparece en la Tabla 2, se calculó a partir de la fórmula siguiente:

$$5 \quad \text{Concentración de glicidol en la fase vapor (\% en volumen)} = \frac{\text{volumen de glicidol en la fase vapor}}{[\text{volumen de gas inerte en la fase vapor} + \text{volumen de glicidol en la fase vapor}]}$$

En la fórmula anterior, el "volumen de gas inerte en la fase vapor" y el "volumen de glicidol en la fase vapor" se determinaron respectivamente a partir de las cantidades de los gases respectivos cargadas de acuerdo con el conocido cálculo del equilibrio vapor-líquido. A partir de los resultados mostrados en la Tabla 2, se admite que cuando la reacción se ha llevado a cabo, en particular, bajo condiciones de presión aplicada, la producción de poliglicerol podría suprimirse incluso en un caso de alta temperatura en la cual la cantidad de poliglicerol producida tiende a incrementarse, de manera que fue posible producir el poligliceril éter objetivo de una manera más eficaz.

Aplicabilidad industrial

15 En el procedimiento para la producción de derivados de poligliceril éter de acuerdo con la presente invención, es posible lograr una reacción de adición altamente selectiva de un alcohol y glicidol, y suprimir la producción de poliglicerol como un sub-producto, incluso cuando se incrementa una proporción de conversión del alcohol. Además, en el procedimiento de la presente invención, la etapa de separación del catalizador puede simplificarse, dando como resultado un procedimiento económico e industrialmente ventajoso.

20 Además, los derivados de poligliceril éter obtenidos son útiles como un tensioactivo no iónico y, en consecuencia, pueden usarse ampliamente en diversas aplicaciones industriales tales como alimentos, cosméticos, perfumes, productos químicos agrícolas y fármacos, por ejemplo, con fines de emulsificación, solubilización, dispersión, limpieza, espumación, des-espumación, penetración, efecto antibacteriano, etc.

REIVINDICACIONES

- 5 **1.** Un procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter, que comprende la etapa de reacción de un alcohol (excepto para glicidol y glicerol) con glicidol en la presencia de un aluminosilicato cuyos iones hidrógeno son iones parcialmente o totalmente intercambiados con al menos un catión seleccionado entre el grupo que consiste en iones amonio y cationes de elementos metálicos, en el que la relación molar de un átomo de aluminio (Al) a un átomo de silicio (Si) (Al/Si) en el aluminosilicato es mayor de 0 e igual o menor de 0,01.
- 2.** El procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter de acuerdo con la reivindicación 1, en el que los cationes de los elementos metálicos incluyen al menos un catión seleccionado entre el grupo que consiste en cationes monovalentes y cationes divalentes de elementos metálicos.
- 10 **3.** El procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en el que los cationes de los elementos metálicos incluyen al menos un catión seleccionado entre el grupo que consiste en iones de metales alcalinos e iones de metales alcalinotérreos.
- 15 **4.** El procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende la etapa de reacción de un alcohol (excepto para glicidol y glicerol) con glicidol en la presencia de un aluminosilicato cuyos iones hidrógeno son iones parcialmente o totalmente intercambiados con al menos un catión seleccionado entre el grupo que consiste en ion piridinio, ion sodio, ion potasio e ion cesio.
- 5.** El procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el aluminosilicato es zeolita.
- 20 **6.** El procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la zeolita es al menos una zeolita seleccionada entre el grupo que consiste en una zeolita tipo β , una zeolita tipo mor-denita y ZSM-5.
- 7.** El procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter de acuerdo con una cualquiera de las reivindi-caciones 1 a 6, en el que el aluminosilicato tiene un tamaño de partícula promedio (diámetro medio) de desde 0,5 hasta 100 μm .
- 25 **8.** El procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter de acuerdo con una cualquiera de las reivindi-caciones 1 a 7, en el que el alcohol es un compuesto representado por la fórmula general (1):
- $$\text{R}^1-(\text{OA}^1)_n-(\text{OA}^2)_m-\text{OH} \quad (1)$$
- 30 en la que R^1 es un grupo hidrocarburo que tiene 1 a 36 átomos de carbono; A^1 es un grupo alcanodiilo lineal o rami-ficado que tiene 2 a 4 átomos de carbono; A^2 es un grupo alcanodiilo lineal o ramificado que contiene un grupo hidroxilo que tiene 2 a 4 átomos de carbono; y n y m representan los grados de polimerización promedio en masa del grupo OA^1 y el grupo OA^2 , respectivamente, en la cual n es un número de desde 0 hasta 20 y m es un número de desde 0 hasta 2.
- 9.** El procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter de acuerdo con una cualquiera de las reivindi-caciones 1 a 8, en el que el alcohol es un alcohol alifático que contiene 8 a 18 átomos de carbono.
- 35 **10.** El procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter de acuerdo con una cualquiera de las reivindi-caciones 1 a 9, en el que la cantidad del aluminosilicato es desde 0,01 hasta 200% en masa en base del alcohol.
- 11.** El procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter de acuerdo con una cualquiera de las reivindi-caciones 8 a 10, en el que el glicidol se usa en una cantidad de desde 0,5 hasta 30 mol por 1 mol del alcohol repre-sentado por la fórmula general (1).
- 40 **12.** El procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter de acuerdo con una cualquiera de las reivindi-caciones 1 a 11, en el que la presión (presión de manómetro) en el sistema de reacción es desde 0,1 hasta 10 MPa.
- 13.** El procedimiento de producción de un derivado de poligliceril éter de acuerdo con una cualquiera de las reivindi-caciones 1 a 12, en el que la temperatura de reacción es desde 100 hasta 250°C.