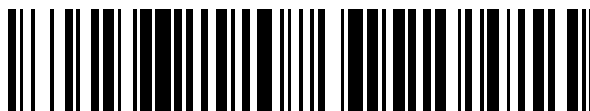


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 487 650**

51 Int. Cl.:

C08L 81/02 (2006.01)

B29C 49/00 (2006.01)

C08G 65/26 (2006.01)

C08G 18/48 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.04.2011 E 11716401 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.06.2014 EP 2563860**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de polialcoholéteres**

30 Prioridad:

26.04.2010 EP 10161041

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

22.08.2014

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**ZARBAKSH, SIRUS;
SCHÜTTE, MARKUS y
FRICKE, MARC**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 487 650 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

Procedimiento para la preparación de polialcoholéteres

Es objeto de la invención un procedimiento para la preparación de polialcoholéteres por adición de óxidos de alquileo a sustancias iniciadoras H-funcionales, en particular a aminas aromáticas.

5 Los polialcoholéteres basados en aminas aromáticas, en particular en metilendianilina (MDA), que la mayoría de las veces se presenta en mezclas con sus productos de condensación polinucleares (p-MDA), y en toluilendiamina (TDA), y su uso para la preparación de poliuretano es ya conocida desde hace mucho. La aplicación de estos productos se realiza principalmente para la fabricación de espumas duras de poliuretano.

10 La preparación de estos productos se realiza habitualmente por reacción de las aminas aromáticas con óxidos de alquileo, en particular de óxido de etileno y/o óxido de propileno, la mayoría de las veces en presencia de un catalizador.

15 El documento US4209609 describe la preparación de polioles de TDA en el intervalo de índice de hidroxilo de 400-630 mg de KOH/g, que se preparan haciendo reaccionar primeramente TDA con aprox. 4 mol de óxido de etileno y a continuación con óxido de propileno. Estos polioles de TDA muestran algunas ventajas (p.ej. baja conductividad térmica). Otros procedimientos de preparación están descritos en los documentos DE4232970A1 y US4562290. La preparación de polioles de TDA catalizados con amina que primeramente se mezclan con 2-5 mol de óxido de etileno y luego con óxido de propileno está descrita en los documentos EP0318784B1 y DE3740634.

20 En los polialcoholéteres descritos siempre hay óxido de etileno contenido en la cadena de poliéter. Esto conduce a una baja viscosidad deseada de los polialcoholéteres. Por otro lado la presencia de óxido de etileno en la cadena de poliéter conduce a una peor compatibilidad con los agentes de expansión, en particular cuando se utilizan hidrocarburos como agentes de expansión.

25 Los poliéteres de óxido de propileno puros son en el intervalo indicado de índices de hidroxilo, como se ha descrito, muy viscosos. Frecuentemente la viscosidad se encuentra en un orden de > 55000 mPas a 25 °C. Esto está descrito por ejemplo en los documentos EP0318784 y WO2005/044889. Los polialcoholéteres con una viscosidad tan alta son inapropiados para el procesamiento en sistemas de PU. Por una parte son necesarias altas presiones para bombear estos polioles. De este modo las máquinas se ven afectadas. Por otra parte los polioles con altas viscosidades empeoran la capacidad de fluencia del sistema de poliuretano.

30 El documento US4391728 describe la preparación de polioles de TDA de baja viscosidad mediante catálisis con KOH y a temperaturas superiores a 140 °C. Como óxido de alquileo se utiliza exclusivamente óxido de propileno. Para la reacción es necesario al menos un 0,8% de hidróxido de metal alcalino como catalizador. Cuando se utilizan hidróxidos de metal alcalino como catalizador es necesario un procesamiento costoso, como por ejemplo neutralización y subsiguiente filtración, en particular con tales altos contenidos de catalizador.

35 El documento DE 2017038 describe un procedimiento para la preparación de polialcoholéteres basados en orto-TDA y óxido de propileno en el que se utiliza hidróxido de potasio como catalizador. Los polialcoholéteres preparados por este procedimiento presentan viscosidades muy altas. Así, en el Ejemplo 1 se describen polialcoholéteres basados en TDA con un índice de hidroxilo de 435 mg de KOH/g y una viscosidad de 59500 mPas a 25 °C. A este respecto, al inicio de la reacción se adiciona en cada caso solamente una cantidad pequeña de óxido de alquileo en ausencia de un catalizador (como máximo 1,3 mol de óxido de alquileo por mol de TDA). La viscosidad puede reducirse principalmente utilizando mayores proporciones de co-iniciadores, por ejemplo trietanolamina. Tales polioles no pueden utilizarse sin embargo para todas las aplicaciones, en particular en el campo de las espumas duras de poliuretano. En particular por la menor funcionalidad y el menor contenido de proporciones aromáticas en el polialcoholéter no se presentan o solo en demasiado pequeña medida muchas de las ventajas asociadas con la utilización de polialcoholéteres basados en aminas aromáticas.

45 Era el objetivo de la presente invención desarrollar polialcoholéteres basados en aminas aromáticas, en particular en TDA, en cuya preparación se utilizara esencialmente exclusivamente óxido de propileno como óxido de alquileo, y en los que no se presentaran los inconvenientes del estado de la técnica. En particular estos polialcoholéteres deberían contener una baja viscosidad y un bajo contenido de aminas aromáticas utilizadas como compuestos iniciadores que no hubieran reaccionado.

50 Sorprendentemente se ha encontrado que utilizando catalizadores amina se obtienen polioles basados en aminas aromáticas, en particular en TDA, que presentan una baja viscosidad y contienen solo óxido de propileno como óxido de alquileo.

Es objeto de la invención en consecuencia un procedimiento para la preparación de polialcoholéteres por reacción

de a) aminas aromáticas con b) óxidos de alquileo en presencia c) de un catalizador, caracterizado porque el óxido de alquileo b) contiene en al menos el 90% en peso, referido al peso del componente b), óxido de propileno y porque como catalizador c) se utiliza imidazol.

5 Son también objeto de la invención los polialcoholéteres preparados según el procedimiento conforme a la invención así como su uso para la preparación de poliuretanos.

Como aminas aromáticas a) pueden utilizarse principalmente todas las aminas aromáticas conocidas con al menos uno, preferentemente al menos dos y con especial preferencia con dos grupos amino. Los grupos amino son habitualmente grupos amino primarios.

10 En una forma de realización preferida del procedimiento conforme a la invención las aminas aromáticas se seleccionan del grupo que contiene anilina, TDA, MDA y p-MDA, con especial preferencia del grupo que contiene TDA y p-MDA. En particular se usa TDA.

Cuando se usa TDA pueden utilizarse todos los isómeros, solos o en mezclas discretionales entre sí. En particular pueden utilizarse 2,4-TDA, 2,6-TDA, mezclas de 2,4-TDA y 2,6-TDA, 2,3-TDA, 3,4-TDA, mezclas de 3,4-TDA y 2,3-TDA, así como mezclas de todos los isómeros indicados.

15 La 2,3-TDA y 3,4-TDA se designan frecuentemente también como orto-TDA o como TDA vecinal (vec-TDA). Ambos términos se usan como sinónimos. La TDA puede ser exclusivamente vecinal. En una forma de realización especialmente preferida del procedimiento conforme a la invención la TDA está constituida en al menos el 90% en peso, con especial preferencia en al menos el 95% en peso y en particular en al menos el 98% en peso, respectivamente referido al peso de la TDA, por TDA vecinal.

20 Como óxido de alquileo b) se usa preferentemente exclusivamente óxido de propileno. Puede ser ventajoso para determinadas aplicaciones cutilizar una cantidad pequeña de óxido de etileno. Para evitar los inconvenientes expuestos anteriormente la proporción de óxido de etileno no debe sobrepasar el 10% en peso. Preferentemente el contenido de óxido de etileno en esta forma de realización se encuentra entre mayor de cero y 10% en peso, con especial preferencia entre mayor de cero y 5% en peso y en particular entre mayor de cero y 2% en peso, respectivamente referido al peso de los óxidos de alquileo b).

En caso de que se utilice óxido de etileno, este puede adicionarse como bloque o como mezcla con óxido de propileno. En la adición como bloque la adición se realiza preferentemente sin catalizar al principio de la reacción. La adición de mezclas puede realizarse también a lo largo de toda la reacción.

Como catalizador c) se utiliza imidazol.

30 En una forma de realización preferida de la invención el catalizador c) es imidazol

El catalizador c) se utiliza a este respecto preferentemente en una cantidad de 0,1-1,0% en masa, referida a la suma del peso de los componentes a), b) y c).

Los catalizadores amina heterocíclica c), en particular los imidazoles, se utilizan preferentemente en una cantidad de 0,01 a 0,5% en masa, referida a la suma del peso de los componentes a), b) y c).

35 El catalizador c) puede añadirse al principio de la reacción. A este respecto el catalizador c) puede añadirse antes de la adición de los óxidos de alquileo o, menos preferentemente, simultáneamente con el inicio de la dosificación de los óxidos de alquileo.

40 En una forma de realización especialmente preferida de la invención al principio de la reacción la adición de los óxidos de alquileo puede realizarse sin catalizar y añadir el catalizador durante la reacción. Preferentemente la adición del catalizador en esta forma de realización se realiza después de la dosificación de hasta 3,4 mol de óxido de propileno por mol de amina aromática a), con especial preferencia de hasta 3,0 mol de óxido de propileno por mol de amina aromática a).

45 La reacción de las aminas con el óxido de alquileo se realiza por procedimientos habituales y descritos por ejemplo en el documento EP 318 784. Como se ha descrito, el catalizador puede añadirse antes de la reacción, simultáneamente con el inicio de la dosificación de los óxidos de alquileo o durante la reacción. Antes de la dosificación de los óxidos de alquileo la mezcla iniciadora puede someterse a arrastre, preferentemente a una presión de 1-100 kPa y a una temperatura de 25-150 °C.

Las aminas aromáticas a) utilizadas como sustancia iniciadora en una forma de realización preferida de la invención pueden utilizarse como única sustancia iniciadora.

- 5 En otra forma de realización de la invención las aminas aromáticas pueden utilizarse en combinación con otros compuestos ai) con al menos dos átomos de hidrógeno reactivos con grupos isocianato. En el caso de los compuestos ai) se trata preferentemente de alcoholes o aminoalcoholes con un peso molecular de 40-400 g/mol, en particular de 60-120 g/mol y 1 a 8, preferentemente 2 a 3, grupos hidroxilo. Los compuestos ai) se designan también en lo que sigue como co-iniciadores.
- Preferentemente el compuesto ai) se selecciona del grupo que contiene etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, glicerina y trietanolamina y sus productos de reacción con óxidos de alquileo.
- En otra forma de realización ai) puede ser agua.
- 10 La utilización de los compuestos ai) se realiza preferentemente en una cantidad de 0,1 a 20% en peso, preferentemente de 0,1 a 10% en peso, en particular de 0,1 a 5% en peso, respectivamente referida a la suma del peso de los componentes a), b) y c).
- 15 La adición de los óxidos de alquileo se lleva a cabo preferentemente a una temperatura entre 90 y 150 °C y una presión entre 10 y 800 kPa. A la dosificación de los óxidos de alquileo le sigue habitualmente una fase de post-reacción para la reacción más completa posible de los óxidos de alquileo. El polialcoholéter bruto así obtenido se libera por destilación, preferentemente a vacío, de óxido de alquileo que no haya reaccionado y de compuestos volátiles.
- Los polialcoholéteres preparados según el procedimiento conforme a la invención presentan preferentemente un índice de hidroxilo en el intervalo entre 200 y 800 mg de KOH/g, con especial preferencia de 350 a 550 mg de KOH/g y en particular de 350 a 470 mg de KOH/g.
- 20 Los polialcoholéteres preparados según el procedimiento conforme a la invención pueden utilizarse para la preparación de poliuretanos, en particular de espumas duras de poliuretano.
- Debido a su baja viscosidad los sistemas de poliuretano preparados usando los polialcoholéteres conforme a la invención presentan una buena procesabilidad, en particular una buena capacidad de fluencia.
- 25 Son bien compatibles con agentes de expansión, en particular con agentes de expansión basados en hidrocarburos, y presentan una buena estabilidad en almacenamiento. También se incrementa la compatibilidad con el componente de isocianato, lo que conduce a un desmoldeo más rápido.
- La reacción de la TDA con los óxidos de alquileo es prácticamente cuantitativa, en los polialcoholéteres conforme a la invención ya no se encuentra prácticamente TDA libre alguna.
- 30 Como ya se ha expuesto, los polialcoholéteres conforme a la invención pueden hacerse reaccionar con poliisocianatos para dar espumas duras de poliuretano.
- De las sustancias de partida utilizadas para ello debe de decirse en particular lo siguiente:
- Como poliisocianatos orgánicos se consideran preferentemente isocianatos aromáticos polifuncionales.
- 35 En particular son de mencionar a modo de ejemplo: 2,4- y 2,6-toluidiisocianato (TDI) y las correspondientes mezclas de isómeros, 4,4'-, 2,4'- y 2,2'-difenilmetanodiisocianato (MDI) y las correspondiente mezclas de isómeros, mezclas de 4,4'- y 2,4'-difenilmetanodiisocianatos y en la fabricación de espumas duras de poliuretano en particular mezclas de 4,4'-, 2,4'- y 2,2'-difenilmetanodiisocianatos y polifenilpolimetilendiisocianatos (MDI bruto).
- Los polialcoholéteres conforme a la invención se utilizan habitualmente en mezcla con otros compuestos con al menos dos átomos de hidrógeno reactivos con isocianato.
- 40 Como compuestos con al menos dos átomos de hidrógeno reactivos con isocianato que pueden usarse conjuntamente con los polialcoholéteres utilizados conforme a la invención se utilizan en particular polialcoholéteres y/o polialcoholésteres con índices de OH en el intervalo de 100 a 1200 mg de KOH/g.
- 45 Los polialcoholésteres usados conjuntamente con los polialcoholéteres conforme a la invención se preparan mayoritariamente por condensación de alcoholes polifuncionales, preferentemente dioles con 2 a 12 átomos de carbono, preferentemente 2 a 6 átomos de carbono, con ácidos carboxílicos polifuncionales con 2 a 12 átomos de carbono, por ejemplo ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido decanodicarboxílico, ácido maleico, ácido fumárico y preferentemente ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico y los ácidos naftalenodicarboxílicos isómeros.
- Los polialcoholéteres usados conjuntamente con los polialcoholéteres utilizados conforme a la invención tienen mayoritariamente una funcionalidad entre 2 y 8, en particular de 3 a 8.

En particular se utilizan polialcoholéteres que se preparan por procedimientos conocidos, por ejemplo por polimerización aniónica de óxidos de alquileo en presencia de catalizadores, preferentemente aminas y/o hidróxidos alcalinos.

5 Como óxidos de alquileo se utilizan mayoritariamente óxido de etileno y/o óxido de propileno, preferentemente óxido de 1,2-propileno puro.

Como moléculas iniciadoras se utilizan en particular compuestos con al menos 2, preferentemente 4 a 8, grupos hidroxilo o con al menos dos grupos amino primarios en la molécula.

10 Como moléculas iniciadoras con al menos 2, preferentemente 3 a 8, grupos hidroxilo en la molécula se utilizan preferentemente trimetilolpropano, glicerina, pentaeritrita, aceite de ricino, compuestos azúcar como por ejemplo glucosa, sorbita, manita y sacarosa, fenoles polifuncionales, resoles, como p.ej. productos de condensación oligoméricos de fenol y formaldehído y condensados de Mannich de fenoles, formaldehído y dialcanolaminas así como melamina.

Los polialcoholéteres poseen una funcionalidad de preferentemente 2 a 8 e índices de hidroxilo de preferentemente 100 mg de KOH/g a 1200 mg de KOH/g y en particular de 120 mg de KOH/g a 570 mg de KOH/g.

15 Utilizando polioles difuncionales, por ejemplo polietilenglicoles y/o polipropilenglicoles, con un peso molecular Mw en el intervalo entre 500 y 1500 g/mol en el componente de polioliol puede ajustarse la viscosidad del componente de polioliol.

20 A los compuestos con al menos dos átomos de hidrógeno reactivos frente a isocianato pertenecen también los alargadores de cadena y reticulantes dado el caso cutilizados. Las espumas duras de poliuretano pueden fabricarse sin o con cutilización de alargadores de cadena y/o reticulantes. Para la modificación de las propiedades mecánicas puede resultar ser ventajosa la adición de alargadores de cadena difuncionales, reticulantes trifuncionales y de mayor funcionalidad o dado el caso también mezclas de los mismos. Como alargadores de cadena y/o reticulantes se usan preferentemente alcanolaminas y en particular dioles y/o trioles con pesos moleculares menores de 400 g/mol, preferentemente de 60 a 300 g/mol.

25 Los alargadores de cadena, reticulantes o mezclas de los mismos se utilizan convenientemente en una cantidad de 1 a 20% en peso, preferentemente de 2 a 5% en peso, referida al componente de polioliol.

30 La fabricación de las espumas duras de poliuretano se realiza habitualmente en presencia de agentes de expansión. Como agente de expansión puede usarse preferentemente agua, que reacciona con los grupos isocianato con disociación de dióxido de carbono. En combinación con o en lugar de agua pueden utilizarse también los llamados agentes de expansión físicos. En este caso se trata de compuestos inertes frente a los componentes que se utilizan, que mayoritariamente son líquidos a temperatura ambiente y se evaporan en las condiciones de la reacción de uretanización. Preferentemente el punto de ebullición de estos compuestos se encuentra por debajo de 50 °C. Entre los agentes de expansión físicos se cuentan también compuestos que a temperatura ambiente están en forma gaseosa y bajo presión se introducen en los compuestos que se utilizan o se disuelven en ellos, por ejemplo dióxido de carbono, alcanos de bajo punto de ebullición y fluoroalcanos.

35 Los agentes de expansión físicos se seleccionan mayoritariamente del grupo que contiene alcanos y/o cicloalcanos con al menos 4 átomos de carbono, dialquiléteres, ésteres, cetonas, acetales, fluoroalcanos con 1 a 8 átomos de carbono, y tetraalquilsilanos con 1 a 3 átomos de carbono en la cadena de alquilo, en particular tetrametilsilano.

40 Como ejemplos son de mencionar propano, n-butano, iso- y ciclobutano, n-, iso- y ciclopentano, ciclohexano, dimetiléter, metiletiléter, metilbutiléter, éster metílico de ácido fórmico, acetona, así como fluoroalcanos que se pueden degradar en la troposfera y por consiguiente son inocuos para la capa de ozono, como trifluorometano, difluorometano, 1,1,1,3,3-pentafluorobutano, 1,1,1,3,3-pentafluoropropano, 1,1,1,2-tetrafluoroetano, difluoroetano y 1,1,1,2,3,3,3-heptafluoropropano, así como perfluoroalcanos, como C3F8, C4F10, C5F12, C6F14 y C7F16. Son especialmente preferidos pentanos, en particular ciclopentano. Los agentes de expansión físicos indicados pueden utilizarse solos o en combinaciones discrecionales entre sí.

45 La preparación de los poliuretanos puede, en caso necesario, llevarse a cabo en presencia de catalizadores, agentes ignífugos así como coadyuvantes y/o aditivos habituales.

Otros datos relativos a los compuestos de partida utilizados se encuentran por ejemplo en Kunststoffhandbuch, volumen 7 "Polyurethane", editado por por Günter Oertel, Carl Hanser Verlag, Múnich, 3ª edición, 1993.

50 La invención se explicará más detalladamente con los ejemplos siguientes.

Ejemplo 1 (no conforme a la invención)

Un reactor de presión de 30 l con mecanismo agitador, camisa calefactora y refrigerante, dispositivos de dosificación para sustancias sólidas y líquidas y óxidos de alquileo así como dispositivos para la inertización con nitrógeno y un sistema de vacío se calentó a 80 °C y se inertizó varias veces. Se introdujeron 6,2 kg de tolulendiamina vecinal en el reactor y el agitador se puso en servicio a 150 revoluciones/minuto. A continuación se subió la temperatura a 138 °C y se dosificaron 8,26 kg de óxido de propileno (2,8 mol de óxido de propileno/mol de vec-TDA). Después de una reacción de 2 h se bajó la temperatura a 95 °C y se añadieron 220 g de N,N'-dimetiletanolamina. El producto intermedio se hizo reaccionar con otros 12,7 kg de óxido de propileno a 95 °C. La reacción posterior transcurrió durante 2 horas a 95 °C. A continuación se sometió a arrastre durante 20 minutos con nitrógeno. Se obtuvieron 26,1 kg de producto con los siguientes parámetros.

10 Índice de hidroxilo 390 mg de KOH/g
 Viscosidad (25 °C) 33500 mPas

Ejemplo 2

Se pusieron 51,02 g de vec-tolulendiamina en un reactor de presión de 300 ml. El agitador se puso en servicio y la temperatura se subió a 138 °C. Entonces se dosificaron 54,34 g de óxido de propileno (2,24 mmol de óxido de propileno/mol de vec-TDA). Después de una reacción de 2 h se bajó la temperatura a 95 °C y se añadieron 0,66 g de imidazol. Entonces se dosificaron otros 112,86 g de óxido de propileno. La reacción posterior transcurrió durante 3 horas a 90 °C. A continuación se sometió a vacío durante 90 minutos. Se obtuvieron 210 g de producto con los siguientes parámetros.

15 Índice de hidroxilo 405 mg de KOH/g
 20 Viscosidad (25 °C) 17469 mPas

Ejemplo 3

Se pusieron 51,00 g de vec-tolulendiamina en el reactor usado en el Ejemplo 2. El agitador se puso en servicio y la temperatura se subió a 138 °C. Entonces se dosificaron 54,34 g de óxido de propileno (2,24 mmol de óxido de propileno/mol de vec-TDA). Después de una reacción de 2 h se bajó la temperatura a 95 °C y se añadieron 0,22 g de imidazol. Entonces se dosificaron otros 112,86 g de óxido de propileno. La reacción posterior transcurrió durante 3 horas a 95 °C. A continuación se sometió a vacío durante 90 minutos. Se obtuvieron 208 g de producto con los siguientes parámetros.

25 Índice de hidroxilo 412 mg de KOH/g
 Viscosidad (25 °C) 30924 mPas

Ejemplo 4

Se pusieron 51,00 g de vec-tolulendiamina en el reactor usado en el Ejemplo 2. El agitador se puso en servicio y la temperatura se subió a 138 °C. Entonces se dosificaron 61,14 g de óxido de propileno (2,52 mmol de óxido de propileno/mol de vec-TDA). Después de una reacción de 2 h se bajó la temperatura a 95 °C y se añadieron 0,66 g de imidazol. Entonces se dosificaron otros 106,06 g de óxido de propileno. La reacción posterior transcurrió durante 3 horas a 95 °C. A continuación se sometió a vacío durante 90 minutos. Se obtuvieron 208 g de producto con los siguientes parámetros.

30 Índice de hidroxilo 412 mg de KOH/g
 Viscosidad (25 °C) 24650 mPas

Ejemplo 5 (no conforme a la invención)

40 Se pusieron 51,00 g de vec-tolulendiamina en el reactor usado en el Ejemplo 2. El agitador se puso en servicio y la temperatura se subió a 138 °C. Entonces se dosificaron 53,98 g de óxido de propileno (2,24 mmol de óxido de propileno/mol de vec-TDA). Después de una reacción de 2 h se bajó la temperatura a 95 °C y se añadieron 1,81 g de N,N'-dimetiletanolamina. Entonces se dosificaron otros 112,76 g de óxido de propileno. La reacción posterior transcurrió durante 3 horas a 95 °C. A continuación se sometió a vacío durante 90 minutos. Se obtuvieron 202 g de producto con los siguientes parámetros.

45 Índice de hidroxilo 414 mg de KOH/g
 Viscosidad (25 °C) 15147 mPas

Ejemplo 6 (comparativo)

El reactor descrito en el Ejemplo 1 se calentó a 80 °C y se inertizó varias veces. Se introdujeron en el reactor 5,65 kg de vec-toluilendiamina y el agitador se puso en servicio. A continuación se aumentó la temperatura a 138 °C y se dosificaron 7,50 kg de óxido de propileno (2,8 mmol de óxido de propileno/mol de vec-TDA). Después de una reacción de 2 h se bajó la temperatura a 100 °C y se añadieron 91 g de KOH acuoso al 48%. La temperatura se subió a 138 °C y el producto intermedio se hizo reaccionar con otros 11,74 kg de óxido propileno. La reacción posterior transcurrió durante 2 horas a 138 °C. Se sometió a arrastre con nitrógeno durante 20 minutos. A continuación se añadió 2,5% de agua y se neutralizó con ácido fosfórico. El agua se eliminó por destilación a vacío y el producto se filtró a 80 °C. Se obtuvieron 24,6 kg de producto con los siguientes parámetros.

Índice de hidroxilo 371 mg de KOH/g

Viscosidad (25 °C, 5 1/s) 15147 mPas

Ejemplo 7 (comparativo)

Se pusieron 55,91 g de vec-toluilendiamina en el reactor usado en el Ejemplo 2. El agitador se puso en servicio y la temperatura se subió a 138 °C. Entonces se dosificaron 64,84 g de óxido de propileno (2,44 mmol de óxido de propileno por mol de vec-TDA). Después de una reacción de 2 h se bajó la temperatura a 95 °C y se añadieron 1,39 g de hidróxido potásico acuoso (al 50%). La temperatura se subió de nuevo a 138 °C y se dosificaron otros 97,86 g de óxido de propileno. La reacción posterior transcurrió durante 3 horas a 138 °C. A continuación se sometió a vacío durante 90 minutos. Se obtuvieron 211 g de producto con los siguientes parámetros.

Índice de hidroxilo 424 mg de KOH/g

Viscosidad (25 °C, 5 1/s) 82345 mPas

Determinación de la viscosidad:

La viscosidad de los polioles se determinó, si no se indica otra cosa, a 25 °C conforme a la norma DIN EN ISO 3219 con un viscosímetro de rotación Rheotec RC 20 usando el husillo CC 25 DIN (diámetro del husillo: 12,5 mm; diámetro interior del cilindro de medición: 13,56 mm) a una velocidad de corte de 50 1/s.

Medición del índice de hidroxilo

Los índices de hidroxilo se determinaron conforme a la norma DIN 53240.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la preparación de polialcoholéteres por reacción de a) aminas aromáticas con b) óxidos de alquileo en presencia c) de un catalizador, **caracterizado porque** el óxido de alquileo b) contiene en al menos el 90% en peso, referido al peso del componente b), óxido de propileno y porque como catalizador c) se utiliza una amina, **caracterizado porque** el catalizador c) es imidazol.
2. Procedimiento conforme a la reivindicación 1, **caracterizado porque** la amina a) se selecciona del grupo que contiene anilina, toluidiamina, metilendianilina y mezclas de metilendianilina con sus productos de condensación polinucleares (p-MDA).
3. Procedimiento conforme a la reivindicación 1, **caracterizado porque** la amina a) es toluidiamina.
- 10 4. Procedimiento conforme a la reivindicación 1, **caracterizado porque** la amina a) es toluidiamina con un contenido de al menos el 90% en peso de toluidiamina vecinal, referido a la cantidad total de toluidiamina.
5. Procedimiento conforme a la reivindicación 1, **caracterizado porque** además de las aminas a) se hace reaccionar con los óxidos de alquileo otro compuesto ai) con al menos dos átomos de hidrógeno reactivos con grupos isocianato.
- 15 6. Procedimiento conforme a la reivindicación 1, **caracterizado porque** el óxido de alquileo b) contiene exclusivamente óxido de propileno.
7. Polialcoholéteres que puedan prepararse conforme a una de las reivindicaciones 1 a 6.
8. Uso de los polialcoholéteres conforme a la reivindicación 7 para la preparación de poliuretanos.