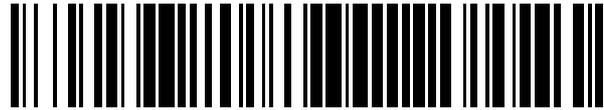


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 533 997**

51 Int. Cl.:

C08G 65/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.08.2011 E 11745952 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.01.2015 EP 2603543**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de alcoholes de poliéter**

30 Prioridad:

09.08.2010 DE 102010039090

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.04.2015

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**LOEFFLER, ACHIM;
STOESSER, MICHAEL;
LOTH, WOLFGANG;
BOEHLING, RALF y
ZARBAKSH, SIRUS**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 533 997 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 alcoholes de poliéter

La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de alcoholes de poliéter.

5 Los alcoholes de poliéter pueden ser polioléteres, empleándose los mismos en particular como materias primas para la preparación de poliuretanos, o también poliétermonooles que se emplean en diferentes campos de aplicación, en particular como sustancias con actividad interfacial, agentes de lavado y limpieza, en la minería, en la química de la construcción, como productos químicos de campos petrolíferos, en el procesamiento de materiales textiles o cuero, como revestimientos, como coadyuvantes de formulación para agentes fitoprotectores, como productos cosméticos y de cuidado personal, como coadyuvantes de formulación para la alimentación humana y animal, para pigmentos, para fármacos o como aditivos de carburantes.

La preparación de alcoholes de poliéter en una unidad de reacción con varios estratos dispuestos en paralelo entre sí, que están microestructurados, es conocida.

15 El documento EP-A 1 586 372 describe un reactor microestructurado y su uso en un procedimiento para la preparación de alcoholes de poliéter mediante adición con apertura de anillo de óxidos de alquileo en presencia de un catalizador sólido, teniendo lugar la conducción del proceso químico en espacios que se forman por dos o varias placas o capas esencialmente paralelas al plano y realizándose la mezcla de reactantes de forma monofásica de manera líquida en cada canal de reacción de forma individual, estando previsto un dispositivo de intercambio de calor y estando diseñado el reactor a presiones de hasta 80 MPa (800 bar) y temperaturas en el intervalo de 30 a 200 °C. Por ello se puede aprovechar de forma óptima el potencial de las mayores velocidades de reacción posibles gracias a elevadas presiones de óxido de alquileo y prepararse alcoholes de poliéter de calidad unitaria y con un contenido reducido de productos secundarios.

25 Sin embargo, los aparatos microestructurados son formaciones muy difíciles. Incluso durante la fabricación, las tolerancias son tales que especialmente para sistemas de reacción con una viscosidad notablemente creciente a lo largo de la reacción, tal como es el caso en la presente preparación de polioléteres, la pérdida de presión de los capilares individuales entre sí conduce a una mala distribución de las corrientes másicas. Esta problemática está representada exhaustivamente en C. Amador y col. en Chem. Eng. J. 101(2004)1-3, páginas 379-390. Ya en la década de los 80 se ha intentado evitar la mala distribución con conexión en paralelo de aparatos tubulares. Se desarrollaron enfoques que favorecen una distribución igual incluso en caso de sistemas generadores de viscosidad. Al igual que se tienen que observar en el caso del suministro al reactor microestructurado las pérdidas de presión de los capilares individuales, este efecto se tiene que tener en cuenta también durante la dosificación posterior.

Además, el procedimiento para la preparación de polioléteres causa presiones muy altas que fuerzan a un diseño del reactor de hasta varios cientos de bares.

35 Por el documento EP-A 06 114 369 es conocido un procedimiento mejorado para la preparación de polioléteres en una unidad de reacción con varios estratos dispuestos en paralelo entre sí, que están microestructurados, que garantiza una distribución igual mejorada de la mezcla de reacción a los canales de reacción individuales, al estar previsto antes del suministro de los reactantes y del catalizador a los canales un equipo de distribución y en al final del mismo, un equipo colector para la mezcla de reacción.

40 El documento EP-A 06 114 369 describe un procedimiento para la preparación de polioléteres mediante reacción de los siguientes reactantes:

- a) uno o varios óxidos de alquileo y dado el caso dióxido de carbono así como
- b) una o varias sustancias de partida con funcionalidad H

45 en presencia de un catalizador, en una unidad de reacción con varios estratos dispuestos en paralelo unos sobre otros A, B, que están microestructurados, de tal manera que cada estrato presenta múltiples canales dispuestos en paralelo entre sí que configuran desde un lado de la placa hasta el lado opuesto de la misma una vía de flujo continua, premezclándose una parte de los reactantes o todos los reactantes y dado el caso el catalizador a una temperatura que es menor que la temperatura de la reacción en una mezcladora en el exterior de los canales y suministrándose a continuación a los canales en los estratos A en un lado de los mismos y retirándose en el otro lado de los mismos la mezcla de reacción y suministrándose a través de los canales de planos B dispuestos de forma alterna a los planos A en un lado de los mismos un caloportador y retirándose en el otro lado de los mismos y estando previsto para los canales de los planos A en un extremo de los mismos un equipo de distribución para el suministro de los reactantes y del catalizador y en el otro extremo de los mismos, un equipo colector para la mezcla de reacción.

55 Por consiguiente, el objetivo de la invención era garantizar una mejora adicional de la distribución igual de las corrientes másicas en un procedimiento para la preparación de alcoholes de poliéter y conseguir, por ello, más mejoras de los rendimientos y las selectividades así como de las propiedades del producto.

El objetivo se consigue mediante un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 para la preparación de alcoholes de poliéter mediante reacción de los siguientes reactantes:

- a) uno o varios óxidos de alquileo y dado el caso dióxido de carbono así como
- b) una o varias sustancias de partida con funcionalidad H

5 en presencia de un catalizador
 con configuración de una mezcla de reacción líquida
 en una unidad de reacción,
 que está caracterizado porque la unidad de reacción presenta tabiques que configuran múltiples canales de flujo
 10 microestructurados que causan una división múltiple de la mezcla de reacción líquida en caminos de flujo parcial y
 nueva recombinación de los mismos en disposición modificada, repitiéndose múltiples veces la división múltiple y la
 nueva recombinación y presentando los canales de flujo microestructurados una dimensión característica, que se
 define como la mayor separación posible de una partícula discrecional de la mezcla de reacción líquida con respecto
 a la pared situada más próxima a la partícula de un canal de flujo, en el intervalo de 20 a 10.000 μm y
 15 aproximándose por ello el perfil del flujo de la mezcla de reacción líquida a través de los canales de flujo
 microestructurados a un flujo de tapón ideal.

Se ha encontrado que es posible una mejora de la distribución igual de la mezcla de reacción a lo largo de todo el
 frente de reacción al emplearse tabiques en la unidad de reacción que configuran canales de flujo
 microestructurados que hacen de mezcladora estática y que presentan una dimensión característica tal como se ha
 definido anteriormente.

20 En este caso se trata de denominadas mezcladoras de división y recombinación, es decir, mezcladoras que se
 caracterizan por niveles de separación reiterativa y agrupación de corrientes.

La expresión usada en el presente documento canal de flujo o también camino de flujo se puede definir de tal
 manera que a un canal de flujo o camino de flujo pertenecen todas las partículas de la mezcla de reacción líquida
 que radialmente con respecto a la dirección del flujo no están separadas unas de otras por tabiques o paredes. Un
 25 canal de flujo o camino de flujo une puntos de mezcla entre sí o distribuidores con puntos de mezcla.

Las mezcladoras que configuran canales de flujo microestructurados se denominan también micromezcladoras.

Para la presente invención es esencial el empleo de tabiques que configuran canales de flujo microestructurados
 con una dimensión característica en el intervalo de 20 a 10.000 μm y que, por ello, aproximan el perfil de flujo de la
 mezcla de reacción líquida alejándose de un perfil de flujo parabólico a un flujo de tapón ideal.

30 La preparación de los polialcoholes en el procedimiento de acuerdo con la invención se realiza mediante reacción de
 los siguientes reactantes:

- a) uno o varios óxidos de alquileo y dado el caso dióxido de carbono así como
- b) una o varias sustancias de partida con funcionalidad H

en presencia de un catalizador.

35 Como reactantes a) se pueden emplear todos los óxidos de alquileo conocidos. Preferentemente se emplean una o
 varias sustancias seleccionadas de la siguiente enumeración: óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno,
 óxido de penteno, éter de glicidilo, óxido de hexeno y/u óxido de estireno, preferentemente óxido de etileno, óxido de
 propileno, dióxido de carbono y mezclas de los mismos. En el caso de óxido de butileno, óxido de penteno y óxido
 de hexeno se pueden emplear todos los isómeros en forma pura o como mezclas de los isómeros.

40 El dióxido de carbono se puede emplear, preferentemente, en una cantidad de hasta el 25 % en peso en relación
 con el peso del alcohol de poliéter.

Como sustancia de partida o sustancias de partida con funcionalidad H sirven, preferentemente, uno o varios
 alcoholes con una funcionalidad de 1 a 8, preferentemente de 2 a 8, de forma particularmente preferentemente de 2
 a 6, más preferentemente de 2 a 4.

45 Para esto se pueden emplear una o varias sustancias de la siguiente enumeración: etilenglicol, propilenglicol,
 dietilenglicol, dipropilenglicol, glicerol, trimetilolpropano, pentaeritrol, sucrosa, sacarosa, glucosa, fructosa, manosa,
 sorbitol, derivados de ácido (met)acrílico hidroxialquilados así como derivados alcoxlados de las sustancias de
 partida con funcionalidad H que se han indicado anteriormente hasta un peso molar de aproximadamente 1.500 D.
 Además también aminas primarias y/o secundarias así como tioles pueden servir de iniciadores. Es posible también
 50 el empleo de compuestos que contienen tanto OH como grupos alilo o vinilo, por ejemplo, alcohol alílico y sus
 productos de eterificación con alcoholes polihidroxílicos y que en una polimerización por radicales posterior pueden
 servir como productos de partida.

Como sustancias de partida con funcionalidad H se emplean preferentemente uno o varios alcoholes con una funcionalidad de 1 a 8.

5 Como sustancia de partida o sustancias de partida con funcionalidad H se pueden emplear también uno o varios alcoholes con una funcionalidad de 1 con la fórmula general R-OH, siendo R un resto alquilo, arilo, aralquilo o alquilarilo saturado o insaturado con 1 a 60, preferentemente 1 a 24 átomos de carbono, en particular una o varias sustancias de la siguiente enumeración: metanol, butanol, hexanol, heptanol, octanol, decanol, undecanol, dodecanol o tridecanol, tetradecanol, pentadecanol, hexadecanol, heptadecanol, octadecanol, butenol, hexenol, heptenol, octenol, nonenol, decenol, undecenol, alcohol vinílico, alcohol alílico, geraniol, linalool, citronelol, fenol o nonilfenol. Como restos alquilarilo se prefieren en particular aquellos con grupos alquilo C₄ a C₁₅.

10 Preferentemente, como sustancias de partida con funcionalidad H se emplean uno o varios alcoholes con una funcionalidad de 2 a 8, de forma particularmente preferente de 2 a 4, más preferentemente de 2 a 3, en particular una o varias sustancias de la siguiente enumeración: etilenglicol, propilenglicol, glicerol, trimetilolpropano y pentaeritritol.

15 Como catalizadores se pueden emplear en particular catalizadores de complejo de cianuro multimetal o hidróxidos de metal alcalino y alcalinotérreo, preferentemente hidróxido de potasio e hidróxido de cesio, así como otros catalizadores básicos tales como alcoholatos de metal alcalino o aminas. Además de los catalizadores básicos solubles se pueden usar también catalizadores básicos insolubles, tales como hidróxido de magnesio o hidrotalcita. Además son adecuados catalizadores de ácido de Brønsted tales como, por ejemplo, montmorillonita o catalizadores de ácido de Lewis tales como, por ejemplo, trifluoruro de boro.

20 Son catalizadores de complejo de cianuro multimetal adecuados en particular catalizadores de cianuro de metal doble (DMC) que son conocidos y están descritos, por ejemplo, en el documento WO 01/083107. La mayoría de las veces tienen la fórmula general (I)



en la que

25 M¹ representa un ión de metal seleccionado del grupo que contiene Zn²⁺, Fe²⁺, Co³⁺, Ni²⁺, Mn²⁺, Co²⁺, Sn²⁺, Pb²⁺, Mo⁴⁺, Mo⁶⁺, Al³⁺, V⁴⁺, V⁵⁺, Sr²⁺, W⁴⁺, W⁶⁺, Cr²⁺, Cr³⁺, Cd²⁺, Hg²⁺, Pd²⁺, Pt²⁺, V²⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, Ba²⁺, Cu²⁺,

M² un ión de metal seleccionado del grupo que contiene Fe²⁺, Fe³⁺, Co²⁺, Co³⁺, Mn²⁺, Mn³⁺, V⁴⁺, V⁵⁺, Cr²⁺, Cr³⁺, Rh³⁺, Ru²⁺, Ir³⁺ y siendo M¹ y M² iguales o distintos,

30 A representa un anión seleccionado del grupo que contiene halogenuro, hidróxido, sulfato, carbonato, cianuro, tiocianato, isocianato, cianato, carboxilato, oxalato o nitrato,

X representa un anión seleccionado del grupo que contiene halogenuro, hidróxido, sulfato, carbonato, cianuro, tiocianato, isocianato, cianato, carboxilato, oxalato o nitrato,

L representa un ligando miscible con agua seleccionado del grupo que contiene alcoholes, aldehídos, cetonas, éteres, poliéteres, ésteres, ureas, amidas, nitrilos, lactonas, lactamas y sulfuros,

35 así como

a, b, c, d, g y n están seleccionados de tal manera que está garantizada la electroneutralidad del compuesto y

e representa el número de coordinación del ligando o 0,

f representa un número fraccionado o entero mayor de o igual a 0 así como

h representa un número fraccionado o entero mayor de o igual a 0.

40 La preparación de estos compuestos se realiza según procedimientos en general conocidos al combinar la solución acuosa de una sal de metal soluble en agua con la solución acuosa de un compuesto de hexacianometalato, en particular una sal o un ácido, denominadas en lo sucesivo también soluciones de reactivos y al añadir dado el caso a esto durante o después de la combinación un ligando soluble en agua. Tales catalizadores así como su preparación se describen, por ejemplo, en los documentos EP 862.947 y DE 197.42.978. Los catalizadores de DMC amorfos con elevada actividad están descritos en las siguientes patentes y también se pueden emplear:

45 Por los documentos JP-A 4 145 123, US-A 5 470 813, EP-A 700 949, EP-A 743 093, EP-A 761 708 y WO 97/40086 son conocidos catalizadores de DMC que mediante el empleo de *tert*-butanol como ligando de complejo orgánico (en solitario o en combinación con un poliéter (documentos EP-A 700 949, EP-A 761 708, WO 97/40086)) reducen adicionalmente la parte de poliéteres monofuncionales con dobles enlaces terminales durante la preparación de
50 polioléteres.

- 5 La separación compleja de los compuestos de cianuro multimetal del alcohol de poliéter después de la preparación se puede omitir. Sin embargo, también es posible emplear una mayor cantidad de compuestos de cianuro multimetal y, después de la síntesis del alcohol de poliéter, reducir la cantidad del compuesto de cianuro multimetal en el poliol hasta que el alcohol de poliéter contenga la cantidad deseada para el procesamiento posterior de compuestos de cianuro multimetal.
- Los compuestos de cianuro multimetal se emplean preferentemente en forma de suspensiones, suspendiéndose los compuestos de cianuro multimetal en compuestos orgánicos, preferentemente alcoholes. Para el procedimiento de acuerdo con la invención es razonable dispersar el catalizador en un producto intermedio o en el producto final de la síntesis. La suspensión de catalizador debería presentar concentraciones entre el 0,5 y el 10 %.
- 10 Los catalizadores de DMC son altamente activos. Hasta ahora se emplean catalizadores de DMC sobre todo en reactores semicontinuos o reactores con retromezclado continuos (por norma general reactores de caldera de agitación). Con este concepto de reactor, no obstante, no se tiene en cuenta la posible elevada velocidad de reacción de los catalizadores de DMC, más bien con frecuencia tiene lugar una limitación de las máximas velocidades de reacción a causa del limitado rendimiento de evacuación de calor de estos tipos de reactor, estando limitados tanto reactores con serpentines refrigerantes situados en el interior como aquellos con intercambiadores de calor externos. La consecuencia es que la reacción con altas velocidades de dosificación de óxido de alquileno no se puede conducir ya a temperatura constante, lo que puede ser, precisamente durante la preparación de poliéteres para aplicaciones de poliuretano, crítico, ya que por un lado pueden aparecer sustancias olorosas molestas a causa de reacciones de descomposición térmicas, por otro lado a causa de productos secundarios de mayor peso molecular formados puede aparecer un empeoramiento de las propiedades de la espuma.
- 20 La concentración de los catalizadores, siempre que se trate de catalizadores de complejo de cianuro multimetal, dependiendo de las sustancias de partida con funcionalidad H empleadas con frecuencia se encuentra en un intervalo entre 5 y 5.000 ppm en relación con el peso total de las sustancias iniciales.
- 25 Los hidróxidos de metal alcalino o los alcoholatos de metal alcalino como catalizadores se usan habitualmente en mayores concentraciones, por ejemplo de 100 a 50.000 ppm en relación con el peso total de las sustancias iniciales.
- Si se usan estos catalizadores básicos, a la parte de reacción en sí le sigue un tratamiento en el que se neutralizan los polioles y se retiran la sal o los hidróxidos de metal del poliol. La neutralización se realiza, por norma general, con ácidos orgánicos o inorgánicos acuosos tales como, por ejemplo, CO₂, ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido clorhídrico, ácido láctico, ácido acético o compuestos similares. Entonces, las sales formadas se precipitan y se separan mediante filtración o centrifugación o se separan en fase acuosa mediante intercambiadores iónicos o unidades de coalescencia. Por norma general, a la separación le sigue un secado en el que a temperaturas entre 80 y 160 °C a presión reducida de 0,5-50 kPa (5-500 mbar) y, en caso necesario, con adición de un gas de arrastre tal como vapor de agua o nitrógeno, se retira el agua residual y el poliol se libera de componentes secundarios molestos tales como sustancias olorosas, etc. Esta última etapa de tratamiento, la retirada de sustancias olorosas a presión reducida y con ayuda de un gas de arrastre, por norma general se aplica también en caso de catalizadores que no se tienen que retirar de la mezcla de reacción tales como, por ejemplo, catalizadores de DMC o aminas, por ejemplo, imidazoles, alcanolaminas de dimetilo u otros catalizadores.
- 30 En muchos casos es ventajoso emplear junto con o en lugar de los alcoholes mencionados como sustancias de partida con funcionalidad H sus productos de reacción con óxidos de alquileno, en particular con óxido de propileno, preferentemente productos de reacción con una masa molar de hasta 500 g/mol. En este caso se puede realizar la adición de los óxidos de alquileno para la preparación de los productos de reacción con catalizadores discrecionales, por ejemplo, con catalizadores básicos o de ácido de Lewis.
- 40 Por tanto, es posible emplear solo un único óxido de alquileno como reactante a), al igual que también varios óxidos de alquileno, siendo posible para esto tanto una adición por bloques en la que se añaden los óxidos de alquileno unos tras otros individualmente, o una adición estadística en la que se dosifican conjuntamente los óxidos de alquileno. So posibles también formas mixtas según las cuales se incluyen secciones tanto por bloques como estadísticas en la cadena de poliéter.
- 45 Los reactantes se emplean preferentemente en una proporción de 1-300 equivalentes de reactantes a) (uno o varios óxidos de alquileno y dado el caso dióxido de carbono) por grupo con funcionalidad H de los reactantes b).
- 50 Según el procedimiento de acuerdo con la invención, preferentemente una parte de los reactantes o preferentemente todos los reactantes y dado el caso el catalizador en primer lugar se premezclan fuera de los canales, asegurándose que la temperatura sea menor durante la premezcla que la temperatura de la posterior reacción.
- 55 Preferentemente, como mezcladora dispuesta fuera del reactor en la que se premezcla una parte de los reactantes o todos los reactantes y dado el caso el catalizador se emplea una mezcladora microestructurada.
- Para estos son adecuadas, por ejemplo, mezcladoras de difusión laminares, mezcladoras multilaminación, micromezcladoras con paredes estructuradas o mezcladoras de división-recombinación.

En las mezcladoras de difusión laminares se realiza el entremezclado de subcorrientes del fluido que en una microestructura se ha extendido en abanico en múltiples láminas de flujo microscópicamente pequeñas con un espesor en el intervalo de 10 a 2.000 μm , o también de 20 a 1.000 μm o también de 40 a 500 μm , exclusivamente mediante difusión molecular perpendicularmente con respecto a la dirección de flujo principal. Se puede realizar un diseño aproximativo de la mezcladora mediante el número de Fourier $Fo = \tau/\tau_D$. Si el tiempo de permanencia τ se encuentra al menos en el orden de magnitudes del tiempo de difusión τ_D para el entremezclado transversal, es decir, el número de Fourier posee al menos el valor 1, se consigue en la salida de la mezcladora un entremezclado molecular prácticamente completo.

Las mezcladoras de difusión laminares pueden estar realizadas como mezcladoras en T o Y sencillas o como denominadas mezcladoras multilaminación. En caso de la mezcladora en T o Y, las dos corrientes que se deben mezclar se suministran mediante una disposición en forma de T o Y a un canal individual. En este caso es determinante para el camino de difusión S_{dif} transversal el ancho del canal δ_K . Para anchos de canal típicos entre 100 μm y 1 mm resultan para gases tiempos de mezcla muy pequeños de menos de 100 ms, mientras que los mismos en el caso de líquidos se encuentran en el intervalo de los minutos. En el caso de la mezcla de líquidos, tal como en el caso del presente procedimiento, es ventajoso respaldar el proceso de mezcla adicionalmente, por ejemplo, mediante entremezclado transversal inducido por flujo.

En caso de mezcladoras multilaminación, las corrientes parciales que se deben mezclar se individualizan geoméricamente en un distribuidor en múltiples hilos de corriente y se suministran en la salida del distribuidor entonces de forma alterna en láminas al tramo de mezcla. En el caso de líquidos se consigue con las mezcladoras multilaminación clásicas tiempos de mezcla en el intervalo de segundos. Ya que esto no es suficiente para algunas aplicaciones (por ejemplo, reacciones rápidas), el principio básico se perfeccionó en el sentido de que las láminas de flujo se enfocan de nuevo adicionalmente de manera geométrica o hidrodinámica. En el caso del enfoque geométrico, esto tiene lugar mediante un estrechamiento en el tramo de mezcla y en el enfoque hidrodinámico, mediante dos corrientes laterales que fluyen perpendicularmente hacia la corriente principal y, de este modo, comprimen adicionalmente las láminas de flujo. Gracias al enfoque descrito se pueden realizar dimensiones laterales de las láminas de flujo de pocos micrómetros, de tal manera que se pueden mezclar incluso líquidos en el intervalo de algunos 10 ms.

En el caso de micromezcladoras con paredes estructuradas están dispuestas estructuras secundarias sobre las paredes de canal, por ejemplo, estrías o travesaños en un ángulo determinado con respecto a la dirección del flujo principal, preferentemente de 45° a 90°.

Las mezcladoras de división-recombinación se caracterizan por niveles de separación reiterativa y agrupación de corrientes. En cada uno de estos niveles se duplica sucesivamente el número de láminas y, por ello, el espesor de las láminas y el camino de difusión se dividen por la mitad.

Ventajosamente, en primer lugar se puede premezclar un óxido de alquileno, por ejemplo, óxido de propileno y el catalizador, por ejemplo, un catalizador de complejo de cianuro multimetal y no añadirse hasta una segunda etapa de mezcla la sustancia de partida con funcionalidad H o las sustancias de partida con funcionalidad H.

El tiempo de permanencia en el nivel del procedimiento del premezclado se encuentra, preferentemente, en el intervalo de 1 a 300 segundos.

El procedimiento se lleva a cabo ventajosamente de forma continua. El objetivo de la invención es también un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 para la preparación de alcoholes de poliéter mediante reacción de los siguientes reactantes:

- a) uno o varios óxidos de alquileno y dado el caso dióxido de carbono así como
- b) una o varias sustancias de partida con funcionalidad H

en presencia de un catalizador

en una forma de conducción por bloques, de tal manera que están previstas dos o varias unidades de reacción de forma correspondiente a la anterior definición,

- 1) suministrándose los reactantes a) y b) a una primera unidad de reacción con obtención de una primera mezcla de reacción,
- 2) atemperándose la primera mezcla de reacción preferentemente después de abandonar la primera unidad de reacción,
- 3) añadiéndose mediante mezcla uno o varios reactantes adicionales distintos de los suministrados en el nivel del procedimiento 1) o los mismos reactantes que en el nivel de procedimiento 1) en una proporción de mezcla diferente del nivel de procedimiento 1) con obtención de una segunda mezcla de reacción y suministrándose la segunda mezcla de reacción
- 4) a una segunda unidad de reacción,

y suministrándose la mezcla de reacción obtenida a partir de esto dado el caso a otra unidad de reacción, repitiéndose correspondientemente las etapas de procedimiento 2) y 3).

En una variante del procedimiento se emplea como catalizador un catalizador de complejo de cianuro multimetal. En este caso, la descarga de la reacción se suministra a la única o a la última de las varias unidades de reacción de una unidad de separación por membrana y se separa en una corriente rica en catalizador (retenido) y una corriente exenta de catalizador (permeado o filtrado). Gracias al procedimiento de membrana es posible en particular una concentración del catalizador en el factor de 2 a 100. El concentrado de catalizador se recicla al reactor, con exclusión de pequeñas cantidades, en particular en el intervalo del 0,1 al 3 % para evitar la acumulación de residuos. El filtrado (producto) se extrae del sistema de reacción.

Los procedimientos de membrana adecuados son la microfiltración o filtración de corriente transversal y la ultrafiltración. Las membranas empleadas presentan diámetros de poro en el intervalo entre 1 nm y 1 μm y, preferentemente, entre 2 nm y 0,1 μm . Las capas de separación de las membranas de filtro pueden estar compuestas de, por ejemplo, polímeros orgánicos, cerámica, metal, carbono o combinaciones de los mismos y, en el medio de reacción, tienen que ser estables a la temperatura del procedimiento. Se prefieren membranas inorgánicas. Por motivos mecánicos, las capas de separación por norma general están aplicadas sobre una subestructura porosa mono- o multicapa que está compuesta del mismo material o incluso de al menos un material diferente que la capa de separación. Son ejemplos:

Capa de separación	Subestructura (más gruesa que la capa de separación)
Metal	Metal
Cerámica	Metal, cerámica o carbono
Polímero	Polímero, metal, cerámica o cerámica sobre metal
Carbono	Carbono, metal o cerámica

Como cerámica se pueden emplear, por ejemplo, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, ZrO_2 , TiO_2 , SiC o materiales cerámicos mixtos y como polímeros, por ejemplo, politetrafluoroetileno, poli(fluoruro de vinilideno), polisulfonas, poliétersulfonas, poliétertercetonas o poliamidas.

En el presente documento está descrito también el uso de los alcoholes de poliéter preparados según el procedimiento que se ha descrito anteriormente para la preparación de poliuretanos.

En el presente documento está descrito también el uso de los alcoholes de poliéter preparados según el procedimiento que se ha descrito anteriormente como: sustancias con actividad interfacial, agentes de lavado y limpieza, productos químicos de la minería, productos químicos de campos petrolíferos, coadyuvantes de materiales textiles, coadyuvantes de procesamiento de cuero, aditivos de revestimiento, coadyuvantes de formulación para agentes fitoprotectores, coadyuvantes para productos cosméticos y de cuidado personal, coadyuvantes de formulación para la alimentación humana y animal, coadyuvantes de formulación para pigmentos, coadyuvantes de formulación para fármacos o aditivos de carburantes.

El procedimiento de acuerdo con la invención se caracteriza, en particular, mediante una sustancial evitación o reducción de las malas distribuciones en los canales de un reactor microestructurado con respecto a procedimientos conocidos. Correspondientemente, gracias al procedimiento de acuerdo con la invención se pueden conseguir mejoras de los rendimientos y de las selectividades así como de las propiedades del producto. En particular en caso del uso de catalizadores de DMC e iniciadores multifuncionales de bajo peso molecular se puede conseguir, con respecto a procedimientos conocidos que no conducen a ninguna conversión o a una muy reducida, con el procedimiento de acuerdo con la invención una conversión completa y se puede reducir el contenido de productos secundarios de alto peso molecular. Los productos obtenidos se caracterizan, con respecto a productos de procedimientos conocidos, en particular por una menor viscosidad con la misma masa molecular.

En una realización preferente de la invención se emplea al menos un reactor que presenta la característica de tiempo de permanencia de un flujo de tapón.

Si en un reactor tubular, o en el presente documento un canal de flujo, está presente un flujo de tapón ("plug-flow"), entonces puede variar el estado de la mezcla de reacción (por ejemplo, temperatura, composición, etc.) en dirección de flujo, sin embargo, para cada corte transversal individual en perpendicular con respecto a la dirección del flujo, el estado de la mezcla de reacción es igual. Con ello, todos los elementos de volumen que entran en el tubo tienen el mismo tiempo de permanencia en el reactor. Visto visualmente, el líquido fluye a través del tubo como si se tratase de una alineación de tapones que se deslizan fácilmente a través del tubo. Adicionalmente, el entremezclado transversal por el transporte de sustancias intensificado en perpendicular con respecto a la dirección del flujo puede compensar el gradiente térmico y de concentración en perpendicular con respecto a la dirección del flujo.

A pesar del flujo la mayoría de las veces laminar, por tanto, se puede evitar el retromezclado y conseguirse una distribución estrecha del tiempo de permanencia de forma similar a un tubo de flujo ideal.

Además, los tabiques empleados de acuerdo con la invención que configuran canales de flujo microestructurados garantizan una homogeneidad térmica de alto grado en perpendicular con respecto a la dirección del flujo. En principio, a este respecto, cada elemento de volumen diferencial presenta una temperatura esencialmente igual a lo largo del respectivo corte transversal del flujo. Las máximas diferencias de temperatura admisibles en un corte transversal del flujo, a este respecto, dependen de las propiedades de producto deseadas: preferentemente, la máxima diferencia de temperatura en un corte transversal del flujo asciende a menos de 40 °C, preferentemente a menos de 20 °C, más preferentemente a menos de 10 °C y, de forma muy particularmente preferente, a menos de 5 °C.

Como materiales para los tabiques que se deben emplear de acuerdo con la invención y las unidades de reacción han resultado ventajosos aceros inoxidable austeníticos en el intervalo de bajas temperaturas, tales como 1.4541 o 1.4571, conocidos en general como V4A o como V2A, así como aceros inoxidable de los tipos US SS316 y SS317Ti. A mayores temperaturas y en condiciones corrosivas también es adecuado el PEEK (polieteretercetona: plásticos termoplásticos resistentes a altas temperaturas). Pero se pueden usar también tipos de Hastelloy® más resistentes a la corrosión, vidrio o cerámica como materiales y/o revestimientos correspondientes, tales como, por ejemplo, TiN₃, Ni-TTFE, Ni-PFA o similares.

Preferentemente se emplean tabiques que causan que la múltiple división de la mezcla de reacción líquida en caminos de flujo parcial y nueva recomendación se repita de 10 a 10.000 veces.

Preferentemente se emplean tabiques que presentan una dimensión característica de los canales de flujo microestructurados en un intervalo de 40 a 6000 μm, preferentemente en un intervalo de 50 a 4000 μm.

La invención no está limitada en relación con la forma de realización técnica concreta de los tabiques empleados que configuran canales de flujo microestructurados. Se pueden emplear todas las mezcladoras estáticas conocidas que cumplan las características que se han definido anteriormente, es decir, que presenten en particular una dimensión característica, que se define como la mayor separación posible de una partícula discrecional de la mezcla de reacción líquida con respecto a la pared más próxima a la partícula de un canal de flujo, en el intervalo de 20 a 10.000 μm.

En este caso se puede tratar preferentemente de tabiques que son placas de reacción, formando dos o varias placas de reacción dispuestas en paralelo unas sobre otras en dirección del flujo principal a través de la unidad del reactor respectivamente un módulo de reactor, presentando la unidad de reacción uno o varios módulos de reactor y presentando cada placa de reacción múltiples ranuras dispuestas en paralelo entre sí con un ángulo α distinto de cero con respecto a la dirección de flujo principal con anchura constante o variable, y la placa de reacción directamente adyacente múltiples ranuras geoméricamente correspondientes que están dispuestas en un mismo ángulo α , sin embargo, con signo inverso y configurando las ranuras de todas las placas de reacción dispuestas unas sobre otras un canal de flujo, con un suministro de los reactantes al canal del flujo y una evacuación de la mezcla de producto del canal de flujo, con respectivamente una chapa de separación dispuesta en paralelo con respecto a las placas de reacción a ambos lados del módulo de reacción que cierra por completo las ranuras así como con una o varias placas de refrigeración o atemperado que le siguen a cada chapa de separación, en el lado opuesto al módulo del reactor de la chapa de separación, circulando un caloportador a través de la una o varias placas de refrigeración o atemperado.

Se ofrecen reactores con tales tabiques, por ejemplo, por la empresa BTS-Ehrmann con la denominación reactores Miprowa®.

Preferentemente, el ángulo α asciende a 45°.

Además, preferentemente se emplean tabiques tal como se han descrito anteriormente que presentan dos o varias placas de refrigeración o atemperado, presentando cada placa de refrigeración o atemperado múltiples ranuras dispuestas en paralelo entre sí en un ángulo α distinto de cero con respecto a la dirección del flujo principal del caloportador con anchura constante o variable, y la placa de refrigeración o atemperado directamente adyacente, múltiples ranuras geoméricamente iguales que están dispuestas en un mismo ángulo α , sin embargo, con signo inverso y configurando las ranuras de todas las placas de refrigeración o atemperado dispuestas unas sobre otras un canal de flujo, con un suministro del caloportador al canal de flujo y una evacuación del caloportador en el otro extremo del canal del flujo.

A continuación se explica con más detalle la invención mediante un dibujo así como con ejemplos de realización.

En el dibujo muestran en particular:

La Figura 1, la representación esquemática de una forma de realización preferente de tabiques empleados de acuerdo con la invención en una unidad de reacción y

La Figura 2, una representación esquemática de placas individuales de los tabiques representados en la Figura 1.

5 La representación esquemática en la Figura 1 muestra una unidad de reacción 1 con tabiques 2 que están configurados como dos o varias placas de reacción 2 dispuestas en paralelo una sobre otra en la dirección de flujo principal a través de la unidad de reacción 1 y que, junto con chapas de separación 5 dispuestas en paralelo a esto a ambos lados de las mismas así como con placas de refrigeración o atemperado 6 que le siguen a esto, forman un módulo de reactor 3. Los reactantes se suministran a las placas de reacción 2, atraviesan las mismas y el producto se retira en el otro extremo del último módulo de reacción. El agua de refrigeración, H₂O, fluye a través de las placas de refrigeración 6 a contracorriente en relación con la mezcla de reacción.

10 La representación en la Figura 2 muestra las placas individuales que forman un módulo de reactor 3 y, de hecho, placas de reacción 2 con ranuras 4 que están dispuestas en un ángulo α distinto de cero con respecto a la dirección del flujo principal, una chapa de separación 5 así como una placa de refrigeración 6.

Los ejemplos de acuerdo con la invención se han llevado a cabo en un reactor de intercambiador de calor Miprowa de la empresa BTS Ehrmann con las dimensiones internas 1000*12*1,5 mm. El reactor poseía como elementos de mezcla tres capas de cresta de 0,5 mm de espesor con una superficie interna de 180 cm².

Ejemplos de realización:

15 **Ejemplo 1: etoxilatos de éter de hidroxibutilvinilo**

Con flujo continuo se aportó la sal sódica de un éter de hidroxibutilvinilo que se había obtenido a partir de la reacción del éter de vinilo con la correspondiente cantidad de metanolato sódico, disuelto en metanol, junto con óxido de etileno directamente al microrreactor que se ha descrito anteriormente. Los resultados del ensayo se pueden obtener de la siguiente Tabla 1:

20

Tabla 1

Propiedades de producto							
Presión [MPa (bar)]	temp. [°C]	Tiempo de permanencia [min]	Mol de OE /Iniciador	Conc. de cat. [%]	Viscosidad 40 °C 0 °C [mm ² /s]	Número de OH KOH/g	Contenidos de diol [%]
4 (40)	150	23	aprox. 19	1,4	70	-	-

Ejemplo 2:

25 Con flujo continuo se aportó una solución de metanolato sódico que se había transformado con un iniciador monofuncional, éter de hidroxibutilvinilo, previamente con desprotonación en el alcoholato, junto con óxido de etileno directamente al microrreactor que se ha descrito anteriormente. Los resultados del ensayo se pueden obtener de la siguiente Tabla 2:

Tabla 2

Propiedades de producto							
Presión [MPa (bar)]	temp. [°C]	Tiempo de permanencia [min]	Mol de OE /Iniciador	Conc. de cat. [%]	Viscosidad 40 °C 0 °C [mm ² /s]	Número de OH KOH/g	Contenidos de diol [%]
4 (40)	150	23	aprox. 27	1,4	70	53	-

Ejemplo 3:

30 Con flujo continuo se aportó una solución de metanolato sódico que se había transformado con un iniciador monofuncional, éter de hidroxibutilvinilo, previamente con desprotonación en el alcoholato, junto con óxido de etileno directamente al microrreactor que se ha descrito anteriormente. Los resultados del ensayo se pueden obtener de la siguiente Tabla 3:

Tabla 3

Propiedades de producto							
Presión [MPa (bar)]	temp. [°C]	Tiempo de permanencia [min]	Mol de OE /Iniciador	Conc. de cat. [%]	Viscosidad 40 °C 0 °C [mm ² /s]	Número de OH KOH/g	Contenidos de diol [%]
4 (40)	180	13	aprox. 26	1,4	61	55	0,2

Ejemplo 4:

- 5 Con flujo continuo se aportó una solución de metanolato sódico que se había transformado con un iniciador monofuncional, éter de hidroxibutilvinilo, previamente con desprotonación en el alcoholato, junto con óxido de etileno directamente al microrreactor que se ha descrito anteriormente. Los resultados del ensayo se pueden obtener de la siguiente Tabla 4:

Tabla 4

Propiedades de producto							
Presión [MPa (bar)]	temp. [°C]	Tiempo de permanencia [min]	Mol de OE /Iniciador	Conc. de cat. [%]	Viscosidad 40 °C 0 °C [mm ² /s]	Número de OH KOH/g	Contenidos de diol [%]
4 (40)	180	8	aprox. 25	1,4	66	56	0,1

10 **Ejemplo comparativo 1 poliéteres para poliuretanos con catálisis de KOH**

Con flujo continuo se mezcló poliéter alcalino (F=2,75, N° OH = 55,6, alcalinidad 0,68 %, catalizador KOH) y óxido de etileno en una mezcladora estática (Ehrfeld) y a continuación se condujo a través de un capilar sin tabiques con un volumen de 6,1 ml (diámetro: 1/16"). La temperatura de reacción ascendió a 170 °C y la conversión fue completa. El tiempo de permanencia en el capilar ascendió a 1,8 minutos. Se obtuvo un producto claro.

15

Tabla 5:

Presión [MPa (bar)]	temp. [°C]	Tiempo de permanencia [min]	Mol de OE /Iniciador	Conc. de cat. [%]	Viscosidad 50 °C [mPas]	Número de OH [mg KOH/g]
	170	1,8	aprox. 20	0,68	588	42,3

Ejemplo 5 poliéteres para poliuretanos con catálisis de KOH

- 20 Con flujo continuo se mezcló poliéter alcalino (F=2,75, N° OH = 55,6, alcalinidad 0,67 %, catalizador KOH) y óxido de etileno en una mezcladora estática (Ehrfeld) y a continuación se suministró a un reactor Miprova empresa BTS Ehrmann con tabiques de acuerdo con la invención). La temperatura de reacción ascendió a 170 °C y la conversión fue completa. El tiempo de permanencia en el capilar ascendió a 1,8 minutos. Se obtuvo un producto claro.

Tabla 6:

Presión [MPa (bar)]	temp. [°C]	Tiempo de permanencia [min]	Mol de OE /Iniciador	Conc. de cat. [%]	Viscosidad 50 °C [mPas]	Número de OH [mg KOH/g]
	170	1,8	aprox. 20	0,67	432	42,0

Ejemplo 6 poliéteres para poliuretanos con catálisis de KOH

5 Con flujo continuo se mezcló poliéter alcalino (F=2,75, N° OH = 55,6, alcalinidad 0,68 %, catalizador KOH) y óxido de etileno en una mezcladora estática (Ehrfeld) y a continuación se suministró a un reactor Miprowa empresa BTS Ehrmann con tabiques de acuerdo con la invención). La temperatura de reacción ascendió a 170 °C y la conversión fue completa. El tiempo de permanencia en el capilar ascendió a 1,8 minutos. Se obtuvo un producto claro.

Tabla 7:

Presión [MPa (bar)]	temp. [°C]	Tiempo de permanencia [min]	Mol de OE /Iniciador	Conc. de cat. [%]	Viscosidad 25 °C [mPas]	Número de OH [mg KOH/g]
	170	1,8	aprox. 10	0,68	1441	47,9

Ejemplo 7 poliéteres para poliuretanos con catálisis de KOH

10 Con flujo continuo se mezcló poliéter alcalino (F=2,75, N° OH = 55,6, alcalinidad 0,68 %) y óxido de propileno en una mezcladora estática (Ehrfeld) y a continuación se suministró a un reactor Miprowa empresa BTS Ehrmann con tabiques de acuerdo con la invención). La temperatura de reacción ascendió a 170 °C y la conversión fue completa. El tiempo de permanencia en el capilar ascendió a 1,8 minutos. Se obtuvo un producto claro.

Tabla 8:

Presión [MPa (bar)]	temp. [°C]	Tiempo de permanencia [min]	Mol de OP /Iniciador	Conc. de cat. [%]	Viscosidad 25 °C [mPas]	Número de OH [mg KOH/g]
	150	1,8	aprox. 8,7	0,68	1007	46,5

15 Ejemplo comparativo 2 poliéteres para poliuretanos con catálisis de DMC

20 Con flujo continuo se premezcló una suspensión de DMC en un poli(óxido de propileno) trifuncional, Mw 3000 en un recipiente de agitación antepuesto con un volumen correspondiente a 6 veces el volumen del microrreactor y después se aportó a un microrreactor (módulo de reactor de corriente cruzada con mezcladora de ciclón integrada, Forschungszentrum Karlsruhe (FZK), N° 1250-X-0.0). La reacción se detuvo reiteradamente y solo condujo a una reducida conversión.

Los resultados del ensayo están indicados en la siguiente Tabla 9:

Tabla 9:

Presión [MPa (bar)]	temperatura [°C]	Tiempo de permanencia [min]	Concentración de cat. [ppm]	Propiedades de producto		
				Viscosidad [25 °C mPas]	Número de OH	Conc. de OP [%]
2,5 (25)	158	7	1080	-	-	85

Ejemplo comparativo 3:

25 El ensayo descrito en el ejemplo comparativo 2 se repitió, sin embargo, los reactantes se premezclaron de forma continua en mezcladoras microestructuradas y, de hecho, en primer lugar se introdujeron óxido de propileno y glicerol en una primera micromezcladora (mezcladora de multilaminación, LH 25, empresa Ehrfeld) y a continuación en una segunda micromezcladora del mismo tipo el catalizador y después se suministró la mezcla de reacción a través de una cámara de distribuidor a los canales de un microrreactor (módulo de reactor de corriente cruzada con mezcladora de ciclón integrada, Forschungszentrum Karlsruhe (FZK), N° 1250-X-0.0).

30 Los resultados del ensayo están indicados en la siguiente Tabla 10:

Tabla 10:

				Propiedades de producto		
Presión [MPa (bar)]	temperatura [°C]	Tiempo de permanencia [min]	Concentración de cat. [ppm]	Viscosidad [25 °C mPas]	Número de OH	Conc. de OP [ppm]
2 (20)	158	3	1050	2035	56,2	410

Ejemplo 8:

5 El ensayo descrito en el ejemplo comparativo 3 se repitió, sin embargo, los reactantes se premezclaron de forma continua en mezcladoras microestructuradas y, de hecho, en primer lugar se introdujeron óxido de propileno y glicerol en una primera micromezcladora (mezcladora de multilaminación, LH 25, empresa Ehrfeld) y a continuación en una segunda micromezcladora del mismo tipo el catalizador y después se suministró la mezcla de reacción a un microrreactor (reactor Miprowa con tabiques de acuerdo con la invención, empresa BTS-Ehrfeld). Los resultados del ensayo están indicados en la siguiente Tabla 11:

10

Tabla 11:

					Propiedades de producto		
Tipo de mezcladora	Presión [MPa (bar)]	temperatura [°C]	Tiempo de permanencia [min]	Concentración de cat. [ppm]	Viscosidad a 25 °C	Número de OH	Conc. de OP [ppm]
mezcladora din. (autoclave de agitación)	2 (20)	216	3	990	653	57,42	25
mezcladora din. (autoclave de agitación)	2 (20)	170	3	420	1085	53,2	60

Ejemplo 9 (con devolución de producto):

15 El ensayo descrito en el ejemplo 2 se repitió, sin embargo, en primer lugar se premezclaron el catalizador de DMC y el reciclado del microrreactor en una mezcladora de multilaminación (Ehrfeld, LH 25) y a continuación, esta corriente de producto se mezcló en una segunda mezcladora (Ehrfeld, LH 25) con óxido de propileno y glicerol. A continuación, la mezcla de reacción se suministró como se ha descrito en el Ejemplo 8 a un microrreactor (reactor Miprowa con tabiques de acuerdo con la invención, empresa BTS-Ehrfeld).

Los resultados están indicados en la siguiente Tabla 12:

Tabla 12:

		Propiedades de producto					
Tipo de mezcladora	Presión [MPa (bar)]	temperatura [°C]	Tiempo de permanencia [min]	Concentración de cat. [ppm]	Viscosidad a 25 °C	Número de OH	Conc. de OP [ppm]
Mezcladora de multilaminación	2 (20)	150	2.7	2200	617	56,2	> 1000

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de alcoholes de poliéter mediante reacción de los siguientes reactantes:

- a) uno o varios óxidos de alquileo y dado el caso dióxido de carbono así como
- b) una o varias sustancias de partida con funcionalidad H

5 en presencia de un catalizador
con formación de una mezcla de reacción líquida
en una unidad de reacción (1),

10 **caracterizado porque** la unidad de reacción (1) presenta tabiques (2) que configuran múltiples canales de flujo
microestructurados que causan una múltiple división de la mezcla de reacción líquida en caminos de flujo parcial y
nueva recombinación de los mismos en disposición modificada, repitiéndose la múltiple división y nueva
recombinación de 10 a 10.000 veces y presentando los canales de flujo microestructurados una dimensión
característica, que se define como la mayor separación posible de una partícula discrecional de la mezcla de
reacción líquida con respecto a la pared más próxima a la partícula de un canal de flujo, en el intervalo de 20 a
15 10.000 μm y aproximándose por ello el perfil de flujo de la mezcla de reacción líquida a través de los canales de flujo
microestructurados, alejándose de un perfil de flujo parabólico, a un flujo de tapón ideal.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** una parte de los reactantes o todos los
reactantes y dado el caso el catalizador se premezclan en una mezcladora fuera de la unidad de reacción a una
temperatura que es menor que la temperatura de la reacción.

20 3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque** la dimensión característica de los
canales de flujo microestructurados se encuentra en un intervalo de 40 a 6.000 μm , preferentemente en un intervalo
de 50 a 4.000 μm .

25 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** los tabiques (2) son
placas de reacción (2), formando dos o varias placas de reacción (2) dispuestas en paralelo una sobre otra en
dirección de flujo principal a través de la unidad de reactor (1) respectivamente un módulo de reactor (3),
presentando la unidad de reacción (1) uno o varios módulos de reactor (3), presentando cada placa de reacción (2)
múltiples ranuras (4) dispuestas en paralelo entre sí en un ángulo α distinto de cero con respecto a la dirección de
flujo principal con anchura constante o variable y la placa de reacción (2) directamente adyacente, múltiples ranuras
(4) geoméricamente correspondientes que están dispuestas en un mismo ángulo α , aunque con signo inverso, y
configurando las ranuras (4) de todas las placas de reacción (2) dispuestas unas sobre otras un canal de flujo, con
30 un suministro de los reactantes al canal de flujo y una evacuación de la mezcla de producto del canal de flujo, con en
cada caso una chapa de separación (5) dispuesta en paralelo con respecto a las placas de reacción (2) a ambos
lados del módulo de reactor (3) que cierra por completo las ranuras (4), así como con una o varias placas de
refrigeración o atemperado (6) que se unen a cada chapa de separación (5), en el lado opuesto al módulo de reactor
(3) de la chapa de separación (5), circulando a través de la una o las varias placas de refrigeración o atemperado (6)
35 un caloportador.

5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, **caracterizado porque** el ángulo α asciende a 45°.

40 6. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 4 o 5, **caracterizado porque** están previstas dos o varias
placas de refrigeración o atemperado (6), presentando cada placa de refrigeración o atemperado (6) múltiples
ranuras (4) dispuestas en paralelo entre sí en un ángulo α distinto de cero con respecto a la dirección del flujo
principal del caloportador con anchura constante o variable, y presentando la placa de refrigeración o atemperado
(6) directamente adyacente múltiples ranuras (4) geoméricamente iguales que están dispuestas en un mismo
ángulo α , aunque con signo inverso, y configurando las ranuras (4) de todas las placas de refrigeración o
atemperado (6) dispuestas unas sobre otras un canal de flujo, con un suministro del caloportador al canal de flujo y
una evacuación del caloportador en el otro extremo del canal de flujo.

45 7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** la conversión del uno o
varios óxidos de alquileo se realiza con adición de uno o varios comonomeros de la clase de los anhídridos cíclicos,
de las lactonas o con adición de dióxido de carbono.

8. Procedimiento para la preparación de alcoholes de poliéter de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7
mediante reacción de los siguientes reactantes:

- 50 a) uno o varios óxidos de alquileo y dado el caso dióxido de carbono así como
b) una o varias sustancias de partida con funcionalidad H

en presencia de un catalizador
en una forma de conducción por bloques, de tal manera que
están previstas dos o varias unidades de reacción (1),

55 1) suministrándose los reactantes a) y b) a una primera unidad de reacción con obtención de una primera mezcla

de reacción,

2) atemperándose la primera mezcla de reacción preferentemente después de abandonar la primera unidad de reacción,

5 3) añadiéndose mediante mezcla uno o varios reactantes adicionales distintos de los suministrados en el nivel del procedimiento 1 o los mismos reactantes que en el nivel de procedimiento 1) en una proporción de mezcla diferente del nivel de procedimiento 1) con obtención de una segunda mezcla de reacción y suministrándose la segunda mezcla de reacción

4) a una segunda unidad de reacción,

10 y suministrándose la mezcla de reacción obtenida a partir de esto dado el caso a otra unidad de reacción, repitiéndose de manera correspondiente las etapas de procedimiento 2) y 3).

9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 2 a 8, **caracterizado porque** en la mezcladora fuera del reactor en una primera etapa de mezcla en primer lugar se premezclan el uno o los varios óxidos de alquileo y dado el caso dióxido de carbono con el catalizador y en una segunda etapa de mezcla se añaden mediante mezcla la una o las varias sustancias de partida con funcionalidad H.

15 10. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 8 o 9, **caracterizado porque** los reactantes a) son una o varias sustancias seleccionadas de la siguiente enumeración: óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, óxido de penteno, éter de glicidilo, óxido de hexeno y/u óxido de estireno, preferentemente óxido de etileno, óxido de propileno, dióxido de carbono o mezclas de los mismos.

20 11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado porque** se emplean como sustancias de partida con funcionalidad H uno o varios alcoholes con una funcionalidad de 1 a 8.

25 12. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, **caracterizado porque** como sustancia de partida o sustancias de partida con funcionalidad H se emplean uno o varios alcoholes con una funcionalidad de 1 con la fórmula general R-OH, siendo R un resto alquilo, arilo, aralquilo o alquilarilo saturado o insaturado con 1 a 60, preferentemente 1 a 24 átomos de carbono, en particular una o varias sustancias de la siguiente enumeración: metanol, butanol, hexanol, heptanol, octanol, decanol, undecanol, dodecanol o tridecanol, tetradecanol, pentadecanol, hexadecanol, heptadecanol, octadecanol, butenol, hexenol, heptenol, octenol, nonenol, decenol, undecenol, alcohol vinílico, alcohol alílico, geraniol, linalool, citronelol, fenol o nonilfenol.

30 13. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, **caracterizado porque** como sustancias de partida con funcionalidad H se emplean uno o varios alcoholes con una funcionalidad de 2 a 8, de forma particularmente preferente de 2 a 4, más preferentemente de 2 a 3, en particular una o varias sustancias de la siguiente enumeración: etilenglicol, propilenglicol, glicerol, trimetilolpropano y pentaeritrol.

14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado porque** como catalizadores se emplean catalizadores de complejo de cianuro multimetal.

35 15. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado porque** como catalizadores se emplean catalizadores básicos, tales como hidróxido de potasio, alcoholatos de metal alcalino o aminas.

16. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14, **caracterizado porque** el catalizador de complejo de cianuro multimetal se recupera mediante filtración de corriente transversal por membrana de la descarga de reacción de la única o de la última de las varias unidades de reacción y se recicla al procedimiento.

FIG.1

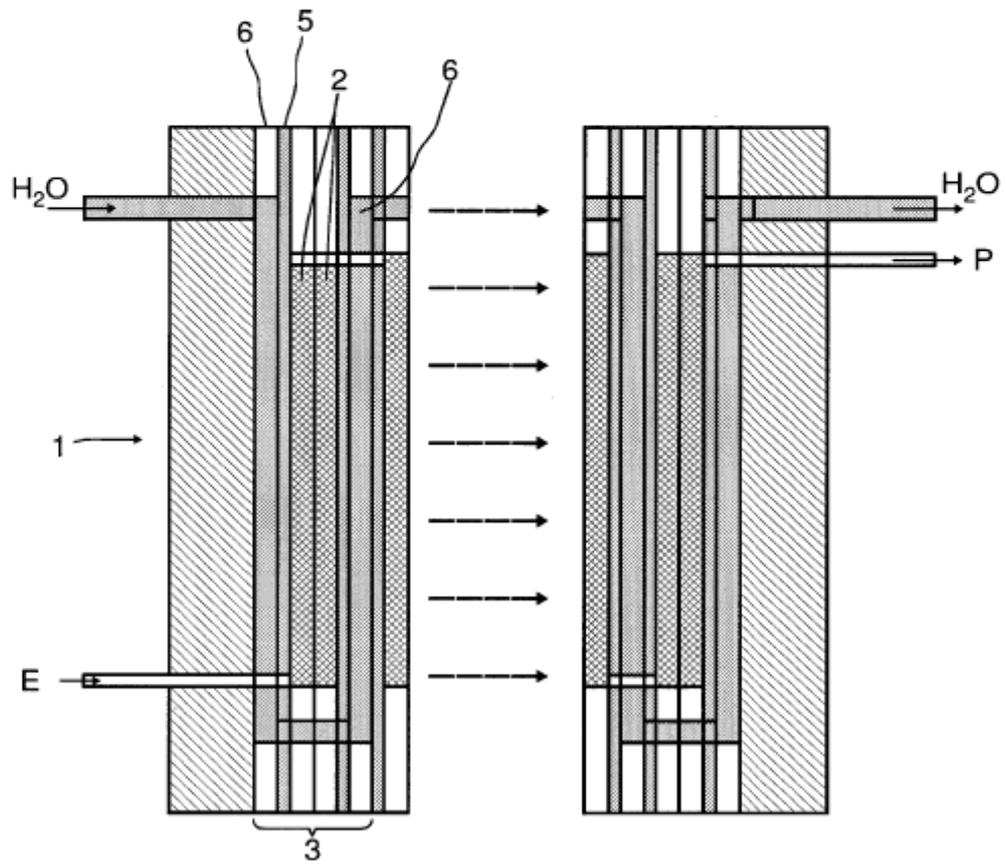


FIG.2

