

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 554 239**

51 Int. Cl.:

C08G 65/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.07.2012 E 12735146 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.09.2015 EP 2734570**

54 Título: **Procedimiento para la producción continua de polieteroles**

30 Prioridad:

19.07.2011 EP 11174470

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
17.12.2015

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**CHILEKAR, VINIT;
BEY, OLIVER;
BRODHAGEN, ANDREAS;
LÖFFLER, ACHIM;
AHMADNIAN, FATEMEH;
BÖHLING, RALF;
GROSSMANN, CHRISTOPH;
KAMMEL, ULRICH;
ADELMANN, RONALD;
OSTROWSKI, THOMAS;
JOSHI, MILIND;
WATERS, GERRIT y
MECKELNBURG, DIRK**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 554 239 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 producción continua de polieteroles

5 La invención se refiere a un procedimiento para la producción continua de polieteroles en el que un hidróxido de metal alcalino reacciona con un iniciador de alcohol o iniciador de polialcohol o un precursor alcoxilado para dar una mezcla que comprende un alcoholato y agua, el agua se elimina o bien parcialmente o bien completamente de la mezcla o se deja con el alcoholato para la reacción posterior, y la mezcla de alcoholato resultante se hace reaccionar con óxidos de alquileno formando el polieterol.

10 Los polieteroles son un material de partida importante en la producción de poliuretanos. Además, los polieteroles también se usan como tensioactivos. La producción de polieteroles generalmente se lleva a cabo mediante una adición catalítica de óxidos alcalinos, particularmente óxido de propileno y/u óxido de etileno a sustancias iniciadoras con funcionalidad de H. Como catalizador generalmente se usan sales o hidróxidos de metales alcalinos. El hidróxido de potasio es de gran relevancia práctica.

15 En la reacción, en primer lugar reacciona un alcohol (también denominado compuesto iniciador) con una base, por ejemplo hidróxido de potasio, formando el alcoholato correspondiente. Durante esta reacción, también se forma agua. El agua se elimina o bien parcialmente o bien completamente, por ejemplo mediante destilación o destilación en fase de vapor o hervido o se deja dentro del alcoholato para la reacción posterior, y el alcoholato reacciona adicionalmente con óxido de alquileno, por ejemplo óxido de propileno, óxido de etileno o una mezcla de ambos. Los productos resultantes son mezclas de homólogos de diferentes longitudes de cadena.

20 Un procedimiento continuo para la producción de polieteroles se describe por ejemplo en el documento DD 142 809. Este procedimiento se basa en catalizadores de hidróxido de potasio y como reactor se usan columnas de burbujas en cascadas verticales independientes. En un reactor de columnas de burbujas en cascadas verticales de este tipo, se alimentan óxido de propileno, hidróxido de potasio y un iniciador de alcohol a la parte inferior y el producto junto con gas óxido de propileno sin reaccionar se retira en la parte superior de la columna. Los segmentos en cascada en la columna conducen a una estrecha distribución de tiempo de residencia que se requiere para la estrecha distribución de peso molecular del producto. Para aumentar el rendimiento espacio-tiempo del procedimiento es necesario realizar la reacción a temperaturas superiores y presiones superiores. El calor de la reacción de alcoxilación producida en cada sección debido al rendimiento espacio-tiempo aumentado conduce a limitaciones de eliminación de calor debido a la pequeña superficie de enfriamiento específica disponible en la columna de burbujas vertical. La superficie de enfriamiento interna posible máxima no es suficiente para eliminar completamente el calor de la reacción. No hay posibilidad de mejorar el enfriamiento usando otros medios tales como enfriamiento evaporativo de óxido de propileno. El otro problema es que cuando se añade todo el óxido de propileno a la parte inferior de la columna, debido a las altas cargas de gas, hay una velocidad de reacción no uniforme en diversas secciones por toda la altura de la columna lo que conduce a necesidades de capacidad de enfriamiento variables. Esto requiere intercambiadores de calor externos en múltiples secciones además de los serpentines de enfriamiento internos haciendo que el concepto de reactor no resulte económico.

35 Otro concepto de reactor para la fabricación de polieteroles se da a conocer en Mihail Ionescu, Chemistry and Technology of Polyols for Polyurethanes, Rapra Technology, páginas 120 a 129, 1ª Edición, 2005. La reacción se lleva a cabo en un reactor discontinuo en el que se pulveriza la masa de reacción líquida en gotitas muy finas. En el reactor, el óxido de alquileno, es decir óxido de propileno u óxido de etileno, está contenido en forma gaseosa. Además de las reacciones en las que se pulveriza líquido en gotitas muy finas también se describen reactores discontinuos agitados. Tras la reacción, se purifica el producto de reacción eliminando el catalizador.

40 Un procedimiento para formar polieteroles usando un tubo de reacción en espiral como reactor se da a conocer en el documento WO-A 01/36514. Otro procedimiento que usa un reactor tubular que se enfría desde el exterior se da a conocer en el documento DE-B 100 54 462.

45 Sin embargo, una desventaja de todos los tipos de reactor conocidos que están usándose para la producción de polieteroles es que el aumento del rendimiento espacio-tiempo del procedimiento está limitado por la capacidad de eliminación de calor de los reactores.

Otro problema es obtener una estrecha distribución de tiempo de residencia junto con una reacción uniforme por toda la longitud del reactor, necesitando intercambiadores de calor externos mínimos.

50 Por tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la producción continua de polieteroles que no presente las desventajas de los procedimientos conocidos.

Este objeto se logra mediante un procedimiento para la producción continua de polieteroles según la reivindicación 1 que comprende las etapas de

- hacer reaccionar un hidróxido de metal alcalino o un hidróxido de metal alcalinotérreo con un iniciador de alcohol o un precursor alcoxilado para dar una mezcla que comprende un alcoholato y agua,

- eliminar el agua de la mezcla, si resulta apropiado,

5 - alimentar el alcoholato al interior de una columna de burbujas, que tiene una inclinación de 0 a 90° con respecto a la horizontal, estando dividida la columna de burbujas en al menos dos compartimentos, en el que los compartimentos están divididos unos de otros por una pared de división, teniendo la pared de división una altura, tal que el líquido puede fluir sobre la pared de división desde un compartimento a un compartimento adyacente,

10 - alimentar óxido de alquileño al interior de al menos un compartimento en la parte inferior del compartimento de manera que el óxido de alquileño se eleva hacia el alcoholato, alimentándose el óxido de alquileño al interior del al menos un compartimento en forma gaseosa o como un líquido que se evapora en el compartimento,

- hacer reaccionar el óxido de alquileño con el alcoholato o con un producto secundario que está formándose por la reacción del alcoholato con óxido de alquileño para dar el polieterol,

- descargar el producto de reacción de la columna de burbujas horizontal.

15 Mediante el uso de una columna de burbujas que tiene una inclinación de desde 0 hasta 90° con respecto a la horizontal, es posible usar el óxido de alquileño que se alimenta al interior de al menos un compartimento, también para enfriar la mezcla de reacción. El óxido de alquileño que no reacciona recoge el calor de la reacción de modo que el contenido del compartimento se enfría a través de enfriamiento evaporativo.

20 Adicionalmente, la columna de burbujas puede enfriarse mediante enfriamiento por serpentines de enfriamiento o camisa externa. El enfriamiento adicional por serpentines de enfriamiento o camisa externa puede limitarse a compartimentos individuales. Particularmente en el caso en que pueda eliminarse suficiente calor por el óxido de alquileño, no es necesario enfriamiento adicional en este compartimento.

25 Si se usan camisas de enfriamiento externas o serpentines de enfriamiento, estos pueden usarse también para el calentamiento inicial del reactor durante la puesta en marcha de la producción. Para el calentamiento inicial, un medio de calentamiento fluye a través de la camisa externa o el serpentín interno, teniendo una temperatura por encima de la temperatura que se necesita para la puesta en marcha de la producción. Tras poner en marcha la producción y la generación de calor debido a la reacción, se detiene el calentamiento de los compartimentos y si es necesario los compartimentos que comprenden camisas externas o serpentines de enfriamiento internos se enfrían usando un medio de enfriamiento que fluye a través de las camisas externas o los serpentines de enfriamiento internos.

30 En una realización preferida de la invención, el óxido de alquileño se alimenta al interior de cada uno de los compartimentos. Esto tiene la ventaja de que no es necesario enfriamiento adicional en caso de que la velocidad de flujo del óxido de alquileño sea tal que pueda eliminarse el calor de reacción de los compartimentos por la alimentación de óxido de alquileño. Además, al distribuir el óxido de alquileño en cada uno de los compartimentos es posible lograr una distribución uniforme del óxido de alquileño en los compartimentos. Adicionalmente, puede ser posible ajustar la cantidad de óxido de alquileño que se alimenta al interior de cada uno de los compartimentos. La cantidad de óxido de alquileño que se alimenta al interior de cada uno de los compartimentos puede depender del calor que ha de eliminarse de los compartimentos o de la cantidad de óxido de alquileño que se usa para la reacción que se lleva a cabo en el compartimento para formar el polieterol.

40 El óxido de alquileño puede alimentarse al interior de al menos un compartimento en forma gaseosa. Sin embargo, se prefiere alimentar el óxido de alquileño al interior de al menos un compartimento como líquido. Si el óxido de alquileño se alimenta al interior de al menos un compartimento como líquido, el óxido de alquileño se evapora en el compartimento disipando el calor de la reacción. Por tanto, puede mejorarse el enfriamiento alimentando óxido de alquileño líquido al interior de al menos un compartimento. Particularmente, se prefiere alimentar óxido de alquileño al interior de cada uno de los compartimentos de la columna de burbujas. La inclinación de la columna de burbujas con respecto a la horizontal en lo que se refiere a la presente invención es tal que cada uno de los compartimentos de la columna de burbujas puede hacerse funcionar como un reactor independiente. Por tanto, se prefiere una inclinación en el intervalo de desde 0 hasta 45°, particularmente en el intervalo de desde 0 hasta 20°.

50 De ese modo, la inclinación es tal que en el sentido de flujo del alcoholato líquido, el eje de la columna de burbujas descendiendo. Para llevar a cabo la reacción, el alcoholato líquido se alimenta al interior de la columna de burbujas en un lado y la mezcla de reacción que se forma en la columna de burbujas se retira en el otro lado de la columna de burbujas. Dentro de la columna de burbujas la mezcla de reacción líquida fluye desde un compartimento hasta un compartimento adyacente sobre la pared de división que divide los compartimentos entre sí. En cada compartimento, la mezcla de reacción se mezcla adicionalmente mezclando el óxido de alquileño en la parte inferior

del compartimento por la ascensión de burbujas de óxido de alquileo. Debido a las burbujas que ascienden en cada compartimento la mezcla de reacción vuelve a mezclarse completamente.

5 Si la columna de burbujas tiene una inclinación de 0° con respecto a la horizontal, lo que significa que la orientación del eje principal de la columna de burbujas está en la horizontal, se prefiere que la altura de las paredes de división disminuya en el sentido de flujo del alcoholato líquido. Esto tiene la ventaja de que el alcoholato líquido fluye desde un compartimento hacia el compartimento siguiente y pueden evitarse zonas muertas dentro de la columna de burbujas.

10 Además de alimentar el alcohol y el iniciador o un precursor alcoxlado al interior del primer compartimento de la columna de burbujas, también es posible alimentar adicionalmente un iniciador y/o un precursor alcoxlado al interior de al menos un compartimento adicional. Esto ayudaría en el caso de productos que tienen una mezcla de iniciadores con grado de alcoxlación variable o también sería útil para productos que consisten en una distribución de peso molecular bimodal.

El catalizador, que se usa para la reacción, es una base. La base se elige de hidróxidos de metales alcalinos o alcalinotérreos, el hidróxido de potasio o hidróxido de sodio es particularmente preferible.

15 El iniciador de alcohol que se usa es un alcohol monovalente o polivalente, particularmente un alcohol graso, oxoalcohol y/o alcohol secundario o una mezcla de alcoholes. Particularmente preferidos son los alcoholes trifuncionales de bajo peso molecular. Particularmente preferidos como alcohol son glicerina, propilenglicol, etilenglicol, trimetilolpropano, sorbitol, sacárido. Además de alcoholes, pueden usarse aminos adicionales como etilendiamina, trietanolamina o toluendiamina, heptano, alquilfenol, o alcoholes grasos naturales o sintéticos, aminos grasas y aminos hidrogenadas, aminos grasas, ácidos grasos, ésteres de sorbitano, monoglicéridos o monoesteroides. Particularmente preferidos como alcoholes son glicerina, propilenglicoles y trimetilolpropano. El óxido de alquileo que se usa para la producción de polieterol es preferiblemente óxido de etileno u óxido de propileno. También pueden usarse mezclas de óxido de etileno y óxido de propileno. Además es posible usar diferentes óxidos de alquileo simultáneamente y/o secuencialmente en los que en caso de que los óxidos de alquileo se alimenten secuencialmente, diferentes óxidos de alquileo se alimentan al interior de diferentes compartimentos.

20

25

Además de óxido de etileno y óxido de propileno, puede usarse óxido de butileno adicional. Si se usa óxido de butileno, generalmente se usan mezclas con etileno u óxido de propileno.

30 En una realización de la invención, el óxido de alquileo se alimenta al interior del reactor en forma de una mezcla que comprende el óxido de alquileo y nitrógeno. Además de nitrógeno, también pueden usarse otros gases que son inertes para la reacción. El nitrógeno ayuda a mantener la concentración de fase gaseosa de óxido de alquileo por debajo de los límites de descomposición de la fase gaseosa.

35 Para eliminar el óxido de alquileo que no ha reaccionado con el alcoholato o producto secundario, es posible retirar el óxido de alquileo junto con la mezcla de reacción del reactor. Sin embargo, se prefiere proporcionar una salida independiente para los componentes gaseosos incluyendo el óxido de alquileo. Particularmente, se prefiere proporcionar la salida en la parte superior de la columna de burbujas de modo que los componentes gaseosos, que comprenden el óxido de alquileo gaseoso, se retiren en la parte superior del reactor. En una realización preferida, los componentes gaseosos se enfrían para condensar el óxido de alquileo y recircular el óxido de alquileo al interior del reactor o al interior de un depósito de almacenamiento.

40 En caso de que se use un número particularmente grande de compartimentos para el procedimiento, se prefiere conectar al menos dos columnas de burbujas en serie. En este caso, la mezcla de reacción se retira en el extremo de una columna de burbujas y se alimenta en un lado a una columna de burbujas siguiente. De ese modo pueden usarse dos o más columnas de burbujas.

La invención se describe en detalle a continuación en el presente documento con referencia a los dibujos.

45 En los dibujos:

la figura 1 muestra un diagrama de flujo esquemático de procedimiento del procedimiento inventivo,

la figura 2 muestra una sección transversal de la columna de burbujas en una primera realización,

la figura 3 muestra una sección transversal de la columna de burbujas en una segunda realización.

Un diagrama de flujo del procedimiento inventivo se muestra en la figura 1.

5 A una mezcladora 1 estática, se alimentan un iniciador 3 de alcohol y un catalizador 5. Tal como se describió anteriormente, el alcohol es preferiblemente un alcohol polifuncional de bajo peso molecular, por ejemplo glicerina o trimetilolpropano. Iniciadores de alcohol líquidos adecuados adicionales son propilenglicol, etilenglicol, dietilenglicol, dipropilenglicol, butanodiol o polieterol, aminas alifáticas o aminas aromáticas tales como anilina y aminofenoles y sus derivados, etilendiamina, etanolamina, dietanolamina, toluenodiamina, difenilmetanodiamina, urea, melamina y sus derivados con funcionalidad de H y mezclas entre aminas aromáticas y alifáticas, agua, alcoholes alcoxilados, sorbitol, sacarido, pentaeritritol, celulosa, almidón o sacarosa. El catalizador 5 que se alimenta al interior de la mezcladora 1 estática, como líquido o como disolución acuosa es por ejemplo un hidróxido de metal alcalino o un hidróxido de metal alcalinotérreo, preferiblemente un hidróxido de metal alcalino, por ejemplo hidróxido de sodio o hidróxido de potasio, particularmente hidróxido de potasio.

15 El iniciador 3 de alcohol y el catalizador 5 se mezclan en la mezcladora 1 estática. En la mezcladora 1 estática el iniciador 3 de alcohol y el catalizador 5 reaccionan entre sí formando un alcoholato y agua. Para eliminar el calor de la reacción, puede enfriarse la mezcladora 1 estática. Para el enfriamiento, la mezcladora 1 estática comprende una camisa 7 de enfriamiento. Podría alimentarse un medio de calentamiento a la camisa de enfriamiento para la puesta en marcha para lograr la temperatura de reacción y luego el medio de calentamiento podría cambiarse al medio de enfriamiento en la camisa 7 de enfriamiento para proporcionar el enfriamiento requerido para eliminar el calor de reacción.

Además de una mezcladora 1 estática puede usarse cualquier otro tipo de reactor de flujo en pistón continuo, por ejemplo un reactor tubular o reactor de haz tubular, para formar el alcoholato a partir del alcohol y el catalizador.

20 La mezcla de reacción que deja la mezcladora 1 estática se alimenta al interior de una primera cámara 9 de hervido. La mezcla de reacción que está alimentándose al interior de la cámara 9 de hervido tiene una temperatura preferiblemente entre 100 y 150°C, particularmente una temperatura en el intervalo de desde 120 hasta 140°C. La presión en la primera cámara 9 de hervido está en el intervalo de desde 100 hasta 1000 mbar, preferiblemente en el intervalo de 150 a 500 mbar, de manera particularmente preferida en el intervalo de desde 150 hasta 250 mbar.

25 Para establecer el vacío en la cámara 9 de hervido, se proporciona una bomba 11 de vacío. En la cámara 9 de hervido el agua procedente del catalizador y el agua de reacción contenida en la mezcla de reacción se evapora y se elimina de la cámara 9 de hervido a través de la bomba 11 de vacío.

30 La mezcla que comprende alcoholato restante se retira en la parte inferior de la primera cámara 9 de hervido, se bombea mediante una bomba 13 y se calienta en un intercambiador 15 de calor. Con la bomba 13, la mezcla que comprende alcoholato se comprime a una presión en el intervalo de desde 3 hasta 10 bar, preferiblemente en el intervalo de desde 4 hasta 8 bar y particularmente en el intervalo de desde 5 hasta 7 bar. La mezcla se calienta en el intercambiador 15 de calor hasta una temperatura en el intervalo de desde 100 hasta 180°C, preferiblemente en el intervalo de desde 120 hasta 160°C y particularmente en el intervalo de desde 125 hasta 150°C.

35 En la realización tal como se muestra en la figura 1, la mezcla que comprende alcoholato se alimenta al interior de una segunda cámara 17 de hervido. La segunda cámara 17 de hervido también comprende una bomba 19 de vacío con la que se reduce la presión en la cámara 17 de hervido hasta de 10 a 200 mbar, preferiblemente hasta el intervalo de desde 20 hasta 100 mbar, particularmente en el intervalo de 30 a 80 mbar. En la segunda cámara 17 de hervido se elimina el agua restante procedente de la corriente de reacción que comprende alcoholato y se retira a través de la segunda bomba 19 de vacío. En una bomba 21, el alcoholato que está esencialmente libre de agua se comprime hasta una presión en el intervalo de desde 3 hasta 10 bar, preferiblemente en el intervalo de desde 4 hasta 8 bar, particularmente en el intervalo de desde 5 hasta 7 bar.

En lo que se refiere a la presente invención, esencialmente libre de agua significa que la cantidad de agua en la corriente que comprende alcoholato es como máximo del 1% en peso, preferiblemente como máximo del 0,1% en peso y particularmente del 0,05% en peso.

45 La corriente de alcoholato que está esencialmente libre de agua se alimenta al interior de una primera columna 23 de burbujas. Según la invención, la primera columna 23 de burbujas está inclinada con respecto a la horizontal con un ángulo de 0° a 90°, preferiblemente con un ángulo de 0° a 45° y particularmente con un ángulo de 0° a 20°. En la realización tal como se muestra en la figura 1, la inclinación con respecto a la horizontal es de 0°.

50 Opcionalmente, la corriente de alcoholato también podría alimentarse a un reactor continuo de tanque agitado (CSTR) en el que se hace reaccionar con al menos de 1 a 30 moles de óxido de alquileo por mol de alcoholato antes de alimentarla a la primera columna de burbujas.

La primera columna de burbujas está dividida en varios compartimentos 25 mediante paredes 27 de división. La altura de las paredes 27 de división es tal que el líquido procedente de un compartimento 25 puede fluir al interior de un compartimento adyacente sobre la pared de división.

En la realización tal como se muestra en la figura 1, cada compartimento 25 está dotado de un distribuidor 29 de gas, que se muestra esquemáticamente mediante una flecha. A través de los distribuidores 29 de gas se alimenta óxido de alquileo, preferiblemente óxido de propileno u óxido de etileno al interior de los compartimentos 25. Los óxidos de alquileo pueden alimentarse como líquido o como gas. En una realización de la invención, se prefiere alimentar óxido de alquileo líquido al interior de los compartimentos 25. El óxido de alquileo líquido proporciona enfriamiento evaporativo en los compartimentos 25 extrayendo calor de reacción mediante la evaporación del óxido de alquileo. Tras evaporarse completamente, el óxido de alquileo gaseoso se calentará adicionalmente extrayendo calor de la reacción. Si el óxido de alquileo se alimenta en estado gaseoso, la cantidad de calor que puede absorberse por el óxido de alquileo es mucho menor que cuando se alimenta óxido de alquileo líquido. En una realización de la invención, el óxido de alquileo se alimenta en una mezcla con un gas inerte al interior de los compartimentos 28. Al alimentar un gas inerte adicional es posible alimentar una cantidad mayor de gas y por tanto lograr un mejor efecto de mezclado dentro de los compartimentos.

El gas, es decir óxido de alquileo y opcionalmente gas inerte, que no ha reaccionado con el alcoxilato que forma polieterol, se recoge en la parte superior de la columna 23 de burbujas. En la parte superior de la columna 23 de burbujas está prevista una conducción 31 de salida a través de la cual se elimina el óxido de alquileo gaseoso y opcionalmente gases inertes de la primera columna 23 de burbujas. Los componentes gaseosos se enfrían y si resulta apropiado se condensan parcialmente en un intercambiador 33 de calor.

El intercambiador 33 de calor va seguido por un separador 35 de gas-líquido. En el separador 35 de gas-líquido componentes que se han condensado en el intercambiador 33 de calor se separan de los componentes que permanecen en forma gaseosa. Las partes condensadas comprenden esencialmente óxidos de alquileo.

En la realización tal como se muestra en la figura 1, el óxido de alquileo se recircula al interior de la primera columna 23 de burbujas o de vuelta al tanque de suministro de óxido de alquileo. Además también es posible recircular una fracción de la corriente a la primera columna 23 de burbujas y enviar el resto al tanque de almacenamiento de óxido de alquileo.

La mezcla de reacción resultante que comprende polieterol se retira de la primera columna 23 de burbujas a través de una conducción 37 de salida. La conducción 37 de salida y la conducción de alimentación a través de la cual se alimenta el alcoholato al interior de la columna 23 de burbujas están dispuestas en lados opuestos de la primera columna 23 de burbujas de manera que el líquido fluye desde el punto de alimentación hacia la conducción 37 de salida.

En la realización tal como se muestra en la figura 1, la primera columna 23 de burbujas va seguida por una segunda columna 39 de burbujas. La segunda columna de burbujas está diseñada esencialmente de manera similar a la primera columna 23 de burbujas. La segunda columna 39 de burbujas también está inclinada con un ángulo de 0 a 90° con respecto a la horizontal, preferiblemente con un ángulo de 0 a 45° y particularmente con un ángulo de 0 a 20° con respecto a la horizontal. La segunda columna 39 de burbujas también está dividida en compartimentos 25 mediante paredes 27 de división. Al interior de los compartimentos 25 de la segunda columna 39 de burbujas se alimenta óxido de alquileo gaseoso a través de distribuidores 29 de gas. Además, el óxido de alquileo sin reaccionar se retira de la segunda columna 39 de burbujas a través de una conducción 41 de salida, se enfría en un intercambiador 43 de calor y se recircula al interior de la segunda columna 39 de burbujas.

Dependiendo del polieterol, que se produce, es posible alimentar diferentes óxidos de alquileo al interior de la primera columna de burbujas y la segunda columna 39 de burbujas. Por ejemplo, es posible alimentar óxido de etileno al interior de la primera columna 23 de burbujas y óxido de propileno al interior de la segunda columna 39 de burbujas. También puede alimentarse óxido de propileno al interior de la primera columna 23 de burbujas y óxido de etileno al interior de la segunda columna 39 de burbujas. Sin embargo, también es posible alimentar el mismo óxido de alquileo, por ejemplo óxido de etileno u óxido de propileno, o una mezcla de ambos, al interior de cada una de las columnas 23, 39 de burbujas.

Las columnas de burbujas y los compartimentos en las columnas de burbujas pueden tener todos ellos el mismo tamaño o pueden ser de tamaños diferentes. Generalmente, los compartimentos en una columna de burbujas tendrán el mismo tamaño. Sin embargo, también es posible que el tamaño de los compartimentos disminuya en el sentido de flujo de los componentes líquidos o que el tamaño de los compartimentos aumente en el sentido de flujo de los componentes líquidos. En una realización preferida, el tamaño de los compartimentos 25 aumenta en el sentido de flujo de los componentes líquidos.

Además de la realización tal como se muestra en figura 1, en la que se alimenta óxido de alquileo al interior de cada compartimento de las columnas 23, 39 de burbujas, es posible que el óxido de alquileo sólo se alimente al interior de varios compartimentos, por ejemplo en cada segundo compartimento. Además, también es posible alimentar el óxido de alquileo sólo al interior del primer compartimento de la columna de burbujas horizontal y por ejemplo gases inertes al interior de los compartimentos adicionales. Sin embargo, se prefiere alimentar óxido de alquileo al interior de cada uno de los compartimentos de las columnas 23, 39 de burbujas.

Tras salir de la segunda columna 39 de burbujas, la mezcla de reacción que comprende polieterol puede alimentarse al interior de un reactor 45 posterior.

El reactor 45 posterior puede ser por ejemplo un reactor tubular, que puede tener elementos de mezcladora estática. En el reactor 45 posterior se completa la reacción que forma el polieterol haciendo reaccionar al menos el 90% del óxido de alquileno libre que entra en el reactor 45 posterior. Para eliminar el calor de reacción del reactor, el reactor puede estar dotado de una camisa 47 de enfriamiento.

En la realización tal como se muestra en la figura 1, se alimenta óxido de alquileno opcional a través de una conducción 49 de alimentación al interior de la mezcla de reacción que sale del reactor 45 posterior. Tras añadir el óxido de alquileno a través de la conducción 49 de alimentación, la mezcla se alimenta al interior de un reactor 51 tubular adicional que también está dotado de elementos de mezcladora estática y una camisa 53 de enfriamiento para eliminar el calor de la reacción. La corriente de producto que comprende polieterol se retira del reactor 51 tubular a través de una conducción 55 de salida de producto. Si se usa una conducción 49 de alimentación adicional tal como se muestra en figura 1, el óxido de alquileno que se alimenta a través de la conducción 49 de alimentación preferiblemente es diferente del óxido de alquileno que está alimentándose al interior de las columnas 23, 39 de burbujas primera y segunda. Además de la realización tal como se muestra en la figura 1, que comprende dos cámaras 9, 17 de hervido también es posible usar sólo una cámara de hervido para eliminar el agua. Sin embargo, el uso de dos cámaras de hervido, tal como se muestra en la figura 1, conduce a una corriente de alimentación de alcoholato, que comprende menos agua. Además de una cámara de hervido, también pueden emplearse cualquier otra unidad de destilación o destilación en fase de vapor convencional usada generalmente

Además, si el polieterol que se retira de la columna 23 ó 39 de burbujas corresponde a la especificación deseada, no es necesario usar la segunda columna 39 de burbujas o el reactor 45 posterior o el reactor 51 tubular. La corriente de producto podría saltarse los reactores y someterse directamente a destilación en fase de vapor para quedar libre de óxido de alquileno en las columnas de destilación en fase de vapor. También sería posible usar reactores posteriores paralelos con adición de más corrientes de óxido de alquileno.

Si se usa un reactor 45 posterior, este reactor puede ser un reactor tubular con mezcladoras estáticas tal como se muestra en la figura 1 o cualquier reactor adecuado que pueda usarse para completar la reacción. Además del reactor 51 tubular, también puede usarse cada reactor continuo, que sea adecuado para realizar la reacción. Los tipos de reactor que pueden usarse como reactor 45 posterior o reactor 51 son por ejemplo reactor de haz tubular, reactor de compartimentos, cascada de tanques agitadores, reactores de serpentín, tubos espirales, reactor de bucle y chorro, microrreactores o reactores de flujo en pistón y reactores continuos de tanque agitado divididos.

La figura 2 muestra una sección transversal de un compartimento de la columna de burbujas en una primera realización. En la parte inferior del compartimento 25 está dispuesto el distribuidor 29 de gas. En el compartimento 25 están dispuestos dos deflectores 57 verticales, que dividen el compartimento 25 en tres secciones 59. El distribuidor 29 de óxido de alquileno está colocado en el medio del compartimento y por tanto en la sección 59.1 media. Al alimentarse óxido de alquileno a través del distribuidor al interior de la sección 59.1 media se genera un flujo de fluido. El líquido fluye desde la sección 59.1 media sobre el borde superior de los deflectores 57 verticales al interior de las secciones 59.2 exteriores. Además, el líquido fluye alrededor de los bordes inferiores de los deflectores 57 verticales de vuelta al interior de la sección 59.1 media. El flujo del líquido se muestra con las flechas 61. La posición del distribuidor y los deflectores 57 verticales dentro del compartimento 25 da como resultado un reactor de bucle y chorro.

En la figura 3 se muestra una segunda realización de un compartimento de la columna de burbujas. La realización tal como se muestra en la figura 3 difiere de la figura 2 en la posición del distribuidor 29 de gas. En lugar de un distribuidor 29 de gas dispuesto en la sección 59.1 media, según la figura 3, están previstos dos distribuidores 29 de gas que están dispuestos en las secciones 59.2 exteriores. La alimentación de gas al interior de las secciones 59.2 exteriores también conduce a un flujo de fluido, sin embargo, el líquido fluye en las secciones 59.2 exteriores hacia arriba y alrededor del borde superior de los deflectores 27 verticales al interior de la sección 59.1 media. El líquido fluye en la sección 59.1 media hacia abajo y alrededor de los bordes inferiores de los deflectores 57 verticales de nuevo al interior de las secciones 59.2 exteriores.

En las realizaciones en la figura 2 y la figura 3 el óxido de alquileno se alimenta como líquido o como gas. El líquido se evapora llevándose el calor de reacción, generando gas que se eleva a través del líquido generando el flujo de convección requerido para el mezclado necesario en la cámara de reacción. El gas llega a disolverse parcialmente en la mezcla de reacción a medida que se eleva y reacciona con el producto alcohilado y el gas que no ha reaccionado con el líquido en el compartimento 25 se recoge en la parte superior del compartimento 25 que forma un espacio 63 de gas. Desde el espacio 63 de gas se elimina el gas a través de la conducción 31 ó 41 de salida.

Además de las realizaciones tal como se muestran en la figura 2 y 3 que comprenden dos deflectores 57 verticales en cada compartimento, también es posible disponer más de dos deflectores 57 o sólo un deflector 57 en el compartimento 25. El número de deflectores 57 verticales depende principalmente del diámetro de la columna 23, 39

de burbujas. Además, la columna 23, 39 de burbujas, no requiere necesariamente una sección transversal circular tal como se muestra en la figura 2 y la figura 3. Además de una sección transversal circular también es posible cualquier otra forma. Sin embargo, se prefiere tener una sección transversal que tenga una forma sin ningún borde. Por tanto, además de una sección transversal circular también se prefieren secciones transversales ovaladas.

5 En una realización alternativa, la columna (23, 39) de burbujas está dotada de serpentines internos en cada sección para proporcionar un enfriamiento adicional requerido en caso de que el enfriamiento evaporativo no sea suficiente para eliminar el calor de reacción. Los serpentines internos pueden colocarse en las secciones 59.1 o 59.2 o en ambas secciones 59.1 y 59.2 para proporcionar una superficie de enfriamiento mayor para la eliminación de calor.

10 Además es posible proporcionar al menos un reactor tubular tras la primera columna 23 de burbujas. Este al menos un reactor tubular va seguido por la segunda columna (39) de burbujas, el reactor posterior y el segundo reactor.

Lista de números de referencia

- 1 mezcladora estática
- 3 alcohol
- 5 iniciador
- 15 7 camisa de enfriamiento
- 9 cámara de hervido
- 11 bomba de vacío
- 13 bomba
- 15 intercambiador de calor
- 20 17 segunda cámara de hervido
- 19 segunda bomba de vacío
- 21 bomba
- 23 primera columna de burbujas
- 25 compartimento
- 25 27 pared de división
- 29 distribuidor de gas
- 31 conducción de salida
- 33 intercambiador de calor
- 35 precipitador de líquido
- 30 37 conducción de salida
- 39 segunda columna de burbujas
- 41 conducción de salida
- 43 intercambiador de calor
- 45 reactor secundario

	47	camisa de enfriamiento
	49	conducción de alimentación
	51	reactor tubular
	53	camisa de enfriamiento
5	55	conducción de salida de producto
	57	deflector vertical
	59	sección
	59.1	sección media
	59.2	sección exterior
10	61	flujo de líquido
	63	espacio de gas

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción continua de polieteroles que comprende las etapas de
 - hacer reaccionar un hidróxido de metal alcalino o un hidróxido de metal alcalinotérreo con un iniciador de alcohol o un precursor alcoxilado para dar una mezcla que comprende un alcoholato y agua,
- 5 - eliminar el agua de la mezcla mediante destilación, si resulta apropiado,
 - alimentar el alcoholato al interior de una columna (23) de burbujas, que tiene una inclinación de desde 0 hasta 90° con respecto a la horizontal, estando dividida la columna (23) de burbujas en al menos dos compartimentos (25), en el que los compartimentos (25) están divididos unos de otros por una pared (27) de división, teniendo la pared (27) de división una altura, tal que el líquido puede fluir sobre la pared (27) de división desde un compartimento (25) al interior de un compartimento adyacente,
- 10 - alimentar óxido de alquileno al interior de al menos un compartimento (25) en la parte inferior del compartimento de manera que el óxido de alquileno se eleva hacia el alcoholato, alimentándose el óxido de alquileno al interior del al menos un compartimento (25) en forma gaseosa o como un líquido que se evapora en el compartimento (25),
 - hacer reaccionar el óxido de alquileno con el alcoholato o con un producto secundario que está formándose por la reacción del alcoholato con óxido de alquileno para dar el polieterol,
- 15 - descargar el producto de reacción de la columna (23) de burbujas.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el óxido de alquileno se alimenta al interior de cada uno de los compartimentos (25).
3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que la columna (23) de burbujas tiene una inclinación tal que en el sentido de flujo del alcoholato líquido, el eje de la columna de burbujas desciende.
- 20 4. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que la altura de las paredes (27) de división disminuye en el sentido de flujo del alcoholato líquido.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, en el que se alimentan adicionalmente iniciador y/o precursor alcoxilado al interior de al menos un compartimento adicional.
- 25 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el alcohol es alcohol trifuncional de bajo peso molecular.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el óxido de alquileno es óxido de etileno u óxido de propileno.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, en el que una mezcla que comprende el óxido de alquileno y nitrógeno se alimenta al interior de la columna de burbujas.
- 30 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende además la etapa de retirar componentes gaseosos, que comprenden óxido de alquileno gaseoso, en la parte superior de la columna (23) de burbujas, enfriar los componentes gaseosos para condensar el óxido de alquileno y recircular el óxido de alquileno al interior de la columna (23) de burbujas o de un tanque de almacenamiento.
- 35 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, en el que en al menos un compartimento (25) está dispuesto al menos un deflector (57) vertical, dividiendo el deflector (57) vertical el compartimento en secciones, en el que los deflectores (57) verticales están diseñados de manera que hay un espacio entre un borde superior del deflector (57) vertical y la camisa de la columna (23) de burbujas y un espacio entre un borde inferior del deflector (57) vertical y la camisa de la columna (23) de burbujas de manera que puede fluir líquido alrededor del deflector (57), y en el que están dispuestos distribuidores (29) de gas mediante los cuales el óxido de alquileno se alimenta al interior del compartimento (25) de manera que cada segunda sección está dotada de un distribuidor (29) de gas.
- 40 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, en el que al menos dos columnas (23, 39) de burbujas están conectadas en serie.

FIG. 1

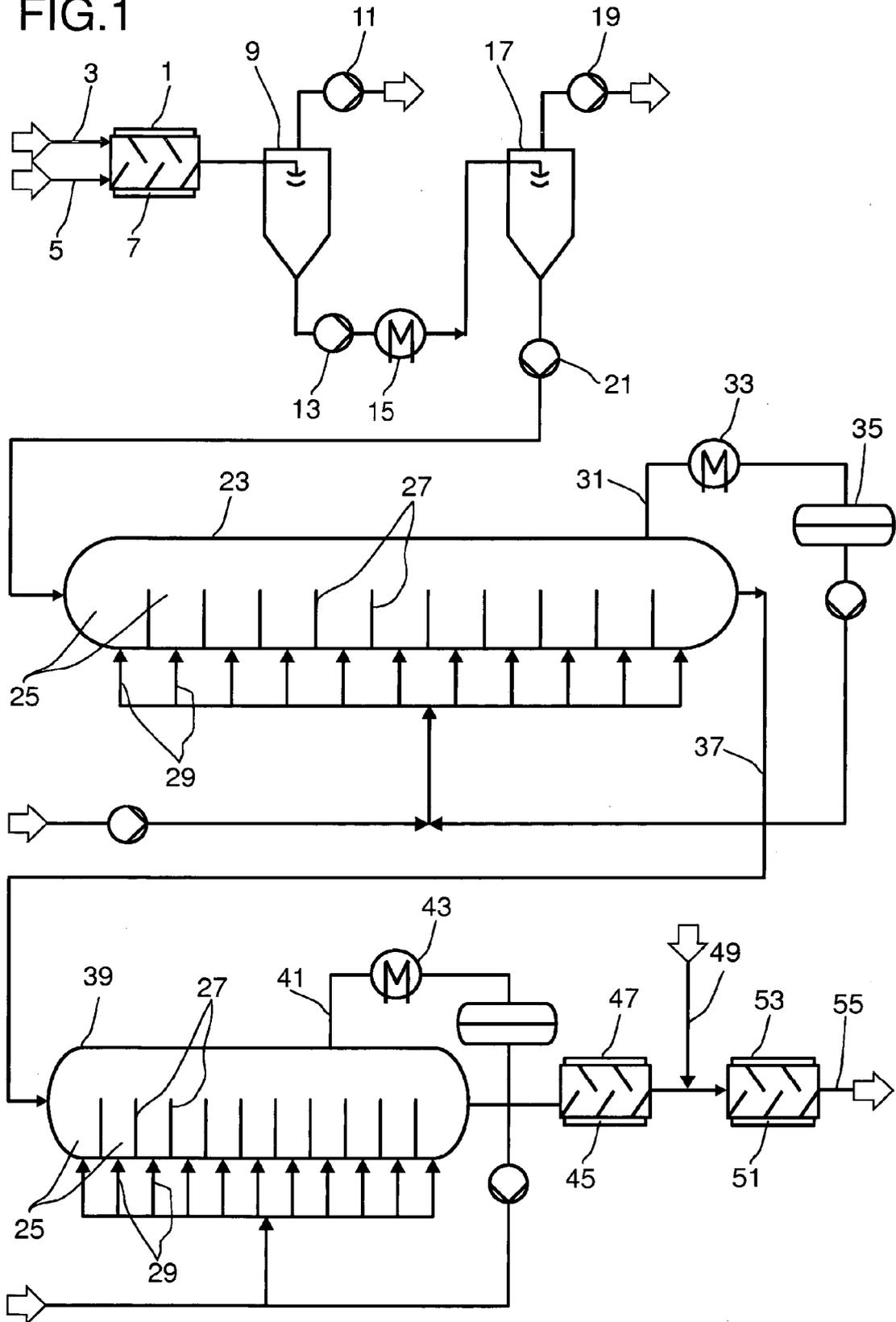


FIG.2

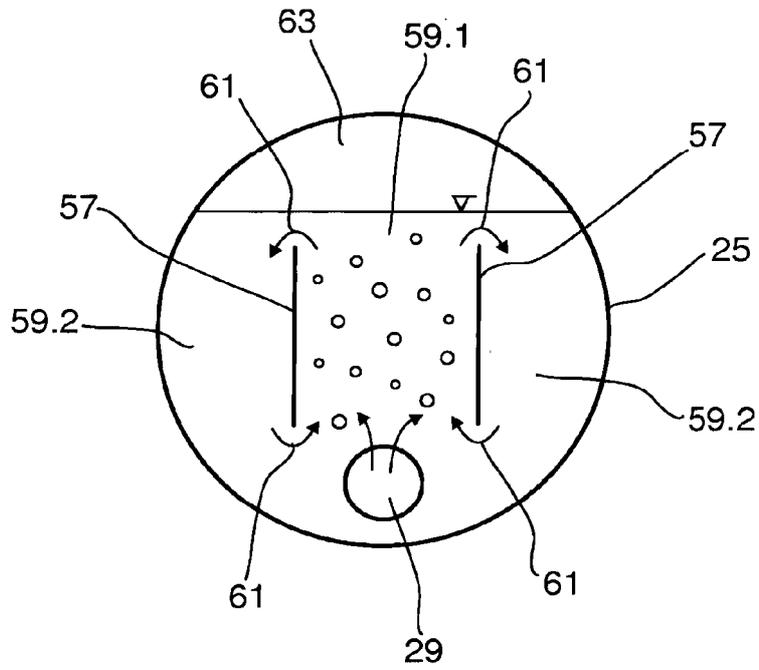


FIG.3

