

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 623 860**

51 Int. Cl.:

C08G 65/26 (2006.01)

C08G 18/48 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.04.2006 PCT/EP2006/061351**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.10.2006 WO06106122**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.04.2006 E 06725581 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.02.2017 EP 1869105**

54 Título: **Método para producir alcoholes de poliéter**

30 Prioridad:

06.04.2005 DE 102005015894

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

12.07.2017

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**DINSCH, STEFAN;
WINKLER, JÜRGEN;
HÖPPNER, GERD y
SEIFERT, HOLGER**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 623 860 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para producir alcoholes de poliéter

5 El objeto de la presente invención consiste en un método para producir alcoholes de poliéter a través de la adición catalítica de óxidos de alquileo en sustancias de partida, prioritariamente sacarosa, así como la utilización de esos alcoholes de poliéter para producir poliuretanos (PUR), en particular materiales esponjosos de PUR.

La producción de alcoholes de poliéter a través de polimerización aniónica de óxidos de alquileo se conoce hace largo tiempo.

10 Más detalles al respecto pueden consultarse por ejemplo en el manual sobre plásticos Kunststoffhandbuch, tomo VII, Polyurethane, de la editorial Carl-Hanser-Verlag, Múnich, primera edición 1966, editada por el Dr. R. Vieweg y el Dr. A. Höchtlen, así como la segunda edición de 1983 y la tercera edición de 1993, editadas por el Dr. G. Oertel.

15 Por ejemplo es conocida y se describe con frecuencia la utilización de mono-, di- o poli-sacáridos y de otros compuestos funcionales como sustancias de partida para la síntesis de alcoholes de poliéter de alta funcionalidad, en particular para la producción de alcoholes de poliéter, previstos para una utilización en espumas rígidas de PUR. Son comunes las alcoxilaciones de esos compuestos en una mezcla con co-iniciadores líquidos, como dioles, trioles o también aminas. Dependiendo de la cantidad de ese co-iniciador se obtiene una funcionalidad más o menos elevada del alcohol de poliéter.

20 Para alcanzar una densidad de la red elevada en las espumas rígidas de poliuretano pueden utilizarse alcoholes de poliéter de altas funcionalidades. Esto exige sustancias de partida con una gran cantidad de grupos hidroxilo por molécula. A través del aumento de la densidad de la red en la espuma pueden influenciarse y optimizarse propiedades mecánicas de las espumas. La conformación de estructuras de alta reticulación conduce a una estructuración rápida de espumas estables y, con ello, a la aceleración y a la mejora del comportamiento de endurecimiento en el sistema. Entre dichas sustancias que pueden ser la base de alcoholes de poliéter de alta funcionalidad se encuentra la sacarosa, altamente disponible.

25 Un método para la alcoxilación de sustancias de partida sólidas se describe en la solicitud US-A-3346557. En ese caso, la sustancia de partida que contiene de 3 a 8 grupos hidroxilo/mol se mezcla con un catalizador amino y con un aducto, el cual se compone de un compuesto que contiene de 3 a 8 grupos hidroxilo/mol sólidos bajo las condiciones de reacción, con 0,5 a 1,5 mol de un óxido de alquileo vecinal. Por ejemplo, sacarosa, tributilamina y agua destilada se mezclan y se hacen reaccionar con óxido de propileno. Ese aducto es arrastrado por vapor, mezclado con tributilamina y después propoxilado. El producto de la adición de sacarosa y óxido de propileno se utiliza como medio de reacción para la absorción de sacarosa adicional para la reacción con óxidos de alquileo. En este método, existe el peligro de que a través de la carga térmica aumentada del producto previo se produzcan colores oscuros del producto que no se consideran deseables en algunas aplicaciones. Al mismo tiempo, ese método requiere una nueva utilización de productos alcalinos o de polioles acabados. Esto afecta la efectividad del método.

35 En la solicitud DD 211797 se describe un método para la producción gradual de alcoholes de poliéter con sustancias de partida sólidas o de alta viscosidad en combinación con sustancias que poseen una función combinada y co-iniciadores, como amoníaco y/o sus productos de propoxilación. De este modo, por ejemplo solución acuosa de amoníaco, potasa cáustica y sacarosa se mezclan y se propoxilan en una primera etapa de la reacción. El producto obtenido es arrastrado con vapor y se hace reaccionar con otro óxido de propileno. La incorporación de compuestos que contienen nitrógeno conduce a una viscosidad más reducida del alcohol de poliéter y, a través de la propia reactividad aumentada, a una reducción del comportamiento de endurecimiento en muchas aplicaciones.

45 El método descrito en la solicitud DE-A-4209358 para la producción de alcoholes de poliéter a base de sustancias de partida sólidas y de alta viscosidad, con funciones hidroxilo, imino o amino implica que a la sustancia de partida o a la mezcla de sustancias de partida se agregan aminas alifáticas en una cantidad de 0,5 a 5 % en peso, referido al peso del polioliol, y que a continuación tiene lugar una reacción con óxidos de alquileo. Los polioles de esta clase se caracterizan por un contenido de potasio reducido y por coloraciones claras. También en este método, el contenido de amina del polioliol provoca una reactividad propia aumentada a este respecto. Las solicitudes DE-A--2241242 y US-A-3442888 describen métodos relevantes para la producción de alcoholes de poliéter.

50 La producción de alcoholes de poliéter de alta funcionalidad a base de sacarosa y otros co-iniciadores, mayormente líquidos, es complicada desde el aspecto tecnológico cuando la proporción de sacarosa en la mezcla de partida supera el 75 % en peso y la solubilidad de la sacarosa en los co-iniciadores es reducida.

Se ha comprobado que en alcoholes de poliéter a base de iniciadores solubles sólidos H funcionales, preferentemente de sorbitol y/o sacarosa, de forma especialmente preferente sacarosa, en particular aquellos con

una proporción elevada de sacarosa en la sustancia de partida, con frecuencia se encuentra presente una cantidad elevada de sacarosa que no ha reaccionado. Ésta puede precipitar desde el alcohol de poliéter y producir sedimentos. A través de la sacarosa pueden producirse además complicaciones en la dosificación de los componentes poliálcool en la producción de poliuretanos. Además, se reduce debido a ello la funcionalidad efectiva de los alcoholes de poliéter, por debajo de la funcionalidad calculada.

Con el aumento de la funcionalidad de los poliálcoholes se incrementa la proporción de la sacarosa con respecto a las proporciones de los co-iniciadores líquidos, o que se encuentran en la masa fundida. De este modo, la proporción de los componentes sólidos es tan grande, que se presenta una serie de desventajas en cuanto a la tecnología y a la calidad del producto. La sacarosa que no ha reaccionado modifica el balance de cantidades en el poliálcool, dificultando el aseguramiento de la calidad en la producción del poliálcool.

De ese modo se dificulta por ejemplo el mezclado en la fase inicial de la reacción. Puesto que la solución de sacarosa en dioles o trioles es reducida y su solubilidad decrece aún más en sus alcoxilatos, existe el riesgo de que, en el caso de un índice hidroxilo predeterminado, por ejemplo > 400 sacarosa cristalina libre sea conducida a través de la reacción y que al final de la alcoxilación sacarosa que no ha reaccionado se encuentre presente como sedimento.

Para evitar problemas al procesar los alcoholes de poliéter y con respecto a las propiedades de las espumas rígidas, se requieren alcoholes de poliéter a base de iniciadores sólidos, en particular sacarosa, los cuales no presenten contenidos residuales en iniciadores sólidos que no han reaccionado.

Es objeto de la presente invención proporcionar un método para producir alcoholes de poliéter a base de sustancias de partida sólidas, en particular sacarosa, en donde resulten alcoholes de poliéter sin partes residuales de sustancia de partida sólida que no ha reaccionado, sin que se requieran pasos adicionales del método, y en donde se utilicen los compuestos iniciales habituales. De este modo debe renunciarse a la utilización de aminas en la mezcla de sustancias de partida para evitar una reactividad propia de los alcoholes de poliéter.

De manera llamativa se ha descubierto que en la reacción de soluciones acuosas de sorbitol o sacarosa con óxidos de alquileno, por ejemplo con óxido de propileno, la reacción del agua se activa con gran dificultad y, con ello, es esencialmente más lenta que la reacción con sorbitol, sacarosa o dioles y/o trioles. Por tanto, de manera llamativa, es posible introducir una mayor cantidad de agua en la mezcla de sustancia de partida, que la necesaria para alcanzar la funcionalidad- diana, sin que se produzca un aumento significativo del contenido de glicol en el alcohol de poliéter y, con ello, una reducción no deseada de la funcionalidad. Se comprobó además que la solubilidad de los productos de reacción de sacarosa con óxidos de alquileno en agua es marcadamente peor que la solubilidad de sacarosa en agua, de manera que el agua que se encuentra en la mezcla de reacción puede disolver otra sacarosa que se encuentra en la mezcla de reacción, hasta que haya reaccionado la sacarosa que se encuentra en la mezcla de reacción. Después de eso el agua puede ser extraída de la mezcla de reacción. Esos efectos pueden observarse también en otras sustancias de partida sólidas solubles en agua.

A este respecto, es objeto de la presente invención un método para producir alcoholes de poliéter a través de la adición catalítica de óxidos de alquileno en una mezcla de sustancias de partida, la cual contiene sustancias de partida H funcionales, sólidas a temperatura ambiente, solubles en agua, en particular sorbitol y/o sacarosa, de forma especialmente preferente sacarosa, alcoholes líquidos a la temperatura de reacción y agua, utilizando hidróxidos de metales alcalinos y/o alcalinotérreos como catalizadores, caracterizado porque la cantidad de agua se ubica entre 1,0 y 6,0 % en peso, referido al peso de la mezcla de sustancias, donde la mezcla de sustancias de partida no contiene componentes amínicos, y donde después de la adición de 2 a 6 moles de óxido de alquileno a la mezcla de sustancias de partida el contenido de agua en la mezcla de reacción se reduce a menos del 1 % en peso, referido al peso de la mezcla de sustancias de partida.

Además, son objeto de la invención los alcoholes de poliéter producidos según el método de acuerdo con la invención.

Preferentemente, la cantidad de agua en la mezcla de sustancias de partida se ubica entre 1,0 y 3,5 % en peso, referido al peso de la mezcla de sustancias de partida.

La funcionalidad de la mezcla de sustancias de partida sin considerar el agua, de manera preferente, asciende por lo menos a 4,5; de forma especialmente preferente a 5 y en particular a 6,5.

En una forma de ejecución especialmente preferente del método de acuerdo con la invención, después de la adición de 2 a 6, en particular de 4 a 6 mol de óxido de alquileno en la mezcla de sustancia de partida, el contenido de agua en la mezcla de reacción se reduce a menos de 1 % en peso, referido al peso de la mezcla de sustancias de partida. En ese procedimiento pueden obtenerse alcoholes de poliéter que presentan una funcionalidad particularmente

elevada, preferentemente mayor a 4,5, de forma especialmente preferente de 5,0 y en particular de 6,5, y un contenido muy reducido de sustancia de partida, en particular sacarosa.

Como sustancias de partida sólidas, del modo descrito, se emplea azúcar, preferentemente sorbitol y/o sacarosa, y de forma especialmente preferente sacarosa.

5 Como alcoholes líquidos a la temperatura de la reacción, los cuales se denominan también como co-iniciadores, se emplean preferentemente alcoholes bi- hasta tri-funcionales. Como ejemplos pueden mencionarse la glicerina, diglicerina, trimetilolpropano y glicoles, como etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, tripropilenglicol, o butanodiolos, de forma individual o como cualquier mezcla de al menos dos de los polioles mencionados. De manera especialmente preferente se utilizan glicerina y/o trimetilolpropano.

10 La selección del co-iniciador para sacarosa tiene lugar según puntos de vista económicos, pero también según la reactividad propia requerida del alcohol de poliéter, o según la solubilidad del propelente utilizado en el alcohol de poliéter.

De este modo, en la utilización de glicerina y/o de trimetilpropano como co-iniciador, la solubilidad del ciclopentano, un propelente utilizado con frecuencia para producir espumas rígidas de PUR, es particularmente buena en el poliol.

15 Como óxidos de alquileo se utilizan preferentemente óxido de etileno y/u óxido de propileno, en particular sólo óxido de propileno.

A través del método de acuerdo con la invención pueden obtenerse alcoholes de poliéter con contenidos residuales en el iniciador sólido inferiores a 0,1 % en peso, preferentemente inferiores a 0,08 % en peso, referido al peso del alcohol de poliéter, en particular inferiores a 0,05 % en peso, referido al peso del alcohol de poliéter.

20 Sin embargo, los alcoholes de poliéter, por lo demás iguales, cuyas mezclas de iniciadores fueron secadas, presentan después de la síntesis contenidos esencialmente más elevados de sacarosa libre, donde la sacarosa en muchos casos se encuentra presente como sedimento.

De manera llamativa, en el método de acuerdo con la invención no tiene lugar una reacción relevante del agua con óxidos de alquileo, con la formación de glicoles.

25 Del modo descrito, se descubrió que la reacción de los óxidos de alquileo con agua se encuentra marcadamente retrasada en comparación con los componentes de la sustancia de partida comunes que portan grupos hidroxilo. Una reacción perceptible del agua para la formación de glicoles tiene lugar una vez que la cantidad de agua es lo suficientemente grande, de manera que por motivos estadísticos la reacción del óxido de alquileo con el agua tiene lugar con más frecuencia, donde entonces la reacción se desplaza en la dirección de la formación de glicol. Sin embargo, éste no es el caso en las cantidades de agua utilizadas de acuerdo con la invención.

30 También en el método de acuerdo con la invención se produce la formación de glicoles a través de la alcoxilación de agua. Sin embargo, está se suprime en gran medida y se percibe como apenas desventajosa en cuanto a las propiedades del alcohol de poliéter.

35 A ese leve aumento de las partes de glicol en el poliol con muy poca funcionalidad reducida se opone el buen efecto de disolución del agua para sacarosa. Se ha observado que con una cantidad aumentada de sacarosa disuelta en la mezcla de partida se mejora la reacción de la sacarosa con óxido de alquileo, suprimiéndose en gran medida el contenido de sacarosa libre en el poliol.

Como catalizador básico se utiliza preferentemente hidróxido de potasio. Mayormente, la utilización tiene lugar en forma de la solución acuosa. Esa agua forma parte de la cantidad de agua utilizada de acuerdo con la invención.

40 De manera preferente, el índice hidroxilo de los alcoholes de poliéter de acuerdo con la invención se ubica en el rango de 300 a 600, de forma especialmente preferente de 350 a 500 mg de KOH/g.

En cuanto al resto de los aspectos, la producción de los alcoholes de poliéter tiene lugar según los métodos usuales y conocidos.

45 En el reactor, mayormente un reactor de agitación con calefacción y refrigeración del reactor, dispositivos de dosificación para sustancias sólidas y líquidas y óxidos de alquileo, así como dispositivos para la inertización con nitrógeno y un sistema de vacío, se colocan uno o varios co-iniciadores y una cantidad definida de agua, se agrega la cantidad deseada de hidróxido de potasio, se calienta de 60 ° 90°, se añade sacarosa, se mezcla bien y se calienta de 70 a 110°C.

5 La cantidad total de agua se compone de la parte del agua de la potasa sódica, del agua de reacción de la alcoxilación y de la cantidad de agua agregada de forma adicional. Del modo descrito, ésta se ubica entre 1,0 y 6,0 % en peso, referido al peso de la mezcla de sustancias de partida. A continuación se dosifica óxido de propileno. La temperatura de la reacción aumenta durante la reacción a rangos de 105 a 115°C. Después de la reacción tiene lugar preferentemente un tiempo de reacción posterior para la conversión completa del óxido de alquileno. Dicho tiempo de reacción posterior, preferentemente, es de 2 a 5 horas.

De este modo, la cantidad total de los óxidos de alquileno utilizados puede dosificarse en pasos realizados unos después de otros.

10 Sin embargo, del modo descrito, se considera preferente adicionar a la sustancia de partida primero de 2 a 6, en particular de 4 a 6 mol de óxido de alquileno, después reducir el contenido de agua del prepolímero producido de ese modo a menos del 1,0 % en peso, referido al peso de la mezcla de sustancia de prueba y después adicionar el resto del óxido de alquileno.

El prepolímero así obtenido posee preferentemente un índice hidroxilo de entre 650 y 820 mg de KOH/g.

15 Ese prepolímero, en otro paso, se hace reaccionar para producir el alcohol de poliéter acabado. Para ello, del modo descrito, el contenido de agua puede regularse a un valor inferior al 1 % en peso, referido al peso del prepolímero.

A continuación, el prepolímero se hace reaccionar a temperaturas de entre 105 y 118°C con otro óxido de propileno, hasta el índice hidroxilo deseado de 300 a 600, en especial de 350 a 500 mg de KOH/g.

El alcohol de poliéter así obtenido se procesa del modo habitual. Para ello, éste generalmente se hidroliza con agua, se neutraliza con ácido mineral, se filtra y es arrastrado con vapor.

20 De manera preferente, los alcoholes de poliéter producidos según el método de acuerdo con la invención se utilizan para producir espumas rígidas de PUR. La producción de las espumas rígidas de PUR tiene lugar según métodos conocidos, a través de la reacción de poliisocianatos con compuestos con al menos dos átomos de hidrógeno reactivos a los grupos isocianato.

25 Como poliisocianatos orgánicos para la producción de espumas rígidas de PUR se consideran preferentes los isocianatos aromáticos polivalentes. Preferentemente se utilizan diisocianato de difenilmetano (MDI) y/o mezclas de diisocianato de difenilmetano y poliisocianatos de polifenileno polimetileno (MDI crudo).

30 En la mezcla con los alcoholes de poliéter producidos según el método de acuerdo con la invención pueden emplearse otros compuestos con al menos dos átomos de hidrógeno reactivos frente a los grupos isocianato. Mayormente se trata de alcoholes de poliéter. Los mismos poseen generalmente una funcionalidad preferentemente de 3 a 8 e índices hidroxilo preferentemente de 100 mg de KOH/g a 600 mg KOH/g y en particular de 140 mg de KOH/g a 480 mg de KOH/g.

35 Entre los compuestos con al menos dos átomos de hidrógeno reactivos frente al isocianato se encuentran también los prolongadores de cadena y los reticuladores eventualmente utilizados. Para modificar las propiedades mecánicas ha resultado ventajosa la adición de agentes prolongadores de cadena difuncionales, de agentes de reticulación trifuncionales o de una funcionalidad superior, o eventualmente también de mezclas de los mismos. Como agentes prolongadores de cadena y/o de reticulación se utilizan en particular dioles y/o trioles con pesos moleculares inferiores a 400, preferentemente de 60 a 300.

40 La producción de las espumas rígidas de PUR se realiza generalmente en presencia de agentes propelentes, catalizadores y estabilizadores celulares, así como, en caso necesario, en presencia de otros adyuvantes y/o aditivos.

45 Como propelente puede utilizarse agua que reacciona con grupos isocianato disociando el dióxido de carbono. En combinación con agua o en lugar de la misma pueden utilizarse también los así llamados propelentes físicos. Éstos consisten en compuestos inertes con respecto a los componentes utilizados, los cuales usualmente son líquidos a temperatura ambiente y se evaporan en las condiciones de la reacción del uretano. Preferentemente, el punto de ebullición de esos compuestos se ubica por debajo de 50°C. Entre los propelentes físicos se encuentran también compuestos que son gaseosos a la temperatura ambiente y que, bajo presión, pueden introducirse o disolverse en los componentes utilizados, por ejemplo dióxido de carbono, alcanos, cicloalcanos y fluoralcanos con punto de ebullición bajo.

50 La producción de las espumas rígidas se realiza además en presencia de catalizadores, así como, en caso necesario, de otros adyuvantes y/o aditivos. Como catalizadores se utilizan en particular compuestos que aceleran en alto grado la reacción de los grupos isocianato con los grupos reactivos frente a los grupos isocianato. Los

catalizadores de esa clase preferentemente son aminas altamente básicas, como por ejemplo aminas alifáticas terciarias, imidazoles, amidinas, así como alcanolaminas.

5 En el caso de que a la espuma rígida deban incorporarse grupos isocianurato se requieren catalizadores especiales. Como catalizadores de isocianurato se utilizan usualmente metal-carboxilatos, en particular acetato de potasio y sus soluciones.

Preferentemente, las espumas rígidas obtenidas pueden emplearse para el aislamiento térmico, por ejemplo en aparatos de refrigeración, para el aislamiento de líneas tubulares y para la producción de elementos compuestos, los así llamados elementos de tipo sándwich.

10 El método de acuerdo con la invención permite en particular aprovechar la excelente solubilidad de la sacarosa en el agua, para reforzar la reacción de la sacarosa en la fase inicial de la alcoxilación de mezclas de iniciadores que contienen sacarosa. Con la reacción de la sacarosa con óxido de propileno la solubilidad de esos propoxilatos en agua se reduce muy rápidamente, de manera que se disuelve sacarosa adicional y, a su vez, puede ser propoxilada.

15 Para reducir al mínimo la formación de glicol con el agua, la cual se desarrolla de forma paralela, después de la formación de un prepolímero con un grado de alcoxilación reducido, puede reducirse el contenido de agua, limitando así la formación de glicol en el curso posterior de la alcoxilación. La cantidad de agua en las etapas del método, del método de acuerdo con la invención, debe adecuarse a la mezcla de iniciadores y al índice hidroxilo que debe ser alcanzado. De este modo, tal como ya se indicó, el agua puede agregarse también en forma de una solución acuosa de hidróxido alcalino.

20 A través del método de acuerdo con la invención se limita la reducción de la funcionalidad, se suprime en gran medida la aparición de sacarosa no disuelta en el alcohol de poliéter, casi evitándola incluso en el caso de una conducción adecuada de la reacción.

25 A través del método de acuerdo con la invención pueden proporcionarse alcoholes de poliéter claros, bien procesables, cuyas mezclas de iniciadores, compuestas por sacarosa y co-iniciadores líquidos que contienen grupos hidroxilo, poseen funcionalidades calculadas de hasta 7,25; posibilitando con ello una densidad elevada de la red en la espuma rígida.

La invención se describirá en detalle en los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1 (ejemplo comparativo):

30 En un autoclave a presión de 250 l con agitador de piso (250 U/min.), calefacción y refrigeración del reactor, dispositivos de dosificación para sustancias sólidas y líquidas y óxidos de alquileo, así como dispositivos para la inertización de nitrógeno, y en un sistema de vacío, se colocaron 17,3 kg de glicerina y se calentó a 90°C. A continuación se agregaron y se mezclaron 0,947 kg de potasa cáustica acuosa al 48 % en peso y 57,0 kg de sacarosa. La temperatura de la mezcla se aumentó a 108°C y, a través de arrastre con vapor bajo vacío, el contenido de agua se redujo en < 0,1 % en peso. A continuación se añadieron 51,4 kg de óxido de propileno, donde no se superó una presión de 6,5 bar. Durante la reacción, la temperatura de la reacción aumentó hasta 112°C y se mantuvo durante todo el tiempo de la reacción. El propoxilato alcalino así obtenido presentó los siguientes valores:

Índice hidroxilo	778 mg KOH/g
Contenido de agua	0,114%

La muestra del producto tenía un precipitado cristalino.

El prepolímero se hizo reaccionar a 112°C y 6,5 bar con otros 112,8 kg de óxido de propileno.

40 A continuación tuvo lugar una reacción posterior de 3 horas a 115°C. El alcohol de poliéter crudo obtenido se hidrolizó con agua, se neutralizó con ácido fosfórico, se filtró y se separó en vacío.

El producto final presentó los siguientes valores:

Índice hidroxilo	442 mg KOH/g
Índice de acidez	0,014 mg KOH/g
Contenido de agua	0,036 % en peso
Viscosidad 25°C	19780 mPa s
Contenido de sacarosa libre	0,672 % en peso

La muestra del producto tenía un precipitado cristalino.

Ejemplo 2 (ejemplo comparativo)

5 En un autoclave de presión equipada de forma análoga al ejemplo comparativo 1 se colocaron 14,13 kg de dietilenglicol y se calentó a 90°C. A continuación se agregaron y se mezclaron 0,898 kg de potasa cáustica acuosa al 48 % en peso y 57,0 kg de sacarosa. La temperatura de la mezcla se aumentó a 108°C. A continuación se añadieron 45,0 kg de óxido de propileno, donde no se superó una presión de 6,5 bar. Durante la reacción, la temperatura de la reacción aumentó hasta 112°C y se mantuvo durante todo el tiempo de la reacción. El propoxilato alcalino así obtenido presentó los siguientes valores:

Índice hidroxilo	717 mgKOH/g
Contenido de agua	0,171%

10 La muestra del producto tenía un precipitado cristalino.

El prepolímero se hizo reaccionar a 112°C y 6,5 bar con otros 83,3 kg de óxido de propileno.

A continuación tuvo lugar una reacción posterior de 3 horas a 115°C. El alcohol de poliéter crudo obtenido se hidrolizó con agua, se neutralizó con ácido fosfórico, se filtró y se separó en vacío.

El producto final presentó los siguientes valores:

Funcionalidad calculada: 5,33	
Índice hidroxilo:	446 mgKOH/g
Índice de acidez	0,037 mgKOH/g
Contenido de agua	0,031 % en peso
Viscosidad 25°C	18120 mPa s
Contenido de sacarosa libre	0,593 % en peso

15

El producto tenía un precipitado cristalino.

Ejemplo 3 (de acuerdo con la invención)

20 En un autoclave de presión equipada de forma análoga al ejemplo comparativo 1 se colocaron 14,65 kg de glicerina y se calentó a 90°C. A continuación se agregaron y se mezclaron 0,898 kg de potasa cáustica acuosa al 48 % en peso, 0,178 kg de agua y 48,25 kg de sacarosa. La temperatura de la mezcla se aumentó a 108°C. A continuación se añadieron 42,9 kg de óxido de propileno, donde no se superó una presión de 6,5 bar. Durante la reacción, la temperatura de la reacción aumentó hasta 112°C y se mantuvo durante todo el tiempo de la reacción. El propoxilato alcalino así obtenido presentó los siguientes valores:

Índice hidroxilo	772 mgKOH/g
Contenido de agua	0,882 %

25 La muestra del producto no tenía un precipitado cristalino.

El prepolímero se hizo reaccionar a 112°C y 6,5 bar con otros 94,5 kg de óxido de propileno.

A continuación tuvo lugar una reacción posterior de 3 horas a 115°C. El alcohol de poliéter crudo obtenido se hidrolizó con agua, se neutralizó con ácido fosfórico, se filtró y se separó en vacío.

El producto final presentó los siguientes valores:

Funcionalidad calculada: 5,33		
Índice hidroxilo:	445 mg	KOH/g
Índice de acidez	0,002 mg	KOH/g
Contenido de agua	0,026	% en peso
Viscosidad 25°C	19155	mPa s

Contenido de sacarosa libre 0,052 % en peso

El producto era claro.

Ejemplo 4 (de acuerdo con la invención)

5 En un autoclave de presión equipada de forma análoga al ejemplo comparativo 1 se colocaron 14,13 kg de dietilenglicol y se calentó a 90°C. A continuación se agregaron y se mezclaron 0,898 kg de potasa cáustica acuosa al 48 % en peso, 0,545 kg de agua y 57,0 kg de sacarosa. La temperatura de la mezcla se aumentó a 108°C. A continuación se añadieron 45,0 kg de óxido de propileno, donde no se superó una presión de 6,5 bar. Durante la reacción, la temperatura de la reacción aumentó hasta 112°C y se mantuvo durante todo el tiempo de la reacción. El propoxilato alcalino así obtenido presentó los siguientes valores:

10 Índice hidroxilo 710 mgKOH/g
Contenido de agua 0,933 %

La muestra del producto no tenía un precipitado cristalino.

El prepolímero se hizo reaccionar a 112°C y 6,5 bar con otros 85,3 kg de óxido de propileno.

A continuación tuvo lugar una reacción posterior de 3 horas a 115°C. El alcohol de poliéter crudo obtenido se hidrolizó con agua, se neutralizó con ácido fosfórico, se filtró y se separó en vacío.

15 El producto final presentó los siguientes valores:

Funcionalidad calculada: 5,33
Índice hidroxilo: 454 mgKOH/g
Índice de acidez 0,032 mgKOH/g
Contenido de agua 0,038 % en peso
Viscosidad 25°C 18845 mPas
Contenido de sacarosa libre 0,087 % en peso

El producto estaba libre de residuos sólidos.

Ejemplo 5 (de acuerdo con la invención)

20 En un autoclave de presión equipada de forma análoga al ejemplo comparativo 1 se colocaron 9,25 kg de dietilenglicol y se calentó a 90°C. A continuación se agregaron y se mezclaron 0,898 kg de potasa cáustica acuosa al 48 % en peso, 2,956 kg de agua y 59,74 kg de sacarosa. La temperatura de la mezcla se aumentó a 108°C. A continuación se añadieron 48,0 kg de óxido de propileno, donde no se superó una presión de 6,5 bar. Durante la reacción, la temperatura de la reacción aumentó hasta 112°C y se mantuvo durante todo el tiempo de la reacción. A continuación el producto fue secado a través de separación en vacío, hasta alcanzar un contenido de agua del 1 %
25 en peso. El propoxilato alcalino así obtenido presentó los siguientes valores:

Índice hidroxilo 715 mg KOH/g
Contenido de agua 1,060 %

La muestra del producto no tenía un precipitado cristalino.

El prepolímero se hizo reaccionar a 112°C y 6,5 bar con otros 88,0 kg de óxido de propileno.

30 A continuación tuvo lugar una reacción posterior de 3 horas a 115°C. El alcohol de poliéter crudo obtenido se hidrolizó con agua, se neutralizó con ácido fosfórico, se filtró y se separó en vacío.

El producto final presentó los siguientes valores:

Funcionalidad calculada:	6,0	
Índice hidroxilo:	442 mg	KOH/g
Índice de acidez	0,008 mg	KOH/g
Contenido de agua	0,054	% en peso
Viscosidad 25°C	28760	mPa s
Contenido de sacarosa libre	0,071	% en peso

El producto era totalmente claro.

Ejemplo 6 (de acuerdo con la invención)

- 5 En un autoclave de presión equipada de forma análoga al ejemplo comparativo 1 se colocaron 8,57 kg de glicerina y se calentó a 90°C. A continuación se agregaron y se mezclaron 0,898 kg de potasa cáustica acuosa al 48 % en peso, 2,85 kg de agua y 58,02 kg de sacarosa. La temperatura de la mezcla se aumentó a 108°C. A continuación se añadieron 46,0 kg de óxido de propileno, donde no se superó una presión de 6,5 bar. Durante la reacción, la temperatura de la reacción aumentó hasta 112°C y se mantuvo durante todo el tiempo de la reacción. A continuación
- 10 el producto fue secado a través de separación en vacío, hasta alcanzar un contenido de agua del 1 % en peso. El propoxilato alcalino así obtenido presentó los siguientes valores:

Índice hidroxilo:	741	mg KOH/g
Contenido de agua	1,064	%

La muestra del producto no tenía un precipitado cristalino.

El prepolímero se hizo reaccionar a 112°C y 6,5 bar con otros 91,0 kg de óxido de propileno.

- 15 A continuación tuvo lugar una reacción posterior de 3 horas a 115°C. El alcohol de poliéter crudo obtenido se hidrolizó con agua, se neutralizó con ácido fosfórico, se filtró y se separó en vacío.

El producto final presentó los siguientes valores:

Funcionalidad calculada:	6,23	
Índice hidroxilo:	459	mg KOH/g
Índice de acidez	0,015	mg KOH/g
Contenido de agua	0,032	% en peso
Viscosidad 25°C	44443	mPa s
Contenido de sacarosa libre	0,01	% en peso

El producto era totalmente claro.

20 Ejemplo 7 (de acuerdo con la invención)

- En un autoclave de presión equipada de forma análoga al ejemplo comparativo 1 se colocaron 3,07 kg de glicerina y se calentó a 90°C. A continuación se agregaron y se mezclaron 0,898 kg de potasa cáustica acuosa al 48 % en peso, 2,70 kg de agua y 57,0 kg de sacarosa. La temperatura de la mezcla se aumentó a 108°C. A continuación se añadieron 48,0 kg de óxido de propileno, donde no se superó una presión de 6,5 bar. Durante la reacción, la temperatura de la reacción aumentó hasta 112°C y se mantuvo durante todo el tiempo de la reacción. A continuación
- 25 el producto fue secado a través de separación en vacío, hasta alcanzar un contenido de agua del 1 % en peso. El propoxilato alcalino así obtenido presentó los siguientes valores:

Índice hidroxilo:	705	mg KOH/g
Contenido de agua	1,068	%

La muestra del producto no tenía un precipitado cristalino.

El prepolímero se hizo reaccionar a 112°C y 6,5 bar con otros 106,2 kg de óxido de propileno.

A continuación tuvo lugar una reacción posterior de 3 horas a 115°C. El alcohol de poliéter crudo obtenido se hidrolizó con agua, se neutralizó con ácido fosfórico, se filtró y se separó en vacío.

5 El producto final presentó los siguientes valores:

Funcionalidad calculada:	7,17	
Índice hidroxilo:	406	mg KOH/g
Índice de acidez	0,021	mg KOH/g
Contenido de agua	0,050	% en peso
Viscosidad 25°C	25519	mPa s
Contenido de sacarosa libre	0,04	% en peso

El producto era totalmente claro.

Ejemplo 8 (de acuerdo con la invención)

10 En un autoclave de presión equipada de forma análoga al ejemplo comparativo 1 se colocaron 5,71 kg de glicerina y se calentó a 90°C. A continuación se agregaron y se mezclaron 0,898 kg de potasa cáustica acuosa al 48 % en peso, 2,70 kg de agua y 53,01 kg de sacarosa. La temperatura de la mezcla se aumentó a 108°C. A continuación se añadieron 48,0 kg de óxido de propileno, donde no se superó una presión de 6,5 bar. Durante la reacción, la temperatura de la reacción aumentó hasta 112°C y se mantuvo durante todo el tiempo de la reacción. A continuación el producto fue secado a través de separación en vacío, hasta alcanzar un contenido de agua de 0,5 % en peso. El
15 propoxilato alcalino así obtenido presentó los siguientes valores:

Índice hidroxilo:	685	mg KOH/g
Contenido de agua	0,487	%

La muestra del producto no tenía un precipitado cristalino.

El prepolímero se hizo reaccionar a 112°C y 6,5 bar con otros 96,0 kg de óxido de propileno.

20 A continuación tuvo lugar una reacción posterior de 3 horas a 115°C. El alcohol de poliéter crudo obtenido se hidrolizó con agua, se neutralizó con ácido fosfórico, se filtró y se separó en vacío.

El producto final presentó los siguientes valores:

Funcionalidad calculada:	6,57	
Índice hidroxilo:	404	mg KOH/g
Índice de acidez	0,035	mg KOH/g
Contenido de agua	0,040	% en peso
Viscosidad 25°C	21412	mPa s
Contenido de sacarosa libre	0,021	% en peso

El producto era totalmente claro.

25 La determinación del índice hidroxilo se efectuó conforme a DIN 53420; la determinación del índice de acidez se efectuó conforme a DIN EN ISO 2114, la determinación de la viscosidad se efectuó conforme a DIN 53019 y la determinación del contenido de agua se efectuó conforme a DIN 51777.

30 La determinación de la sacarosa libre se efectuó conforme al método de prueba PFO/A 00/23-116. Para ello, 200 mg del alcohol de poliéter se disolvieron con 200 microlitros de una solución de 2 mg de 1-dodecanol en 1 ml de piridina y a continuación se mezcló con 600 microlitros de N-metil-N-trimetilsililtrifluoroacetamida (MSTFA). Después de la adición de la MSTFA la muestra se templó 2 horas a una temperatura de entre 70 y 80°C en la estufa. La muestra enfriada a temperatura ambiente se inyectó en los cromatógrafos de gases.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Método para producir alcoholes de poliéter a través de la adición catalítica de óxidos de alquileo en una mezcla de sustancias de partida, la cual contiene sustancias de partida H funcionales, sólidas a temperatura ambiente, solubles en agua, alcoholes líquidos a la temperatura de reacción y agua, utilizando hidróxidos de metales alcalinos y/o alcalinotérreos como catalizadores, caracterizado porque la cantidad de agua se ubica entre 1,0 y 6,0 % en peso, referido al peso de la mezcla de sustancias, donde la mezcla de sustancias de partida no contiene componentes amínicos, y donde después de la adición de 2 a 6 moles de óxido de alquileo a la mezcla de sustancias de partida el contenido de agua en la mezcla de reacción se reduce a menos del 1 % en peso, referido al peso de la mezcla de sustancias de partida.
- 10 2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque la sustancia de partida H funcional soluble en agua, sólida a temperatura ambiente, se selecciona del grupo que contiene sacarosa y/o sorbitol.
3. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad de agua se ubica entre 1,0 y 3,5 % en peso, referido al peso de la mezcla de sustancias de partida.
- 15 4. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque la funcionalidad de la mezcla de sustancias de partida sin considerar el agua es mayor a 4,5.
5. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque el índice hidroxilo de los alcoholes de poliéter se ubica en el rango entre 300 y 600 mgKOH/g.
- 20 6. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque los alcoholes líquidos a temperatura ambiente se seleccionan del grupo que contiene glicerina, trimetilolpropano, etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, tripropilenglicol y butanodiolos.
7. Método según la reivindicación 4, caracterizado porque los alcoholes líquidos a la temperatura de reacción se seleccionan del grupo que contiene glicerina y trimetilolpropano.
8. Alcoholes de poliéter que pueden producirse según una de las reivindicaciones 1 a 7.