

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 709 474**

51 Int. Cl.:

C08G 64/40 (2006.01)

C08G 64/34 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.06.2015 PCT/EP2015/064733**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.01.2016 WO16001164**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.06.2015 E 15732681 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.10.2018 EP 3164443**

54 Título: **Procedimiento para la purificación de policarbonatopoliolés y dispositivo de purificación para ello**

30 Prioridad:

03.07.2014 EP 14175603

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

16.04.2019

73 Titular/es:

**COVESTRO DEUTSCHLAND AG (100.0%)
Kaiser-Wilhelm-Allee 60
51373 Leverkusen, DE**

72 Inventor/es:

**HOFMANN, JÖRG;
BRAUN, STEFANIE;
LAEMMERHOLD, KAI;
WOHAK, MATTHIAS;
AHMADZADE-YOUSSEFI, CYRUS y
BAUSA, JÜRGEN**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 709 474 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 purificación de policarbonatopoliolios y dispositivo de purificación para ello

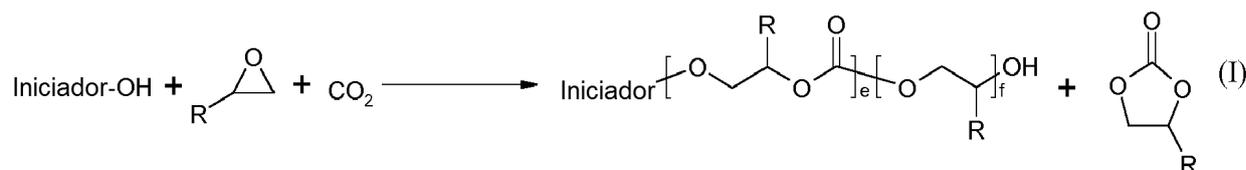
La presente invención se refiere a un dispositivo de purificación para policarbonatopoliolios, en particular para la separación de alquilenocarbonatos cíclicos, así como a un procedimiento para hacer funcionar un dispositivo de este tipo.

Los policarbonatopoliolios gozan en los últimos años de una popularidad creciente. De este modo, estos compuestos pueden usarse al menos en parte lugar de los polieterpolioliolios, en particular en la preparación de espumas de poliuretano, en particular espumas blandas. A este respecto, en los policarbonatopoliolios se usa dióxido de carbono como comonomero. Este no solo es más económico que los óxidos de alquilenos, tales como óxido de etileno u óxido de propileno, empleados normalmente para los polieterpolioliolios, que en la mayoría de los casos son de origen petroquímico, sino que mediante la incorporación de dióxido de carbono en el polímero se usa al mismo tiempo un gas de efecto invernadero, lo que es interesante desde puntos de vista medioambientales.

En principio se conocen procedimientos para la preparación de policarbonatopoliolios. Estos se generan por regla general partiendo de una sustancia iniciadora con el uso de catalizadores adecuados de óxidos de alquilenos y dióxido de carbono. A este respecto se diferencia esencialmente entre dos procedimientos de preparación. En la primera variante, se construyen unidades de óxido de alquilenos y el dióxido de carbono usado como comonomero de manera fundamentalmente alternante para dar una cadena de polímero. Como iniciador para esta reacción puede usarse un polioliol de cadena corta, en particular un diol, tal como por ejemplo etilenglicol. Un procedimiento de preparación de este tipo es conocido por ejemplo por el documento WO 2010/028362 A1.

Otro procedimiento de preparación se conoce por ejemplo por el documento WO 2008/092767 A1. En este procedimiento de preparación conocido, igualmente a partir de un iniciador de cadena corta, tal como etilenglicol o glicerol, con el uso de los denominados catalizadores de cianuro de metal doble (catalizadores DMC), se construye un polímero que, además de los grupos carbonato construidos por óxido de alquilenos y dióxido de carbono, tiene adicionalmente agrupaciones éter en la cadena de polímero. Esto se consigue porque los catalizadores DMC no solo pueden catalizar la reacción de óxido de alquilenos con dióxido de carbono, sino de la misma manera la formación de éter mediante reacción de dos óxidos de alquilenos entre sí. Con ello puede adaptarse de manera considerablemente más flexible el perfil de propiedades de los polímeros obtenidos.

En los procedimientos de preparación mencionados anteriormente, junto a la verdadera formación de cadenas de polímero, se producen sin embargo normalmente reacciones secundarias indeseadas, que llevan a productos de bajo peso molecular. De este modo, mediante reacción de una molécula de óxido de alquilenos con una molécula de dióxido de carbono puede producirse la formación de alquilenocarbonatos cíclicos, en el caso del uso de óxido de propileno por ejemplo se produce propilenocarbonato. La generación se muestra en la siguiente fórmula (I) (por ejemplo para R = CH₃, propilenocarbonato):



Dado que la existencia de estos compuestos en el producto final por regla general es indeseada, en la polimerización la reacción se lleva a cabo en condiciones en las que se genera la menor cantidad de alquilenocarbonato cíclico posible. Esto puede conseguirse de manera en sí conocida manteniendo determinadas temperaturas de reacción. Esto se describe por ejemplo en el documento WO 2008/092767, donde como temperatura de reacción preferida se indica de 80 - 130°C. No obstante, mediante estas medidas no puede suprimirse por completo una formación de alquilenocarbonatos cíclicos. De este modo, los polietercarbonatopoliolios preparados por medio de catálisis con DMC tienen por ejemplo un porcentaje del 3 al 15 % en peso de alquilenocarbonato cíclico. El porcentaje de alquilenocarbonatos cíclicos contenidos en el policarbonatopolioliol se reduce hasta el momento después de la preparación mediante procedimientos de separación hasta un contenido por debajo del 1 %.

En el documento WO 2008/092767 se describe la separación del propilenocarbonato cíclico (PCc) por medio de una eliminación de vacío a 150°C (3 horas), obteniéndose contenidos residuales de PCc < 200 ppm en el producto final. Se describe además la separación de PCc por medio de evaporador de capa fina o evaporador molecular por gravedad a alto vacío (presión < 1 mbar) a 120°C (véase BMS 11 1 160-EP; n.º de solicitud 12181907.7). En este caso no se indican los contenidos residuales en PCc.

El objetivo de la presente invención consistía por lo tanto en proporcionar un procedimiento mejorado para la purificación de policarbonatopoliolios, que puede hacerse funcionar con una estructura de aparatos reducida y a este

respecto permite al mismo tiempo un alto rendimiento de purificación, en particular con respecto a la eliminación de alquilenocarbonatos cíclicos. Asimismo, se proporcionará un dispositivo de purificación correspondiente, con el que puede llevarse a cabo este procedimiento.

5 El objetivo se consigue mediante un dispositivo de purificación para policarbonatopoliolos, en particular para la separación de alquilenocarbonatos cíclicos, que comprende un equipo de evaporación dotado de un calentador con una entrada dispuesta en su lado superior y una cola y una columna de separación conectada aguas abajo con el equipo de evaporación con una cabeza y una cola, en el que en la entrada del equipo de evaporación desemboca una conducción de alimentación para el policarbonatopoliol que va a purificarse y desde el equipo de evaporación parten una conducción de salida de gas así como una conducción de unión que desemboca en la cabeza de la columna de separación y equipada con una bomba, y en el que en la cola de la columna de separación desemboca una conducción de entrada de gas para un gas inerte y desde la cola de la columna de separación parte una conducción de producto para el policarbonatopoliol purificado y desde la cabeza de la columna de separación parte una conducción de salida de gas.

15 En el contexto de la presente invención, el término "policarbonatopoliolos" se entiende como término genérico, bajo el que están subsumidos también los policarbonatopoliolos, que no están contruidos de manera alternante, sino que también presentan unidades éter. Tales policarbonatopoliolos se denominan también "polietercarbonatopoliolos". Para el procedimiento de purificación de acuerdo con la invención no tiene importancia el origen del policarbonatopoliol que va a purificarse. A este respecto puede tratarse de un policarbonatopoliol estrictamente alternante, de un polietercarbonatopoliol o de policarbonatopoliolos, que se basan por ejemplo en un iniciador de bajo peso molecular tal como por ejemplo glicerol o un iniciador de alto peso molecular, tal como PEG 20 800 u otros iniciadores de alto peso molecular.

La invención se basa a este respecto en el conocimiento de que con ayuda de un procedimiento de dos etapas, en el que la primera etapa se forma por un equipo de evaporación y la segunda etapa se forma por una columna de separación, en condiciones de funcionamiento realizables de manera relativamente sencilla, tales como presión y temperatura, puede eliminarse una gran parte de las impurezas presentes, en particular los alquilenocarbonatos cíclicos presentes.

De este modo, el equipo de evaporación puede hacerse funcionar por ejemplo a una presión de 100 mbar o inferior, preferentemente a de 5 a 100 mbar, preferentemente a 50 mbar o inferior, más preferentemente a 25 mbar o inferior, de manera especialmente preferente a 10 mbar o inferior, calentándose el producto en bruto alimentado hasta una temperatura de por ejemplo 120 a 180 °C, preferentemente aproximadamente 160 °C. De esta manera ya una parte de los fácilmente volátiles, entre los que figuran también los alquilenocarbonatos cíclicos, se elimina mediante evaporación, que a continuación pueden condensarse en un condensador. A este respecto, la presión de funcionamiento indicada puede ajustarse de manera técnica relativamente sin problemas, encontrándose las temperaturas de funcionamiento por otro lado aún en un intervalo tolerable, en el que no ha de contarse con una descomposición de los policarbonatopoliolos en una medida considerable. Es decir, en el procedimiento de acuerdo con la invención no es necesario hacer funcionar el equipo de evaporación a alto vacío. Además, en el caso del dispositivo de acuerdo con la invención o del procedimiento de acuerdo con la invención, el tiempo de permanencia en el equipo de evaporación puede mantenerse de manera relativamente baja, por ejemplo por debajo de un minuto. También en la cola del equipo de evaporación puede ajustarse una duración de permanencia relativamente corta de por ejemplo 15 minutos o menos, preferentemente 3 minutos o menos, de modo que también en este punto el policarbonatopoliol no se carga demasiado térmicamente.

No obstante, en el marco del procedimiento de acuerdo con la invención es también posible ajustar por ejemplo un tiempo de permanencia de 10 minutos a 2 horas en la cola del equipo de evaporación. En este caso, la cola del equipo de evaporación puede emplearse como un tampón intermedio para el producto purificado previamente. A este respecto, sin embargo en particular en el caso de tiempos de permanencia más largos, puede producirse una reproducción de impurezas, tal como por ejemplo de alquilenocarbonato cíclico. No obstante, esta reproducción tiene lugar aguas arriba de la columna de separación, en la que se efectúa la purificación final y, por este motivo, es menos crítica. No obstante, por regla general en el marco del procedimiento de acuerdo con la invención se prefiere mantener los tiempos de permanencia más cortos mencionados anteriormente en la cola del equipo de evaporación.

50 En la segunda etapa, se alimenta el producto purificado previamente por el equipo de evaporación a una columna de separación, en la que tiene lugar una purificación adicional. Si durante la transferencia del producto purificado previamente a la columna de separación en la conducción de alimentación se produce un enfriamiento, antes de la alimentación a la columna de separación puede calentarse de nuevo hasta una temperatura de por ejemplo 120 a 180 °C, en particular hasta aproximadamente 160 °C. El gas inerte alimentado en la cola de la columna de separación, por ejemplo nitrógeno, se calienta normalmente igualmente hasta la temperatura mencionada anteriormente de 120 a 180 °C, en particular se calienta hasta 160 °C. Como alternativa a nitrógeno puede usarse como gas inerte también dióxido de carbono, vapor de agua o una mezcla cualquiera de los fluidos mencionados anteriormente.

60 En el caso del uso de nitrógeno como gas de eliminación, la demanda de nitrógeno específica se encuentra preferentemente en el intervalo de 0,2 - 0,8 kg de nitrógeno, de manera especialmente preferente en el intervalo de

0,3 - 0,7 kg de nitrógeno, en cada caso con respecto a la masa (en kg) del producto alimentado a la columna de separación.

Debido al hecho de que el producto alimentado a la columna de separación por regla general se ha liberado ya de una gran parte de los compuestos muy volátiles presentes, tales como alquilenocarbonatos cíclicos, el porcentaje de evaporación en la columna de separación es relativamente bajo, lo que de manera correspondiente a la entalpía de evaporación que va a aplicarse para ello lleva solo a un bajo enfriamiento de la columna de separación. Por consiguiente, por regla general no es obligatoriamente necesario un suministro de calor adicional para la columna de separación.

La columna de separación puede hacerse funcionar a vacío, por ejemplo a una presión de 50 a 150 mbar, en particular a aproximadamente 80 mbar o también a presión normal. La corriente de gas inerte cargada con compuestos muy volátiles, entre otros alquilenocarbonato cíclico, después de alimentarse la columna de separación puede alimentarse a uno o varios refrigeradores, en el que se eliminan los compuestos muy volátiles. El gas inerte puede eliminarse a continuación o bien a través del aire de escape o también comprimirse y se alimentan de nuevo al proceso.

En el procedimiento de acuerdo con la invención, también en la columna de separación puede mantenerse relativamente corto el tiempo de permanencia, por ejemplo menos de 3 minutos, de modo que también en esta segunda etapa se evita en su mayor parte un daño del producto.

En una configuración ventajosa del dispositivo de purificación de acuerdo con la invención, la conducción de salida de gas del equipo de evaporación y/o la conducción de salida de gas de la columna de separación desemboca en cada caso en un equipo de refrigeración, en el que pueden condensarse impurezas que han pasado a estado gaseoso y se han eliminado a través de la conducción de salida de gas, en particular alquilenocarbonatos cíclicos. De este modo puede eliminarse los compuestos muy volátiles, pudiendo alimentarse de nuevo al proceso por ejemplo el gas inerte usado en la zona de la columna de separación.

En el dispositivo de purificación puede estar previsto además que la conducción de alimentación, la conducción de unión, la conducción de entrada de gas y/o la conducción de producto estén equipadas con un calentador. Esto es especialmente ventajoso para llevar la corriente de fluido transportada a través de estas conducciones hasta la temperatura deseada o ajustar de nuevo la temperatura predeterminada, cuando debido a pérdidas de calor en las conducciones se ha producido un enfriamiento por debajo de la temperatura de funcionamiento deseada. Además, mediante el calentamiento se mantiene baja la viscosidad del polímero transportado a través de las conducciones. A este respecto, los calentadores puede regularse independientemente entre sí, de tal manera que el fluido transportado en las conducciones correspondientes se calienta hasta una temperatura de 120 a 180 °C, en particular hasta una temperatura de aproximadamente 160 °C. Convenientemente, el calentador está dispuesto en conducciones mencionadas anteriormente de tal manera que después de atravesarse la zona calentada, ya no puede tener lugar un enfriamiento esencial antes de que el fluido calentado hasta la temperatura deseada se alimente a la siguiente etapa de proceso.

Según otra forma de realización del dispositivo de purificación de acuerdo con la invención, en la conducción de unión está dispuesta una válvula de tres vías, desde la que parte una conducción de recirculación dotada si se desea de un calentador y/o una bomba, que desemboca en la conducción de alimentación o en la entrada del equipo de evaporación. En otras palabras, se crea para ello una conducción de circulación del evaporador. Esto es especialmente ventajoso, dado que de esta manera puede efectuarse una recirculación parcial del producto purificado previamente hacia la entrada del equipo de evaporación, mediante lo cual se reduce el contenido de concentración en compuestos muy volátiles, tales como alquilenocarbonatos cíclicos, en la entrada del equipo de evaporación. Mediante el paso múltiple del equipo de evaporación se mejora su rendimiento de separación, sin tener que aumentar el tamaño del el equipo de evaporación en sí.

De manera análoga a esto, en el dispositivo de purificación de acuerdo con la invención también en la conducción de producto puede estar dispuesta una válvula de tres vías, desde la que parte una conducción de recirculación dotada si se desea de un calentador y/o una bomba, que desemboca en el equipo de evaporación, en particular en la cola del equipo de evaporación. Esto es especialmente ventajoso por que de este modo para una corriente parcial del producto que va a purificarse, la columna de separación se atraviesa varias veces. Además, en particular, al ponerse en marcha el dispositivo de purificación de acuerdo con la invención, la corriente de producto que atraviesa la columna de separación, puede alimentarse por completo a través de la conducción de recirculación al equipo de evaporación, hasta que tenga lugar una estabilización de la instalación, de tal manera que se alcanza o quedan por debajo los valores máximos pretendidos de impurezas en el producto purificado. Con este fin, en particular en la conducción de producto aguas arriba de la válvula de tres vías, puede estar previsto un punto de toma de muestras o una estación de medición, con la que puede determinarse el contenido en impurezas que han de eliminarse. El contenido en alquilenocarbonatos cíclicos puede determinarse por ejemplo por medio de RMN de ¹H. Este método se explica en detalle en la parte de ejemplos.

Para generar la circulación deseada, en el dispositivo de purificación pueden estar previstas una o varias bombas, por ejemplo en la conducción de alimentación y/o la conducción de producto.

5 Como equipo de evaporación para el dispositivo de purificación de acuerdo con la invención puede emplearse en principio cualquier equipo conocido por el experto en la materia. Para ello se emplean por ejemplo evaporador de circulación natural, de circulación forzada, molecular por gravedad, de capa fina o de caldera, de los que se prefieren especialmente evaporador molecular por gravedad y de capa fina. A este respecto puede estar previsto además que la conducción de alimentación desemboque en la entrada del equipo de evaporación y la conducción de unión y la conducción de salida de gas partan desde la cola del equipo de evaporación.

10 El equipo de evaporación puede estar acoplado con un equipo de presión negativa, estando este configurado en particular de tal manera que el equipo de evaporación puede hacerse funcionar a una presión de 100 mbar o inferior, preferentemente a de 5 a 100 mbar, preferentemente a 50 mbar o inferior, más preferentemente a 25 mbar o inferior, de manera especialmente preferente a 10 mbar o inferior. Esto es especialmente ventajoso, dado que las presiones de funcionamiento mencionadas anteriormente a las temperaturas de funcionamiento mencionadas anteriormente de por ejemplo 120 a 180 °C, permiten una separación adecuada de los constituyentes muy volátiles, impidiéndose al mismo tiempo una carga térmica excesiva del producto que va a purificarse.

15 La columna de separación puede hacerse funcionar a presión normal o también a vacío. En la forma de realización mencionada en último lugar, para ello la columna de separación está acoplada convenientemente con un equipo de presión negativa, estando este configurado en particular de tal manera que en la cabeza de la columna de separación puede ajustarse una presión de 150 mbar o inferior, preferentemente de 100 mbar o inferior, preferentemente de 80 mbar o inferior. El funcionamiento de la columna de separación a estas presiones y una temperatura de por ejemplo 120 a 180 °C permite una separación adecuada de compuestos muy volátiles aún presentes, tales como alquilenocarbonatos cíclicos, evitándose al mismo tiempo, a temperaturas de funcionamiento típicas de 120 a 180 °C, una carga térmica excesiva del producto que va a purificarse.

25 En el dispositivo de purificación de acuerdo con la invención, ya en la primera etapa, es decir, el equipo de evaporación, puede eliminarse un porcentaje esencial de los compuestos muy volátiles del producto que va a purificarse, de modo que en la columna de separación solo tiene que eliminarse aún un pequeño porcentaje de compuestos muy volátiles. Esto lleva a un enfriamiento relativamente bajo de la columna de separación. Con frecuencia, el calentamiento de la corriente de gas inerte y el calentamiento del producto purificado previamente alimentado a la columna de separación, son suficiente para mantener la columna de separación a la temperatura de funcionamiento deseada. No obstante es igualmente posible dotar la columna de separación de una camisa calentadora para permitir con ello un funcionamiento esencialmente adiabático. Para ello, la camisa calentadora está convenientemente acoplada a través de un equipo de control con uno o varios sensores de temperatura, que determinan la temperatura de funcionamiento de la columna de separación en distintos puntos y regulan de manera correspondiente el rendimiento de calentamiento de la camisa calentadora. A este respecto, la camisa calentadora puede también estar subdividida en varias zonas regulables independientemente una de otra, para poder ajustar la temperatura deseada a través de la longitud de separación total de la columna de separación.

35 La columna de separación está cargada ventajosamente con cuerpos llenadores y/o empaquetamientos y/o equipada con platos. A este respecto, como cuerpos llenadores se usan preferentemente los denominados súper anillos de Raschig.

40 Otro objeto de la presente invención se refiere a un procedimiento para la purificación de policarbonatopoliolos con un dispositivo de purificación que comprende un equipo de evaporación dotado de un calentador con una entrada dispuesta en su lado superior y una cola y una columna de separación conectada aguas abajo con el equipo de evaporación con una cabeza y una cola, en particular con un dispositivo de purificación de acuerdo con la invención, comprendiendo el procedimiento las siguientes etapas:

- a) alimentar el policarbonatopoliol que va a purificarse en la entrada del equipo de evaporación a través de una conducción de alimentación que desemboca en la misma;
- 45 b) en el equipo de evaporación transferir una parte de las impurezas a la fase gaseosa y eliminar las impurezas gaseosas a través de una conducción de salida de gas, obteniéndose en la cola del equipo de evaporación un policarbonatopoliol parcialmente purificado;
- 50 c) transferir el policarbonatopoliol parcialmente purificado desde la cola del equipo de evaporación hasta la cabeza de la columna de separación a través de una conducción de unión que desemboca en la misma, en particular por medio de una bomba;
- d) eliminar una parte adicional de las impurezas del policarbonatopoliol parcialmente purificado por medio de eliminación en contracorriente mediante una corriente de gas inerte introducida en la cola de la columna de separación a través de una conducción de entrada de gas y opuesta a la dirección de flujo del policarbonatopoliol, transfiriéndose las impurezas a la fase gaseosa y transportándose con la corriente de gas inerte;
- 55 e) evacuar las impurezas con el gas inerte a través de una conducción de salida de gas que parte desde la cabeza de la columna de separación;

f) evacuar el policarbonatopoliol purificado a través de una conducción de producto que parte desde la cola de la columna de separación.

5 En una configuración ventajosa del procedimiento de acuerdo con la invención, como gas inerte puede usarse nitrógeno, dióxido de carbono y/o vapor de agua. Tal como ya se expuso anteriormente, las impurezas que van a eliminarse en el procedimiento de acuerdo con la invención comprenden en particular alquilenocarbonatos cíclicos, preferentemente propilenocarbonato cíclico.

10 En el caso del uso de nitrógeno como gas de eliminación, la demanda de nitrógeno específica se encuentra preferentemente en el intervalo de 0,2 - 0,8 kg de nitrógeno, de manera especialmente preferente en el intervalo de 0,3 - 0,7 kg de nitrógeno, en cada caso con respecto a la masa (en kg) del policarbonatopoliol parcialmente purificado alimentado a la columna de separación. En una configuración ventajosa del procedimiento de acuerdo con la invención, el porcentaje de alquilenocarbonatos cíclicos en el policarbonatopoliol purificado asciende a menos de 100 ppm. Esto puede conseguirse por ejemplo por que con ayuda de válvulas de tres vías en la conducción de unión y/o la conducción de producto, una parte del producto purificado previamente se alimenta de nuevo al proceso de purificación y con ello se somete a una nueva purificación, hasta que se ha alcanzado el valor máximo deseado de 15 100 ppm en alquilenocarbonatos cíclicos en el policarbonatopoliol.

20 En el procedimiento de acuerdo con la invención es además ventajoso que al policarbonatopoliol que va a purificarse antes o después de la purificación se añade ácido fosfórico, en particular en una concentración de 10 a 1000 ppm, con respecto al policarbonatopoliol que va a purificarse, en particular de 15 a 500 ppm. Para ello, por ejemplo en la conducción de alimentación al equipo de evaporación puede estar prevista una alimentación para ácido fosfórico. Esto es especialmente ventajoso porque mediante la adición de ácido fosfórico se consigue una estabilización del policarbonatopoliol, mediante lo cual se reduce una reproducción de alquilenocarbonatos cíclicos dentro del dispositivo de purificación. La reproducción puede llevarse a cabo por que a temperaturas elevadas durante la purificación en presencia de trazas de catalizador contenidas en el producto, por ejemplo de un catalizador DMC, aparece un denominado efecto "*back-biting*", en el que en particular en los extremos de cadena del policarbonatopoliol lineal se escinden miembros de la cadena individuales, que entonces pueden reaccionar a su vez 25 para dar alquilenocarbonatos cíclicos.

30 En una primera forma de realización, la invención se refiere por lo tanto a un dispositivo de purificación para policarbonatopoliol, en particular para la separación de alquilenocarbonatos cíclicos, que comprende un equipo de evaporación (1) dotado de un calentador (10) con una entrada (6) dispuesta en su lado superior y una cola (11) y una columna de separación (2) conectada aguas abajo con el equipo de evaporación (1) con una cabeza (21) y una cola (23), en el que en la entrada (6) del equipo de evaporación (1) desemboca una conducción de alimentación (5) para el policarbonatopoliol que va a purificarse y desde el equipo de evaporación (1) parten una conducción de salida de gas (12) así como una conducción de unión que desemboca en la cabeza (21) de la columna de separación (2) y 35 equipada con una bomba (18), y en el que en la cola (23) de la columna de separación (2) desemboca una conducción de entrada de gas (24) para un gas inerte y desde la cola (23) de la columna de separación (2) desemboca una conducción de producto (27) para el policarbonatopoliol purificado y desde la cabeza (21) de la columna de separación (2) desemboca una conducción de salida de gas (25).

40 En una segunda forma de realización, la invención se refiere a un dispositivo de purificación de acuerdo con la primera forma de realización, caracterizado por que la conducción de salida de gas (12) del equipo de evaporación (1) y/o la conducción de salida de gas (25) de la columna de separación (2) desembocan en cada caso en un equipo de refrigeración (13), en el que pueden condensarse impurezas que han pasado a estado gaseoso y se han eliminado a través de la conducción de salida de gas (12, 25), en particular alquilenocarbonatos cíclicos.

45 En una tercera forma de realización, la invención se refiere a un dispositivo de purificación de acuerdo con la primera o segunda forma de realización, caracterizado por que la conducción de alimentación (5), la conducción de unión (3), la conducción de entrada de gas (24) y/o la conducción de producto (27) están equipadas con un calentador (9).

50 En una cuarta forma de realización, la invención se refiere a un dispositivo de purificación de acuerdo con una de las formas de realización 1 a 3, caracterizado por que en la conducción de unión (3) está dispuesta una válvula de tres vías (16), desde la que parte una conducción de recirculación (17) dotada si se desea de un calentador (9) y/o una bomba (18), que desemboca en la conducción de alimentación (5) o en la entrada (6) del equipo de evaporación (1).

55 En una quinta forma de realización, la invención se refiere a un dispositivo de purificación de acuerdo con una de las formas de realización 1 a 4, caracterizado por que en la conducción de producto (27) está dispuesta una válvula de tres vías (30), desde la que parte una conducción de recirculación (31) dotada si se desea de un calentador (9) y/o una bomba (18), que desemboca en el equipo de evaporación (1), en particular en la cola (11) del equipo de evaporación (1).

En una sexta forma de realización, la invención se refiere a un dispositivo de purificación de acuerdo con una de las formas de realización 1 a 5, caracterizado por que en la conducción de alimentación (5) y/o la conducción de

producto (27) está prevista una bomba (18).

5 En una séptima forma de realización, la invención se refiere a un dispositivo de purificación de acuerdo con una de las formas de realización 1 a 6, caracterizado por que el equipo de evaporación (1) está configurado como evaporador de circulación natural, de circulación forzada, molecular por gravedad, de capa fina o de caldera, preferentemente como evaporador molecular por gravedad o de capa fina, en el que la conducción de alimentación (5) desemboca en la entrada (6) del equipo de evaporación (1) y la conducción de unión (3) y la conducción de salida de gas (12) parten desde la cola (11) del equipo de evaporación (1).

10 En una octava forma de realización, la invención se refiere a un dispositivo de purificación de acuerdo con una de las formas de realización 1 a 7, caracterizado por que el equipo de evaporación (1) está acoplado con un equipo de presión negativa, estando este configurado en particular de tal manera que el equipo de evaporación (1) puede hacerse funcionar a una presión de 100 mbar o inferior, preferentemente a de 5 a 100 mbar, preferentemente a 50 mbar o inferior, más preferentemente a 25 mbar o inferior, de manera especialmente preferente a 10 mbar o inferior.

15 En una novena forma de realización, la invención se refiere a un dispositivo de purificación de acuerdo con una de las formas de realización 1 a 8, caracterizado por que la columna de separación (2) está acoplada con un equipo de presión negativa, estando este configurado en particular de tal manera que en la cabeza (21) de la columna de separación (2) puede ajustarse una presión de 150 mbar o inferior, preferentemente 100 mbar o inferior, preferentemente 80 mbar o inferior.

20 En una décima forma de realización, la invención se refiere a un dispositivo de purificación de acuerdo con una de las formas de realización 1 a 9, caracterizado por que la columna de separación (2) está dotada de una camisa calentadora (22), que permite un funcionamiento esencialmente adiabático de la columna de separación (2).

En una undécima forma de realización, la invención se refiere a un dispositivo de purificación de acuerdo con una de las formas de realización 1 a 10, caracterizado por que la columna de separación (2) está cargada con cuerpos llenadores y/o empaquetamientos y/o está equipada con platos, empleándose como cuerpos llenadores en particular súper anillos de Raschig.

25 En una duodécima forma de realización, la invención se refiere a un procedimiento para la purificación de policarbonatopoliol con un dispositivo de purificación que comprende un equipo de evaporación (1) dotado de un calentador (10) con una entrada (6) dispuesta en su lado superior y una cola (11) y una columna de separación (2) conectada aguas abajo con el equipo de evaporación (1) con una cabeza (21) y una cola (23), en particular con un dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones 1 a 11, comprendiendo el procedimiento las siguientes etapas:

30 a) alimentar el policarbonatopoliol que va a purificarse en la entrada (6) del equipo de evaporación (1) a través de una conducción de alimentación que desemboca en la misma (5);

35 b) en el equipo de evaporación (1) transferir una parte de las impurezas a la fase gaseosa y eliminar las impurezas gaseosas a través de una conducción de salida de gas (12), obteniéndose en la cola (11) del equipo de evaporación (1) un policarbonatopoliol parcialmente purificado;

c) transferir el policarbonatopoliol parcialmente purificado desde la cola (11) del equipo de evaporación (1) hasta la cabeza (21) de la columna de separación (2) a través de una conducción de unión que desemboca en la misma (3), en particular por medio de una bomba (18);

40 d) eliminar una parte adicional de las impurezas del policarbonatopoliol parcialmente purificado por medio de eliminación en contracorriente mediante una corriente de gas inerte introducida en la cola (23) de la columna de separación (2) a través de una conducción de entrada de gas (24) y opuesta a la dirección de flujo del policarbonatopoliol, transfiriéndose las impurezas a la fase gaseosa y transportándose con la corriente de gas inerte;

45 e) evacuar las impurezas con el gas inerte a través de una conducción de salida de gas (25) que parte desde la cabeza (21) de la columna de separación (2);

f) evacuar el policarbonatopoliol purificado a través de una conducción de producto (27) que parte desde la cola (23) de la columna de separación (2).

En una decimotercera forma de realización, la invención se refiere a un procedimiento de acuerdo con la duodécima forma de realización, caracterizado por que como gas inerte se usa nitrógeno, dióxido de carbono y/o vapor de agua.

50 En una decimocuarta forma de realización, la invención se refiere a un procedimiento de acuerdo con una de las formas de realización 12 o 13, caracterizado por que las impurezas que van a eliminarse comprenden alquilenocarbonatos cíclicos, en particular propilenocarbonato cíclico, ascendiendo el porcentaje de alquilenocarbonatos cíclicos en el policarbonatopoliol purificado preferentemente a menos de 100 ppm.

En una decimoquinta forma de realización, la invención se refiere a un procedimiento de acuerdo con una de las

formas de realización 12 a 14, caracterizado por que al policarbonatopoliol que va a purificarse antes o después de la purificación se añade ácido fosfórico, en particular en una concentración de 10 a 1000 ppm, con respecto al policarbonatopoliol que va a purificarse, en particular de 15 a 500 ppm.

5 La presente invención se explica en detalle a continuación por medio de una figura y ejemplos de realización. A este respecto muestra la única

Figura 1 una construcción esquemática de un dispositivo de purificación de acuerdo con la invención.

10 En la Figura 1 está representada una forma de realización de un dispositivo de purificación de acuerdo con la invención para policarbonatopoliol. El dispositivo de purificación sirve en este sentido para la separación de alquilenocarbonatos cíclicos a partir de policarbonatopoliol, en el presente caso polietercarbonatopoliol, que se han generado por medio de catálisis con DMC. El dispositivo de purificación se compone esencialmente de un equipo de evaporación 1, que en el presente caso está configurado como evaporador molecular por gravedad, y una columna de separación 2 dispuesta aguas abajo desde el equipo de evaporación 1. El equipo de evaporación 1 y la columna de separación 2 están conectados entre sí a través de una conducción de unión 3. Al dispositivo de purificación se alimenta el polietercarbonatopoliol que va a purificarse desde un depósito calentado 4 a través de una conducción de alimentación 5, que desemboca en una entrada 6 del equipo de evaporación 1. El depósito 4 está equipado además con una ventilación 7. En la conducción de alimentación 5 están previstas válvulas de cierre 8 así como un calentador 9.

20 El equipo de evaporación 1 dispone de un calentador 10 configurado como camisa calentadora con una admisión 10a y una descarga 10b para un fluido calefactor. El equipo de evaporación 1 dispone en su extremo inferior de una cola 11, estando prevista por encima de la cola 11 una conducción de salida de gas 12 para propilenocarbonato cíclico gaseoso, en la que están dispuestos dos refrigeradores conectados secuencialmente 13, en los que se condensa el propilenocarbonato cíclico, desembocando la descarga de fluido para el propilenocarbonato cíclico condensado en un recipiente colector 14. Los constituyentes no condensables se eliminan a través de una instalación de aire de escape 15 dispuesta aguas debajo de los refrigeradores 13.

25 Por debajo de la cola 11 está conectada la conducción de unión 3, en la que está situada una válvula de tres vías 16, a través de la que puede recircularse una parte del producto purificado previamente a través de una conducción de recirculación 17 hacia la entrada 6 del equipo de evaporación 1. Para el transporte forzado del producto purificado previamente están previstas bombas 18 en la conducción de unión 3 y en la conducción de recirculación 17. Además, la conducción de unión 3 dispone de un punto de toma de muestras 19, en el que puede determinarse el contenido en impurezas en la corriente de producto. La conducción de unión 3 está equipada además de un calentador 9 y un intercambiador de calor 20, con cuya ayuda el polietercarbonatopoliol purificado previamente en el equipo de evaporación 1 puede mantenerse a o llevarse hasta la temperatura deseada.

30 La columna de separación 2 dispone de una cabeza 21, en la que desemboca la conducción de unión 3. La columna de separación 2 está realizada como columna de vidrio DN80 con 8 m de longitud, cargada con súper anillos de Raschign n.º 0,3 como cuerpos llenadores y dotada de con camisas calefactoras regulables por separado 22, que con ayuda de sensores de temperatura 22a, a través de un control de temperatura acoplado con los mismos y no representado en el presente caso, permiten un funcionamiento esencialmente adiabático de la columna de separación 2. La longitud de separación efectiva de la columna de vidrio de 8 m está dividida en la zona superior en una subzona de 6 m de longitud y en la zona inferior en una subzona de 2 m de longitud, estando previsto en las subzonas un punto de toma de muestra 19.

35 La columna de separación 2 dispone además de una cola 23, por encima de la que está conectada una conducción de entrada de gas 24 para gas inerte, a través de la que por medio de un intercambiador de calor 20 puede alimentarse gas inerte calentable, en el presente caso nitrógeno, en la columna de separación 2, de modo que esta puede hacerse funcionar en el principio de contracorriente. En la cabeza 21 de la columna de separación 2 está conectada una conducción de salida de gas 25, a través de la que puede conducirse gas inerte cargado con impurezas volátiles, tales como propilenocarbonato cíclico, a través de refrigeradores 13 conectados secuencialmente uno tras otro, los que las impurezas pueden condensarse y pueden recogerse en un recipiente 14. Aguas abajo de los refrigeradores 13 está dispuesta una trampa de enfriamiento 26 para impurezas gaseosas aún no condensadas, a la que le sigue una instalación de aire de escape 15.

40 Desde la cola 23 de la columna de separación 2 parte una conducción de producto 27, a través de la que el polietercarbonatopoliol purificado puede transferirse con ayuda de una bomba 18 a un recipiente de producto 29 dotado de una ventilación 28. La conducción de producto 27 está equipada además con un calentador 9. En la conducción de producto 27 está dispuesta además una válvula de tres vías 30, desde la que parte una conducción de recirculación 31, que desemboca en la cola 11 del equipo de evaporación 1.

55 La preparación de un producto en bruto que va a purificarse con el dispositivo de acuerdo con la invención tuvo lugar en un reactor de presión de 60 l que funciona de manera continua con equipo de dosificación de gas y tubo de descarga de producto, en el que se habían dispuesto 4,7 kg de propilenocarbonato (PCc) y 200 ppm de catalizador de DMC activado (preparado de acuerdo con el documento WO 01/80994 A1, allí Ejemplo 6). A 107°C y 74 bar (de

presión absoluta) se dosificaron con agitación (15 Hz) los siguientes componentes con las tasas de dosificación indicadas:

- óxido de propileno con 6,41 kg/h
 - dióxido de carbono con 2,6 kg/h
- 5 - mezcla de glicerol/propilenglicol (85 % en peso / 15 % en peso) que contiene el 0,69 % en peso de catalizador de DMC (no activado) y 170 ppm (con respecto a la mezcla de iniciador) de H₃PO₄ con 0,26 kg/h.

La mezcla de reacción se extrajo a través del tubo de descarga de producto de manera continua desde el reactor, de modo que el volumen de reacción de 27,4 l se mantuvo constante. Para la compleción de la reacción se transfirió la mezcla de reacción a un reactor posterior atemperado a 107°C (reactor tubular con volumen de reacción 10,4 l). El polietercarbonatopoliol obtenido (producto en bruto) contiene el 8,4 % en peso de propilenocarbonato cíclico (PCc).

El contenido en carbonato cíclico (que se formó como producto secundario) se determina en el contexto de la presente invención en general a través de resonancia RMN de ¹H a 4,5 ppm, carbonato, que resulta de dióxido de carbono incorporado en el polietercarbonatopoliol (resonancias a de 5,1 a 4,8 ppm), OP sin reaccionar con resonancia a 2,4 ppm, polieterpoliol (es decir sin dióxido de carbono incorporado) con resonancias a de 1,2 a 1,0 ppm, el 1,8 octanodiol incorporado dado el caso como molécula iniciadora con una resonancia a de 1,6 a 1,52 ppm.

El porcentaje en moles del carbonato incorporado en el polímero en la mezcla de reacción se calcula según la siguiente fórmula (II) tal como sigue, usándose las siguientes abreviaturas:

- F(4,5) = superficie de la resonancia a 4,5 ppm para carbonato cíclico (corresponde a un átomo de H)
- F(5,1-4,8) = superficie de la resonancia a 5,1-4,8 ppm para polietercarbonatopoliol y un átomo de H para carbonato cíclico.
- F(2,4) = superficie de la resonancia a 2,4 ppm para OP libre, sin reaccionar
- F(1,2-1,0) = superficie de la resonancia a 1,2-1,0 ppm para polieterpoliol
- F(1,6-1,52) = superficie de la resonancia a de 1,6 a 1,52 ppm para 1,8 octanodiol (iniciador)

Teniendo en cuenta las intensidades relativas se calculó de acuerdo con la siguiente fórmula (II) para el carbonato unido a polímero ("carbonato lineal" CL) en la mezcla de reacción en % en moles:

$$CL = \frac{F(5,1-4,8) - F(4,5)}{F(5,1-4,8) + F(2,4) + 0,33 * F(1,2-1,0) + 0,25 * F(1,6-1,52)} * 100 \quad (II)$$

El porcentaje en peso (en % en peso) de carbonato unido a polímero (CL') en la mezcla de reacción se calculó según la fórmula (III),

$$CL' = \frac{[F(5,1-4,8) - F(4,5)] * 102}{N} * 100\% \quad (III)$$

30 en la que el valor de D ("denominador" D) se calcula según la fórmula (IV):

$$D = [F(5,1-4,8) - F(4,5)] * 102 + F(4,5) * 102 + F(2,4) * 58 + 0,33 * F(1,2-1,0) * 58 + 0,25 * F(1,6-1,52) * 146 \quad (IV)$$

El factor 102 resulta de la suma de las masas molares de CO₂ (masa molar 44 g/mol) y de la de óxido de propileno (masa molar 58 g/mol), el factor 58 resulta de la masa molar de óxido de propileno y el factor 146 resulta de la masa molar del iniciador dado el caso empleado 1,8-octanodiol.

35 El porcentaje en peso (en % en peso) de carbonato cíclico (CC') en la mezcla de reacción se calculó según la fórmula (V),

$$CC' = \frac{F(4,5) * 102}{N} * 100\% \quad (V)$$

calculándose el valor de D según la fórmula (IV).

40 Durante el funcionamiento del dispositivo de purificación representado en la Figura 1, el producto en bruto generado tal como anteriormente, es decir, el polietercarbonatopoliol cargado con impurezas debidas a la preparación, se

bombee dado el caso después de la adición de diferentes cantidades de ácido fosfórico (véase la Tabla 1) para la estabilización, desde el depósito 4 a través de la conducción de alimentación 5 calentada hasta la entrada 6 del equipo de evaporación 1. Para reducir la viscosidad del producto en bruto se calienta este ya en el depósito 4 hasta 50 °C y se transporta con rendimientos de 2,1 kg/h a 5,5 kg/h (véase la Tabla 1) hasta el equipo de evaporación 1. El evaporador molecular por gravedad está configurado como aparato de vidrio con una superficie de 0,5 m² y se hace funcionar por medio de un equipo de presión negativa no representado en el presente caso a una presión de 10 mbar.

En el equipo de evaporación 1 se evapora durante el paso del producto en bruto una parte de las impurezas muy volátiles, en particular una parte del propilenocarbonato cíclico, que se elimina a través de la conducción de salida de gas 12, se condensa a través de los refrigeradores 13 y se recoge en el recipiente colector 14. En este sentido, el refrigerador 13 que se atraviesa en primer lugar se hace funcionar con una temperatura media de refrigeración a 10 °C y los refrigeradores 13 conectados secuencialmente posteriores con una temperatura media de refrigeración de -20 °C.

El producto purificado previamente se recoge en la cola 11 del equipo de evaporación 1, desde donde se transporta en un porcentaje regulable a través de la válvula de tres vías 16 a través de la conducción de unión 3 de la columna de separación 2 y por otra parte a través de la conducción de recirculación 17 hasta la entrada 6 del equipo de evaporación 1. Mediante el uso de la conducción de recirculación 17 se alimenta una parte del producto ya purificado previamente de nuevo a la purificación a través del equipo de evaporación 1, mediante lo cual se aumenta su rendimiento de producción. El producto purificado previamente tiene al final del tubo de tubo bajante del equipo de evaporación 1 una temperatura de aproximadamente 160 °C. En el equipo de evaporación 1 se separan en la presente disposición aproximadamente el 70 % en peso de los componentes de bajo punto de ebullición contenidos en el producto en bruto.

El producto purificado previamente extraído del circuito a través de la conducción de unión 3 se alimenta a la cabeza 21 de la columna de separación 2. A este respecto, la conducción de unión 3 se calienta con ayuda del calentador 9 hasta aproximadamente 100 °C, para impedir un fuerte aumento de la viscosidad mediante el enfriamiento del producto. Inmediatamente delante del objetivo sobre la cabeza 21 de la columna de separación 2 se calienta el producto purificado previamente por medio del intercambiador de calor 20 hasta aproximadamente 160 °C. El producto purificado previamente atraviesa la columna de separación 2 de manera correspondiente a la fuerza de la gravedad, haciéndose funcionar la columna de separación 2 con ayuda de las camisas calefactoras 22 de manera esencialmente adiabática. Para ello sirven los sensores de temperatura 22a acoplados en varios puntos con las camisas calefactoras 22.

La columna de separación 2 se hace funcionar en el principio de contracorriente con una corriente de nitrógeno calentada a 160 °C y alimentada a través de la conducción de entrada de gas 24. En la corriente de nitrógeno que fluye en la dirección de la cabeza 21 se enriquecen los constituyentes muy volátiles y a través de la conducción de salida de gas 25 se alimentan a los refrigeradores 13, en los que los compuestos muy volátiles, en particular el propilenocarbonato cíclico, se condensan y se recogen en el recipiente colector 14. A este respecto, el refrigerador 13 que se atraviesa en primer lugar se hace funcionar con una temperatura de 10 °C y los refrigeradores conectados posteriormente con una temperatura de -20 °C. En el punto de toma de muestra 19 dispuesto en la admisión de la trampa de enfriamiento 26 puede examinarse la corriente de gas inerte aún para detectar posibles impurezas, antes de que esta se retire del circuito a través de la instalación de aire de escape 15 o también se alimente de nuevo al circuito a través de una instalación de compresión.

En la cola 23 de la columna de separación 2 se recoge el producto purificado que ha atravesado la columna de separación 2, y que se transfiere al recipiente de producto 29 a través de la conducción de producto 27 con ayuda de la bomba 18. Con ayuda de la válvula de tres vías 30 prevista en la conducción de producto 27 puede ramificarse una parte de la corriente de producto y transferirse a través de la conducción de recirculación 31 de nuevo a la cola 11 del equipo de evaporación 1. Durante la duración de arranque del dispositivo de purificación se alimenta toda la corriente de producto descargada en la cola 23 a través de la conducción de producto 27 a través de la conducción de recirculación 31 de nuevo a la cola 11 del equipo de evaporación 1, hasta que se ha alcanzado la pureza de producto deseada. Esto se comprueba por medio del punto de toma de muestra 19 previsto en la conducción de producto 27.

El tiempo de permanencia del producto purificado previamente en la cola 11 del equipo de evaporación 1 asciende aproximadamente a 10 minutos y en la cola 23 de la columna de separación 2 aproximadamente a 6 minutos.

En la instalación que se describe se llevaron a cabo ensayos, ajustándose el equipo de evaporación 1, la conducción de unión 3 hacia la columna de separación 2 y la corriente de gas inerte (nitrógeno) a 160 °C. El equipo de evaporación 1 marchó a una presión de funcionamiento de 10 mbar, la columna de separación 2 a 80 mbar. En la Tabla 1 están recogidos parámetros de proceso relevantes así como las concentraciones finales alcanzadas de propilenocarbonato cíclico PCc en el producto final purificado.

Tabla 1:

Ejemplo	Adición de ácido fosfórico	Rendimiento (admisión al equipo de evaporación 1)	Corriente másica gas de eliminación (nitrógeno) en columna de separación 2	Concentración de PCc-en el producto final
1	-	5,5 kg/h	2,275 kg/h	55 ppm
2	61 ppm	4,7 kg/h	2,275 kg/h	17 ppm
3	100 ppm	2,1 kg/h	2,275 kg/h	17 ppm
4	100 ppm	4,2 kg/h	2,275 kg/h	20 ppm
5	100 ppm	5,2 kg/h	2,275 kg/h	24 ppm

5 Los ensayos prueban que mediante el procedimiento de acuerdo con la invención se queda muy por debajo del valor máximo requerido de 100 ppm de PCc en el producto final. La adición de pequeñas cantidades de ácido fosfórico (Ejemplos 2 - 5) provoca una estabilización del polietercarbonatopoliol, de modo que con ello se consiguen concentraciones residuales claramente menores de PCc en el producto final que sin adición de ácido fosfórico (Ejemplo 1).

Lista de números de referencia:

- 10 (1) equipo de evaporación
- (2) columna de separación
- (3) conducción de unión
- (4) depósito
- (5) conducción de alimentación
- 15 (6) entrada
- (7) ventilación
- (8) válvula de cierre
- (9) calentador
- (10) calentador
- 20 (10a) admisión
- (10b) descarga
- (11) cola
- (12) conducción de salida de gas
- (13) refrigeradores
- (14) recipiente colector
- 25 (15) instalación de aire de escape
- (16) válvula de tres vías
- (17) conducción de recirculación
- (18) bomba
- (19) punto de toma de muestras
- 30 (20) intercambiador de calor
- (21) cabeza
- (22) camisa calentadora
- (22a) sensor de temperatura
- (23) cola
- 35 (24) conducción de entrada de gas
- (25) conducción de salida de gas
- (26) trampa de enfriamiento
- (27) conducción de producto
- (28) ventilación
- 40 (29) recipiente de producto
- (30) válvula de tres vías
- (31) conducción de recirculación

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo de purificación para policarbonatopoliol, en particular para la separación de alquilenocarbonatos cíclicos, que comprende un equipo de evaporación (1) dotado de un calentador (10) con una entrada (6) dispuesta en su lado superior y una cola (11) y una columna de separación (2) conectada aguas abajo con el equipo de evaporación (1) con una cabeza (21) y una cola (23),
 5 en el que en la entrada (6) del equipo de evaporación (1) desemboca una conducción de alimentación (5) para el policarbonatopoliol que va a purificarse y desde el equipo de evaporación (1) parten una conducción de salida de gas (12) así como una conducción de unión que desemboca en la cabeza (21) de la columna de separación (2) y equipada con una bomba (18),
 10 y en el que en la cola (23) de la columna de separación (2) desemboca una conducción de entrada de gas (24) para un gas inerte y desde la cola (23) de la columna de separación (2) parte una conducción de producto (27) para el policarbonatopoliol purificado y desde la cabeza (21) de la columna de separación (2) parte una conducción de salida de gas (25).
2. Dispositivo de purificación según la reivindicación 1, **caracterizado por que** la conducción de salida de gas (12) del equipo de evaporación (1) y/o la conducción de salida de gas (25) de la columna de separación (2) desembocan en cada caso en un equipo de refrigeración (13), en el que pueden condensarse impurezas que han pasado a estado gaseoso y se han eliminado a través de la conducción de salida de gas (12, 25), en particular alquilenocarbonatos cíclicos.
3. Dispositivo de purificación según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado por que** la conducción de alimentación (5), la conducción de unión (3), la conducción de entrada de gas (24) y/o la conducción de producto (27) están equipadas con un calentador (9).
4. Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** en la conducción de unión (3) está dispuesta una válvula de tres vías (16), desde la que parte una conducción de recirculación (17) dotada si se desea de un calentador (9) y/o una bomba (18), que desemboca en la conducción de alimentación (5) o en la entrada (6) del equipo de evaporación (1).
5. Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** en la conducción de producto (27) está dispuesta una válvula de tres vías (30), desde la que parte una conducción de recirculación (31) dotada si se desea de un calentador (9) y/o una bomba (18), que desemboca en el equipo de evaporación (1), en particular en la cola (11) del equipo de evaporación (1).
6. Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** en la conducción de alimentación (5) y/o la conducción de producto (27) está prevista una bomba (18).
7. Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el equipo de evaporación (1) está configurado como evaporador de circulación natural, de circulación forzada, molecular por gravedad, de capa fina o de caldera, preferentemente como evaporador molecular por gravedad o de capa fina, en el que la conducción de alimentación (5) desemboca en la entrada (6) del equipo de evaporación (1) y la conducción de unión (3) y la conducción de salida de gas (12) parten desde la cola (11) del equipo de evaporación (1).
8. Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el equipo de evaporación (1) está acoplado con un equipo de presión negativa, estando este configurado en particular de tal manera que el equipo de evaporación (1) puede hacerse funcionar a una presión de 100 mbar o inferior, preferentemente a de 5 a 100 mbar, preferentemente a 50 mbar o inferior, más preferentemente a 25 mbar o inferior, de manera especialmente preferente a 10 mbar o inferior.
9. Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la columna de separación (2) está acoplada con un equipo de presión negativa, estando este configurado en particular de tal manera que en la cabeza (21) de la columna de separación (2) puede ajustarse una presión de 150 mbar o inferior, preferentemente 100 mbar o inferior, preferentemente 80 mbar o inferior.
10. Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la columna de separación (2) está dotada de una camisa calentadora (22), que permite un funcionamiento esencialmente adiabático de la columna de separación (2).
11. Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la columna de separación (2) se carga con cuerpos llenadores y/o empaquetamientos y/o está equipada con platos, empleándose como cuerpos llenadores en particular súper anillos de Raschig.
12. Procedimiento para la purificación de policarbonatopoliol con un dispositivo de purificación que comprende un equipo de evaporación (1) dotado de un calentador (10) con una entrada (6) dispuesta en su lado superior y una cola (11) y una columna de separación (2) conectada aguas abajo con el equipo de evaporación (1) con una cabeza (21) y una cola (23), en particular con un dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el procedimiento comprende las siguientes etapas:

- 5 a) alimentar el policarbonatopoliol que va a purificarse en la entrada (6) del equipo de evaporación (1) a través de una conducción de alimentación (5) que desemboca en la misma;
- b) en el equipo de evaporación (1) transferir una parte de las impurezas a la fase gaseosa y eliminar las impurezas gaseosas a través de una conducción de salida de gas (12), obteniéndose en la cola (11) del equipo de evaporación (1) un policarbonatopoliol parcialmente purificado;
- 10 c) transferir el policarbonatopoliol parcialmente purificado desde la cola (11) del equipo de evaporación (1) hasta la cabeza (21) de la columna de separación (2) a través de una conducción de unión (3) que desemboca en la misma, en particular por medio de una bomba (18);
- d) eliminar una parte adicional de las impurezas del policarbonatopoliol parcialmente purificado por medio de eliminación en contracorriente mediante una corriente de gas inerte introducida en la cola (23) de la columna de separación (2) a través de una conducción de entrada de gas (24) y opuesta a la dirección de flujo del policarbonatopoliol, transfiriéndose las impurezas a la fase gaseosa y transportándose con la corriente de gas inerte;
- 15 e) evacuar las impurezas con el gas inerte a través de una conducción de salida de gas (25) que parte desde la cabeza (21) de la columna de separación (2);
- f) evacuar el policarbonatopoliol purificado a través de una conducción de producto (27) que parte desde la cola (23) de la columna de separación (2).

13. Procedimiento según la reivindicación 12, **caracterizado por que** como gas inerte se usa nitrógeno, dióxido de carbono y/o vapor de agua.
- 20 14. Procedimiento según la reivindicación 12 o 13, **caracterizado por que** las impurezas que van a eliminarse comprenden alquilenocarbonatos cíclicos, en particular propilenocarbonato cíclico, ascendiendo el porcentaje de alquilenocarbonatos cíclicos en el policarbonatopoliol purificado preferentemente a menos de 100 ppm.
- 25 15. Procedimiento según una de las reivindicaciones 12 a 14, **caracterizado por que** al policarbonatopoliol que va a purificarse antes o después de la purificación se añade ácido fosfórico, en particular en una concentración de 10 a 1000 ppm, con respecto al policarbonatopoliol que va a purificarse, en particular de 15 a 500 ppm.

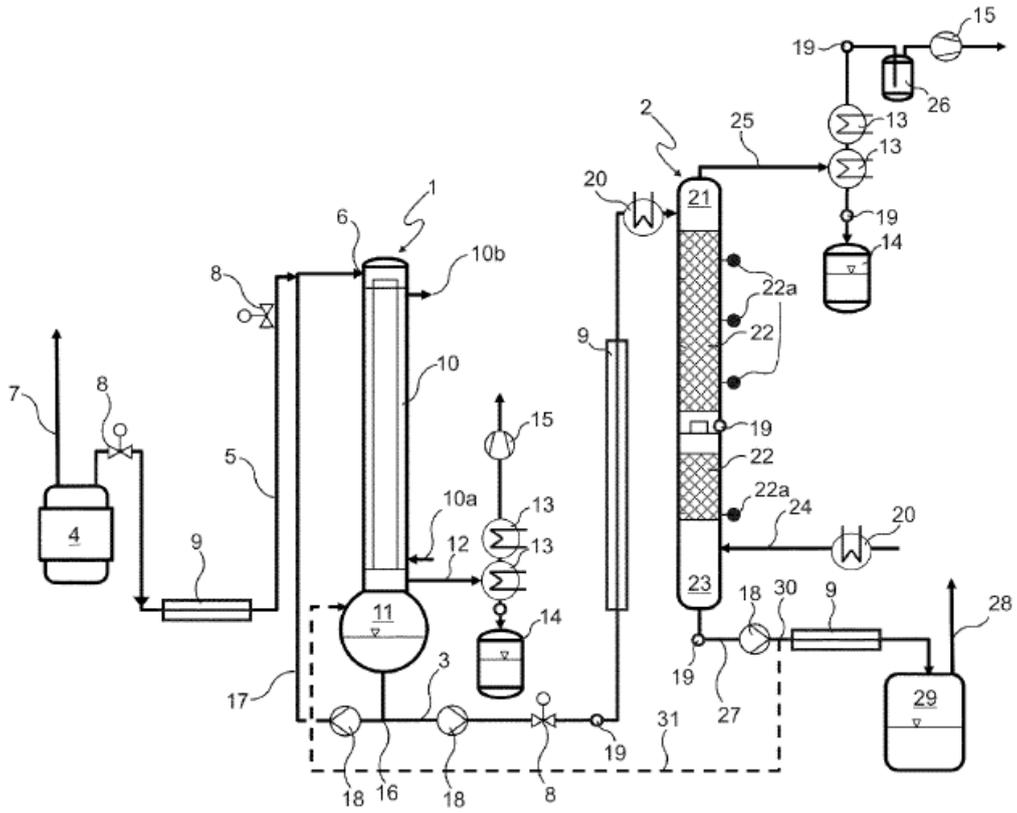


Fig. 1