



364300

C07C 00/00

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE C 07
SUBCLASE C

MEMORIA DESCRIPTIVA

Correspondiente al registro de Patente de Invención que, por veinte años, se solicita a favor de la firma TENSIA-SURFAC, S.A., residente en Barcelona, calle de Mallorca, 192.

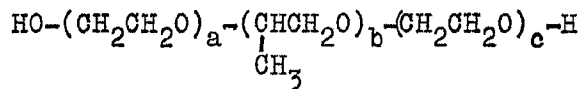
5.

p o r

"NUEVO PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACIÓN DE CONDENSADOS DE OXIDOS DE ALQUILENO DE ALTA PUREZA"

Se conocen familias de compuestos que corresponden a la fórmula general:

10.



15.

o sea polímeros en bloque obtenidos por condensación de óxido de etileno sobre un polímero previamente obtenido de polioxipropileno, en los que, cuando el peso molecular medio de la base hidrófoba es superior a 900 y dependiendo de la proporción de óxido de etileno sobre dicha base hidrófoba,



concurrer propiedades tensioactivas interesantes.

Se conocen también métodos generales de producción y fabricación de tales productos, por ejemplo, los que se describen en "Polyalkylene Oxide Block Copolymers" por I.

5. R. Schmolka en "Nonionic Surfactants" de M.J. Schick. Marcel Dekker 1967.

El objeto de la presente invención es un nuevo procedimiento industrial para la obtención de estos copolímeros de óxidos de propileno y de etileno de alta pureza.

10. Se ha comprobado que las propiedades tensioactivas de tales productos dependen, además de los ya citados peso molecular de la base hidrófoba y de la proporción de óxido de etileno incorporada, de otros interesantes factores, de los que los más importantes son:

15. a) Contenido de polietilenglicoles del producto final, debidos a la posible presencia o formación de agua.

b) Contenido de grupos vinílicos del producto final, debidos a deshidratación de la cadena de polipropilenglicol, que lleva como consecuencia una oxietilenación asimétrica.

20. c) Curva de distribución de los componentes de la base hidrófoba.

d) Curva de distribución del copolímero.

25. Se ha comprobado también experimentalmente que la composición de este tipo de productos especialmente en lo que se refiere al contenido de polietilenglicoles y de grupos vinílicos, depende de la técnica de fabricación y que se obtiene una pureza adecuada y unas propiedades tensioactivas óptimas cuando se logra:

30. a) Una proporción mínima de polietilenglicoles en el producto final.



b) Una proporción mínima de grupos vinílicos y, por tanto, una mayor simetría en la distribución de las cadenas oxietilenadas.

5. c) Una curva de distribución de los componentes de la base hidrófoba lo más estrecha posible.

Todos estos resultados se logran mediante la siguiente técnica:

10. 1) Utilizando como catalizador, en lugar de los catalizadores alcalinos convencionales (hidróxido sódico o potásico, alcoholatos, etc.) aleaciones líquidas de metales alcalinos, como por ejemplo, una aleación de sodio y potasio con un 30% a 60% de potasio que presenta la gran ventaja de ser líquida a temperatura ambiente y permite una gran facilidad de manipulación, de dosificación y de incorporación escalonada en las distintas fases del proceso. Mediante este catalizador se evita la formación de agua que induciría a la producción de poliglicoles y se reduce, al mismo tiempo, la viscosidad del medio reaccionante, facilitándose la dispersión de la fase gaseosa en el medio líquido.

15. 20. 2) Con la adición del catalizador en forma escalonada se logran las siguientes ventajas: Viscosidad poco elevada al principio (especialmente si se parte de dipropilenglicol en lugar de propilenglicol) lo que permite una reacción gas-líquido más rápida con el logro de una curva de distribución más estrecha.

25. Mediante el control de adición del catalizador se dispone de un modo de regular la velocidad de reacción y por tanto, la velocidad de entrada del óxido de alquileo.

30. 3) El elevado contenido en potasio (o de cualquier otro metal alcalino más electropositivo) del catalizador, con-



fiere una elevada cinética a la reacción y permite trabajar a temperaturas más bajas para una misma velocidad de reacción lo que se traduce en una menor proporción de compuestos secundarios.

5. 4) Una vez terminada la adición de óxido de propileno y transcurrido el tiempo necesario para que haya reaccionado totalmente, se inicia la adición de óxido de etileno controlando la velocidad de entrada mediante la adición de pequeñas cantidades de catalizador gradualmente.

10. 5) Terminada la oxietilenación, se estabiliza el producto eliminando el catalizador mediante una resina de intercambio iónico ácida o polisilicatos ácidos, al objeto de lograr un producto exento de cenizas. Simultáneamente se mejora también el color.

15. Las condiciones de trabajo varían según el tipo de producto, es decir, según el peso molecular medio deseado para la base hidrófoba y según la proporción de óxido de etileno que se desee polimerizar sobre dicha base.

20. Los siguientes ejemplos, no limitativos, de realización práctica ilustran sobre las condiciones normales de trabajo:

Ejemplo 1.

25. A 0,2 Kmoles de dipropilenglicol (26,8 kg) se incorporan bajo atmósfera inerte en un reactor de acero inoxidable provisto de agitación, 0,27 kg. de una aleación líquida de sodio y potasio conteniendo un 30 % de potasio. Se calienta la mezcla a una temperatura superior a 80° C e inferior a 120° C y se incorporan 168 kg. de óxido de propileno bajo una presión de 0'2 a 10 atmósferas manométricas
30. como máximo.



Se adicionan otros 0,27 kg. de la misma aleación y una vez disuelta en la mezcla reaccionante se añaden otros 195 kg. de óxido de propileno en iguales condiciones.

5. Al terminar la adición de óxido de propileno y efectuada la reacción deseada, se añaden entonces otros 0,27 kg. de la propia aleación de sodio y potasio y se incorporan por último 98 kg. de óxido de etileno en las mismas condiciones.

10. Se obtienen 488 kg. de producto que se desmineralizan añadiendo a 50°-80° C 7 kg. de una resina de polistireno sulfonada en forma ácida, agitando durante unos 30 minutos y filtrando.

15. La desmineralización puede lograrse también, con ventaja, pasando el producto a 50°-80° C a través de una columna adecuada que contenga la resina de intercambio iónico.

Ejemplo 2.

20. A 0,1 Kmoles de propilenglicol (7,6 kg) se incorporan bajo atmósfera inerte en un reactor de acero inoxidable, provisto de agitación, 0,150 kg. de una aleación líquida de sodio y potasio conteniendo un 30% de potasio. Una vez ha reaccionado el catalizador y bajo atmósfera inerte se calienta la masa a una temperatura superior a 80° C e inferior a 120° C y se incorporan 150 kg. de óxido de propileno

25. no bajo una presión de 0'2 a 10 atmósferas manométricas como máximo.

Se adicionan 0,500 kg. de la misma aleación y una vez disuelta en la mezcla reaccionante se adicionan otros 242 kg. de óxido de propileno en las mismas condiciones.

30. Al terminar la adición de óxido de propileno y efectuada la reacción deseada, se añaden entonces otros 0,27 kg. de la propia aleación de sodio y potasio y se incorporan por último 98 kg. de óxido de etileno en las mismas condiciones.



tuada la reacción deseada, se añaden entonces 0,400 kgs. de la misma aleación de sodio y potasio y se incorporan a continuación 150 kg. de óxido de etileno en iguales condiciones.

5. Se adicionan otros 0,400 kg. de la aleación citada y a continuación otros 150 kg. de óxido de etileno en las mismas condiciones.

Se adicionan otros 0,400 kg. de la propia aleación y a continuación otros 150 kgs. de óxido de etileno.

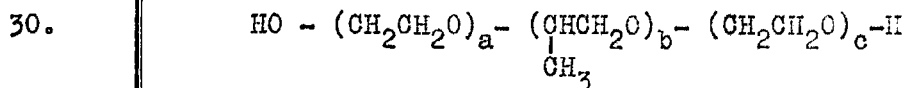
10. Se obtienen así 1.150 kg. de producto que se desmineralizan tratándolos a 80°-120° C con 25 kg. de un silicato activado en presencia de 5 kg. de un auxiliar de filtración. Este tratamiento dura como mínimo 60 minutos y a continuación se filtra el producto a temperatura igual o superior a 60° C.

15. La técnica de estos ejemplos es aplicable a una amplia gama de productos con un peso molecular de la base hidrófoba de polipropilenglicol comprendido entre 900 y 20.000 y un contenido de óxido de etileno sobre la base hidrófoba del 10% al 90%.

20. Por tanto, los ejemplos citados no son exhaustivos del modo de realización del procedimiento, sino que pueden modificarse en cuanto a sus detalles secundarios, siempre y cuando el modo de operar venga comprendido dentro de las siguientes:

25. REIVINDICACIONES

1ª.- Nuevo procedimiento para la fabricación de condensados de óxido de alquileno de alta pureza que corresponden a la fórmula general:





en donde el grupo $(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{O})_b$ tiene un peso molecular comprendido entre 900 y 20.000 y los grupos $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_a$ y $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_c$ representan entre el 10% y el 90% del total de la base hidrófoba, caracterizado por la siguiente sucesión de operaciones:

5.

A) Se parte de dipropilenglicol sobre el que se condensa óxido de propileno bajo la acción de un catalizador constituido por una aleación de metales alcalinos, líquida a temperatura ambiente, que se adiciona de forma escalonada y en la proporción y ritmo marcados por la propia reacción que se realiza y por el producto final que se desea obtener.

10.

B) Una vez reaccionado el óxido de propileno y obtenido el producto polioxipropilénico y sin ninguna nueva operación ni reacción química, salvo la adición de catalizador, bajo atmósfera inerte, se introduce en el reactor óxido de etileno, el cual reacciona, condensándose, con el producto polioxipropilénico, a una temperatura superior a 80°C e inferior a 120°C y a una presión superior a 0,2 e inferior a 10 atmósferas manométricas.

15.

C) El polímero así obtenido se desmineraliza mediante una resina de intercambio iónico a una temperatura superior a 50°C e inferior a 80°C .

20.

D) La desmineralización del polímero en bloque resultante se realiza también tratándolo con un polisilicato ácido, a una temperatura superior a 80°C e inferior a 120°C , con agitación y posterior filtrado, con lo que en la propia operación de desmineralización se logra, también, una mejor decoloración del producto.

25.

30.

2ª.- NUEVO PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACIÓN DE CON-



DENSADOS DE OXIDO DE ALQUILENO DE ALTA PUREZA.

Según se describe y reivindica en la presente Memoria descriptiva, que consta de ocho hojas foliadas y escritas por una sola cara.

Barcelona para Madrid, a veintiuno de Febrero de mil novecientos sesenta y nueve.

P.A.,

Antonio Aricha

p. p.