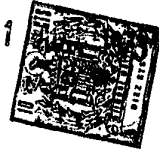


21



PATENTE DE INVENCION

=====
Réf: Le A 14 594-Sp.

418057

Memoria Descriptiva

sobre:

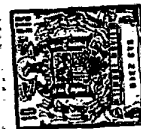
Procedimiento para la obtención de hidroxialquil-
éteres de sacarosa.

=====
Int. Cl.²: C07C -

Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente
en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

=====

La presente invención se refiere a un procedi-
miento para la obtención de polialquilenglicoléteres
a base de sacarosa, que representan valiosos productos
de partida para la obtención de materiales espumados de
5. poliuretano duros.



Ya es conocido reaccionar la sacarosa con óxidos alquilénicos a hidroxialquiléteres de sacarosa. La sacarosa reacciona en solución acuosa en presencia de hidróxido sódico con óxido etilénico (J. W. Le Maistre, R.B. Seymour, J. Org.Chem. 13, 782 (1948)). En esta reacción se basa un procedimiento para la obtención de hidroxialquiléteres de sacarosa en el cual la sacarosa se hace reaccionar a temperatura más elevada en solución acuosa en presencia de hidróxido potásico como catalizador con óxido etilénico u óxido propilé-
5. nico (Patentes US 3.085.085 y 3.153.002, patente alemana
10. 1 443 026).

En la reacción de sacarosa con óxidos de alquileo en solución acuosa se presentan fácilmente reacciones secundarias indeseadas, por ejemplo, la hidrólisis parcial del óxi-
15. do alquilénico por el agua empleada como medio de reacción. El óxido alquilénico hidrolizado, los polialquilenglicoles formados de éste por reacción con ulterior óxido alquilénico y los demás productos secundarios formados, que se indican por un fuerte teñido oscuro de la mezcla de reacción, reper-
20. outen desventajosamente sobre las propiedades de las espumas de poliuretano obtenidas de estos hidroxialquiléteres de sacarosa. La elevada proporción de productos secundarios lineales, bifuncionales tiene como consecuencia que la funcionalidad de estos poliéteres sea muy reducida en comparación
25. con la funcionalidad de un poliol de sacarosa puro. Debido a la elevada proporción de productos secundarios lineales bifuncionales, los poliéteres de sacarosa así obtenidos son solo limitadamente adecuados para la obtención de valiosos materiales de poliuretano, ya que el empleo de los poliéte-
30. res de sacarosa, así empleados, más bien conduce a unas espu



- mas frágiles de moderada resistencia y estructura celular desigual. Otra desventaja de los materiales espumados de poliuretano preparados de los poliéteres de sacarosa así obtenidos es su reducida proporción de células cerradas y su mala capacidad de aislamiento térmico que está en relación con esto.
- 5.
- Por esta razón ya se ha intentado efectuar la alcoxilación de la sacarosa bajo ausencia de agua y en presencia de xileno (Patente US 2.652.394). En este procedimiento se forman, sin embargo, por la caramelización o bien carbonización de la sacarosa unos productos fuertemente coloreados.
- 10.
- La formación de altas proporciones de productos secundarios bifuncionales se puede evitar mediante un procedimiento en el cual, en una primera etapa, la sacarosa se hace reaccionar en solución acuosa concentrada en presencia de lejía potásica con 4 a 8 moles de óxido de alquileo; después se retira casi todo el agua de la mezcla de reacción y a continuación se continúa la adición de óxido de alquileo (Patente alemana 1.443.022). Como una gran parte del óxido de alquileo, también en este procedimiento, se hace reaccionar en presencia de proporciones relativamente altas de agua en la mezcla de reacción, se presentan, también aquí, en escala no
- 15.
- inconsiderable las desventajas ya descritas para el procedimiento de la alcoxilación sin deshidratación interconectada.
- 20.
- Una desventaja esencial para las necesidades industriales de los procedimientos conocidos, en los cuales la sacarosa se hace reaccionar en solución acuosa con óxidos de alquileo, es además que la cantidad principal del azúcar se ha de agregar a temperaturas que se encuentran alrededor del punto de ebullición o solo muy por debajo del punto de ebullición del
- 25.
- 30.



agua. Una desventaja de estos procedimientos es, además, que la velocidad de reacción de la adición de óxido de alquileno es relativamente baja, con lo cual se favorece muy considerablemente la formación de productos secundarios durante la adición de óxido alquilénico.

5.

También es sabido que la sacarosa se puede hacer reaccionar en una suspensión en glicerina en presencia de lejía potásica y una pequeña cantidad de agua con óxido propilénico, obteniéndose una mezcla de poliéter que, además de sacarosa propoxilada, contiene una elevada proporción de glicerina propoxilada (Publicación de solicitud de patente alemana 1.285.741, OS 1.443.372). También los poliéteres, obtenidos según este procedimiento, contienen además de sacarosa propoxilada y glicerina propoxilada una proporción más o me-

10.

nos elevada de polipropilenglicoles lineales que provienen de la reacción del óxido propilénico con el agua contenida en la mezcla de reacción. Esto y especialmente la elevada proporción de poliéteres de glicerona tienen como consecuencia que la funcionalidad de los poliéteres obtenidos según este procedimiento, en comparación con la funcionalidad de un poliol de sacarosa puro, quede muy reducida. Esta reducida funcionalidad repercute desventajosamente sobre las propiedades de los materiales espumados de poliuretano preparados de tales polioles de sacarosa-glicerina.

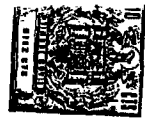
15.

20.

Para la reacción de la sacarosa con óxidos de alquileno vale como condición previa esencial que la mezcla de reacción se pueda agitar impecablemente. La alta formación de calor que se presenta en la reacción con los óxidos de alquileno solamente se puede evacuar en forma suficiente si la mezcla de reacción se puede agitar con alta turbulencia. El

25.

30.



problema de la agitabilidad se presenta, ante todo, al emplear la sacarosa y al comenzar la adición del óxido de aluminio cuando aún existen grandes cantidades de sacarosa sólida, sin reaccionar. Las mezclas de mala agitabilidad de sacarosa e hidróxido de álcali pueden conducir a una caramelización o bien a reacciones de carbonización en las paredes del recipiente de reacción necesariamente calientes al calentar la mezcla de reacción.

5.

10.

La agitabilidad impecable de las mezclas de reacción, que contienen sacarosa, solamente se pudo lograr hasta ahora empleando unas soluciones más o menos concentradas de sacarosa en agua o también suspendiendo la sacarosa en una elevada proporción de glicerina. Estos procedimientos tienen, como ya se ha mencionado anteriormente, desventajas esenciales.

15.

Las posibilidades de reducir el volúmen de las reacciones secundarias mediante disminución del contenido de agua en las soluciones acuosas, o también en las suspensiones, están limitadas; las mezclas de sacarosa e hidróxido sódico, que contienen menos de un 5 % de agua, casi ya no se pueden agitar impecablemente.

20.

Por lo tanto, el cometido de la presente invención era poner a disposición un procedimiento para la obtención de poliéteres de sacarosa que, mediante amplia eliminación de las desventajas de los procedimientos conocidos por el estado de la técnica permite en forma sencilla la obtención de poliéteres de sacarosa de alta funcionalidad.

25.

Este cometido se soluciona, según la presente invención, debido a que las mezclas de sacarosa, de una reducida cantidad de agua, de una reducida cantidad de un poliol de bajo peso molecular y/o monoamina y/o poliamina se someten en pre-

30.



sencia de catalizadores de hidróxido alcalino, en forma suspendida en disolventes de hidrocarburo aromático, a una reacción de alcoxilación.

5. El objeto de la presente invención es, por lo tanto, un procedimiento para la obtención de hidroxialquiléteres de sacarosa mediante alcoxilación de sacarosa, que se caracteriza porque primeramente se prepara, a temperaturas que se encuentran entre 20 y 110°C, una mezcla conteniendo
10. a) 100 partes en peso de sacarosa,
 - b) 2 - 5 partes en peso de agua,
 - c) 2-20 partes en peso de un alcohol de alta valencia de bajo peso molecular y/o monoamina y/o poliamina,
 - d) 40-150 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo aromático, y
 15. e) 1 - 5 partes en peso de un hidróxido de álcali
- y la mezcla se hace reaccionar a continuación, a 85 - 130°C y presiones de 0,3 - 0,4 atmósferas, con óxidos de álcali.

En la realización del procedimiento de la presente invención se procede preferentemente de la manera siguiente:

20. La sacarosa se suspende primeramente a temperatura ambiente, generalmente entre 10 y 30°C, en un disolvente de hidrocarburo aromático, empleándose el disolvente de hidrocarburo en una cantidad que asciende a un 40 - 150 %, preferentemente a un 50 - 100 % del peso de la proporción de sacarosa.
- 25.

30. Bajo atmósfera de nitrógeno se introduce en esta suspensión, a temperaturas entre 20 y 110°C, preferentemente entre 50 y 90°C, una cantidad reducida en comparación con la proporción de azúcar, de un poliol mono- ó poliamina de cadena corta, hidrosoluble, una pequeña cantidad de agua y como



5. catalizador una reducida cantidad de hidróxido alcalino en secuencia arbitraria, empleándose el hidróxido alcalino preferentemente en forma de una lejía acuosa concentrada. La mezcla pastosa así obtenida, que se puede agitar bien, se calienta entonces a una temperatura de reacción de 85 a 130 °C, preferentemente a 95 - 115°C, y a continuación se hace reaccionar a presiones de 0,3 a 4,0 atmósferas, preferentemente 0,5 a 2,5 atmósferas, con óxido de alquileo. Según las necesidades se mantiene, mediante calentamiento o enfriamiento de la mezcla de reacción, la temperatura de reacción en la zona entre 85 y 130°C, preferentemente en 95 a 115°C. Terminada la adición de óxido de alquileo se neutraliza el polímero alcalino con ácido mineral diluido. Al producto neutralizado se le agrega, en caso dado, un antioxidante, tal como, por ejemplo, 2,6-di-terc-butil-p-cresol. El agua y el hidrocarburo se separan por destilación en vacío a temperatura más elevada - unos 50 a 130°C - hasta un reducido residuo, las sales así precipitadas se retiran por filtración.
- 10.
- 15.
20. En el procedimiento de la presente invención se pueden emplear disolventes de hidrocarburos aromáticos arbitrarios con el margen de ebullición entre 80 y 180°C. Tales disolventes son, por ejemplo, benceno, tolueno, etilbenceno, xilenos y clorobenceno. Preferentemente se emplea el tolueno como disolvente en el procedimiento de la presente invención. Los disolventes de hidrocarburo aromático se pueden emplear también en mezcla con disolventes alifáticos con el margen de ebullición entre 80 y 180°C.
- 25.
30. En los polioles, mono- y/o poliaminas, a emplear en el procedimiento de la presente invención, se trata de com-



puestos hidrosolubles con un punto de fusión que se encuentre por debajo de los 100°C y un peso molecular por lo general entre 60 y 250.

- Ejemplos de tales compuestos son: etilenglicol, propilenglicol, butandiol-1,4, dietilenglicol, dipropilenglicol, trimetilolpropano, glicerina, sorbita, manita, mono-, di- y trietanolamina, mono-, di- y trisopropanolamina, N-alquilalcanolaminas, tales como N-metil-dietanolamina y N-etil-di-etanolamina, mono- y dialquilaminas alifáticas inferiores, cicloalquilaminas, aralquileminas, alquilendiaminas, tales como etilendiamina y polialquilenpoliaminas, tales como dietilentriamina y trietilentetramina. En el procedimiento de la presente invención se emplean con preferencia los alcoholes de alta valencia o bien los aminoalcoholes.
5. Además de los compuestos puros se pueden emplear también mezclas de dos o más de los aditivos descritos, ascendiendo, en ambos casos, la cantidad total de los aditivos a 2 - 20 %, preferentemente a un 3 - 15 % del peso de la proporción de sacarosa.
10. El contenido en agua de la mezcla de sacarosa, aditivos y catalizador se encuentra según la presente invención entre un 1 y 5 %, preferentemente entre un 2,0 y 4,5 % del peso de la proporción de sacarosa.
15. La reacción del óxido de alquileo se efectúa en presencia de hidróxidos alcalinos como catalizadores, preferentemente hidróxido sódico ó hidróxido potásico. En una forma de realización preferente se emplea el hidróxido potásico como solución acuosa aproximadamente al 50 % ascendiendo la cantidad de hidróxido potásico entre un 1,0 y 5,0 %, preferentemente entre un 2,0 y 3,0 % del peso de la proporción de sa-
- 20.
- 25.
- 30.



carosa.

En el procedimiento de la presente invención se emplean, como óxidos de alquileno, preferentemente el óxido de etileno, óxido de propileno y/o óxido de 1,2-butileno.

5. La reacción de alcoxilación según la presente invención se puede efectuar tanto bajo empleo exclusivo de uno solo de los óxidos de alquileno mencionados como también empleando mezclas arbitrarias de los óxidos de alquileno. También es posible emplear en el procedimiento de la presente invención diferentes óxidos alquilénicos consecutivamente en un preparado de reacción para la obtención de así llamados poliéteres de injerto.

10. Las temperaturas de reacción pueden variar entre un amplio margen. Por lo general se trabajaba entre 85 y 130°C, preferentemente entre 95 y 115°C. La reacción de los óxidos de alquileno se efectúa a presión más elevada entre 0,3 y 4,0 atmósferas, preferentemente entre 0,5 y 2,5 atmósferas.

15. Para la obtención de poliéteres según el procedimiento de la presente invención, que se pueden reaccionar bien directamente, o también solo después de mezclar con dioles o polioles de cadena corta adecuadas o polialquilenglicoles bi- o poli-funcionales, con poliisocianatos a materiales espumados de poliuretano duros, se selecciona la cantidad de óxido de alquileno de manera que cada molécula de sacarosa en promedio se haga reaccionar con aproximadamente 8 a 20, preferentemente con 8 a 15 moléculas del óxido de alquileno. Los poliéteres obtenidos poseen índices de hidroxilo entre 250 y 750, preferentemente entre 350 y 550. La funcionalidad de los poliéteres se encuentra en los productos con bajo índice hidroxilo por encima de 5,5 y en los productos con

20.

25.

30.



índice hidroxilo más alto alrededor de 7 o más.

5. Los poliéteres obtenidos según la presente invención son unos aceites claros, amarillentos hasta amarronados, viscosos. La viscosidad de los productos se encuentra según el índice hidroxilo y contenido en aditivos entre 7000 cP (a 25°C), con índices hidroxilo bajos (alrededor de 350) y más de 400 000 cP con índices de hidroxilo altos (alrededor de 550). Mediante variación del índice hidroxilo y de la proporción en aditivos - menos por la variación del reducido contenido en agua - se pueden obtener productos cuya viscosidad esté optimamente adaptada a la finalidad de empleo en cada caso.

10. Ventajas esenciales del procedimiento de la presente invención son:

15. La sacarosa se puede emplear a temperatura ambiente - generalmente entre 10 y 30°C, con lo cual se pueden evitar fácilmente molestias por los valores de disolventes o también por vapor de agua caliente.

20. La atmósfera inerte imprescindible necesaria para la reacción con óxidos de alquileo se puede lograr muy fácilmente, ya que a temperatura ambiente el oxígeno del aire se puede retirar evacuando varias veces y rellenando el recipiente de reacción con nitrógeno.

25. Las mezclas de los productos de partida se pueden agitar impecablemente en cualquier fase de su empleo. Debido a la buena agitabilidad de la mezcla de reacción está dado un buen efecto enfriador para la rápida reacción con óxidos de alquileo.

30. Las mezclas de reacción se destacan por una velocidad de reacción relativamente alta al reaccionar con óxidos de al



quileno.

Por la buena agitabilidad del sistema se evita una incrustación de la sacarosa en las paredes calientes del recipiente, con lo que se evita una caramelización de la sacarosa.

5.

La sacarosa empleada se hace reaccionar totalmente sin restos, con los óxidos de alquileno. Debido al reducido contenido de agua de las mezclas de reacción las reacciones secundarias de los óxidos de alquileno se presentan solo en una escala muy reducida.

10.

Los poliéteres de sacarosa obtenidos según el procedimiento de la presente invención son de color claro y poseen, debido a la proporción relativamente alta de hidroxialquiléteres de sacarosa, una funcionalidad relativamente elevada.

15.

El procedimiento de la presente invención se puede modificar naturalmente en el sentido de hacer reaccionar primeramente solo una parte del óxido de alquileno y solo después de una deshidratación interconectada agregar el resto del óxido de alquileno. Los poliéteres de sacarosa obtenidos según el procedimiento de la presente invención son valiosos productos de partida para la obtención de materiales espumados duros de poliuretano según los procedimientos conocidos para la obtención de materiales espumados de poliuretano por reacción con poliisocianatos, preferentemente aromáticos, en presencia de los agentes auxiliares y aditivos usuales.

20.

25.

Para la realización de los ejemplos de ejecución a continuación se empleó un autoclave que estaba dotado de un dispositivo de calefacción y de refrigeración, de un mecanismo agitador, de un dispositivo para la sustitución del aire por nitrógeno (por ejemplo, conexión a vacío y alimentación de ni

30.



trógeno) y un dispositivo para la dosificación del óxido de alquilenno.

Ejemplo 1

5. 350 kg de sacarosa (1025 moles) se introducen, a temperatura ambiente, bajo agitación, en 182 kg de tolueno. Evacuando dos veces y rellenando el recipiente de reacción con nitrógeno se retiró el oxígeno del aire. La suspensión de buena agitabilidad de sacarosa y tolueno se calentó y a 80°C se agregaron consecutivamente 20 kg de propilenglicol, 15,0
10. kg de lejía potásica acuosa al 50 % y 5,9 kg de agua (en total con el agua de la solución de la lejía potásica 13,4 kg de agua; 3,83 % de agua o bien sobre la sacarosa). La mezcla pastosa, de buena agitabilidad, se calentó a 105°C y a una presión de 1,3 - 0,6 atmósferas y una temperatura de 104-
15. -105°C se dosificaron lentamente 874 kg (15070 moles) de óxido propilénico (55 kg/hora; entrada del óxido de propileno por debajo de la superficie de la mezcla de reacción). Según las necesidades se mantuvo, mediante enfriamiento o calentamiento de la mezcla de reacción, la temperatura de reacción dentro del margen indicado. Terminada la adición de óxido de propileno se siguió agitando aún durante otras 3 horas a 105°C.

25. El polímero alcalino se neutralizó después de agregar 250 kg de agua con 51 kg de ácido sulfúrico acuoso al 12,6 % (pH de la emulsión 6,4). A continuación se separaron el agua y el tolueno por destilación en vacío a 70 a 90°C, después de agregar agente auxiliar de filtración (polvo de celulosa y silicato de magnesio sintético) y un antioxidante 2,6-di-terc.butil-p-cresol). Con un contenido en agua del producto de un 0,9 % se separaron las sales precipitadas y el agen-
- 30.



te auxiliar de filtración después de agregar 150 litros de tolueno. Para completar totalmente la eliminación del agua y tolueno el filtrado se terminó de destilar a continuación a 85 a 99°C en vacío.

5. El producto viscoso, ligeramente amarillo, obtenido tenía las siguientes propiedades físicas:

Indice hidroxil (mg KOH/g)	416
pH	7,3
Contenido en agua (%)	0,05
10. Viscosidad $n_{25^{\circ}C}$ (cP)	28000
Funcionalidad media (calculada de la carga y del índice hidroxil)	5,95

Observación:

Los índices hidroxilo indicados en los ejemplos se obtuvieron en la forma usual por acilación del poliéter con anhídrido de ácido ftálico en exceso en piridina.

15.

Para determinar los pH se empleó como disolvente una mezcla de metanol y agua en proporción en volumen de 9:1, utilizándose para la medición del pH, en cada caso, 10 cc de poliéter y 100 cc de disolvente. Se midió con electrodo de vidrio de una sola barra.

20.

Ejemplo 2

La carga del componente de partida, la adición del óxido alquilénico y la elaboración del polímero alcalino se efectuaron como descrito en el ejemplo 1.

25.

Se emplearon:

- 165 kg de tolueno
- 315 kg (921 moles) de sacarosa
- 32,7 kg de trimetilolpropano
- 9,2 kg de propilenglicol
- 30. 13,4 kg de lejía potásica acuosa al 50 %



5,6 kg de agua (cantidad de agua total 12,3 kg, 3,9 % de agua referido al peso de la sacarosa)

828 kg (14280 moles) de óxido propilénico en 15 horas.

5. En la secuencia indicada se agregaron a temperatura ambiente primeramente la sacarosa y a 80°C el propilenglicol, la lejía potásica y el agua. La mezcla de los componentes de partida se podía agitar impecablemente.

El producto viscoso, ligeramente amarillo obtenido tenía las siguientes propiedades físicas:

10.	Indice hidroxilo (mg KOH/g)	417
	pH	7,3
	Contenido en agua (%)	0,08
	Viscosidad $n_{25^{\circ}\text{C}}$ (cP)	21300
15.	Funcionalidad media (calculado de la carga y del índice hidroxilo)	5,75

Ejemplo 3

La carga de los componentes de partida, la adición del óxido de alquileo y la elaboración del polímero alcalino se efectuaron como descrito en el ejemplo 1.

20. Se emplearon:

182 kg de tolueno

350 kg (1025 moles) de sacarosa

20 kg de propilenglicol

15,0 kg de lejía potásica acuosa al 50 %

25. 6,0 kg de agua (cantidad de agua total 13,5 kg; 3,85 % de agua referido al peso de la sacarosa)

696 kg (12010 moles) de óxido de propileno en 13,5 horas.

30. En la secuencia indicada se agregaron a temperatura ambiente primero la sacarosa, a 60 a 70°C el trimetilolpropano y a 80°C el propilenglicol, lejía potásica y agua, la



mezcla de los componentes de partida se podía agitar impecablemente.

El producto viscoso, ligeramente amarillo obtenido tenía las siguientes propiedades físicas:

5.	Indice hidroxilo (mg KOH/g)	470
	pH	7,3
	Contenido en agua (%)	0,08
	Viscosidad $n_{25^{\circ}\text{C}}$ (cP)	104000
	Funcionalidad media (calculado de la carga	6,30
10.	y del índice hidroxil)	

Ejemplo 4

La carga de los componentes de partida, la adición del óxido de alquileo y la elaboración del polímero alcalino se efectuó como descrito en el ejemplo 1. Se emplearon en la secuencia indicada:

15.

- 1 330 g de tolueno
- 2 670 g (7,81 moles) de sacarosa a unos 25°C
- 91,5 g de propilenglicol a 80°C
- 73,5 g de agua a 80°C

20.

110,0 g de lejía potásica acuosa al 50 % a 80°C

(cantidad de agua total: 128,5 g; 4,8 % de agua referido al peso de la sacarosa)

4 239 g de óxido de propileno (73,0 moles) en 14 horas.

La adición del óxido de propileno se efectúa a 0,4 a

25.

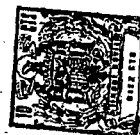
0,6 atmósferas.

La mezcla de los componentes de partida se podía agitar impecablemente.

El producto altamente viscoso, marrón-amarillo obtenido tenía las siguientes propiedades físicas:

30.

Indice hidroxilo (mg KOH/g) (el índice hidroxilo se determinó con anhídrido acético en piridina) 519



pH	6,6
Contenido en agua (%)	0,05
Viscosidad $n_{25^{\circ}\text{C}}$ (cP)	400000
Funcionalidad media (calculado de la carga y del índice hidroxilo)	7,18

5. Ejemplo 5

La carga de los componentes de partida, la adición del óxido de alquileo y la elaboración del polímero alcalino se efectuaron como descrito en el ejemplo 1.

Se cargaron en la siguiente secuencia:

10. 1 310 g de tolueno
- 2 180 g (6,38 moles) de sacarosa a unos 25°C
- 251 g de trietanolamina a 80°C
- 46 g de agua a 80°C
15. 104 g de lejía potásica acuosa al 50 % a 85°C (contenido en agua en total 98,0 g; 4,5 % de agua referido al peso de la sacarosa)
- 6 524 g (112,6 moles) de óxido propilénico en 20 horas.

La adición del óxido de propileno se efectuó a 0,4 a 0,6 atmósferas.

20. La mezcla de los componentes de partida se podía agitar impecablemente.

El producto viscoso, marrón-amarillo obtenido tenía las siguientes propiedades físicas:

25. Índice hidroxilo (mg KOH/g) 376
- pH 9,05
- Contenido en agua (%) 0,04
- Viscosidad $n_{25^{\circ}\text{C}}$ (cP) 11780
- Funcionalidad media (calculado de la carga y del índice hidroxilo) 5,96



Ejemplo 6

La carga de los componentes de partida, la adición del óxido de alquileno y la elaboración del polímero alcalino se efectuaron como descrito en el ejemplo 1. Se emplearon en la siguiente secuencia:

5.

125 kg de tolueno

291 kg (850 moles) de sacarosa a unos 25°C

30,0 kg de trimetilolpropano a 70°C

6,0 kg de agua a 80°C

10.

18,5 kg de lejía potásica acuosa al 50 % a 80°C

(cantidad de agua total 15,25 kg; 5,24 % de agua referido al peso de la sacarosa)

873 kg (15080 moles) de óxido propilénico en 16 horas

La mezcla de los componentes de partida se podía agitar

15.

impecablemente.

El producto viscoso, amarronado-amarillo obtenido tenía

las siguientes propiedades físicas:

Indice hidroxilo (mg KOH/g)

382

pH

6,9

20.

Contenido en agua (%)

0,09

Viscosidad $n_{25^{\circ}\text{C}}$ (cP)

13825

Funcionalidad media

5,77

(calculado de la carga y del índice hidroxilo)

Ejemplo 7

25.

La carga de los componentes de partida, la adición del óxido de alquileno y la elaboración del polímero alcalino se efectuaron como descrito en el ejemplo 1. Se emplearon en la secuencia indicada:

1 000 g de tolueno

30.

1 685 g (4,93 moles) de sacarosa a unos 25°C



107 g de etilendiamina a 80°C

46 g de agua a 80°C

70 g de lejía potásica acuosa al 50 % a 80°C

(Cantidad de agua total 81,0 g; 48 % de agua referido al peso de la sacarosa)

5.

5200 g (89,7 moles) de óxido de propileno en 23 horas

La adición del óxido de propileno se efectuó a 0,4 a 0,6 atmósferas.

La mezcla de los componentes de partida se podía agitar impecablemente.

10.

El producto viscoso, marrón-amarillo, obtenido tenía las siguientes propiedades físicas:

Índice hidroxilo (mg KOH/g)	398
pH	10,3
15. Contenido en agua (%)	0,159
Viscosidad $n_{25^{\circ}\text{C}}$ (cP)	16350
Funcionalidad media	6,01

(calculada de la carga y del índice hidroxilo)

Ejemplo 8

20.

En este ejemplo se describe un poliéter de sacarosa para cuya obtención se agregan óxido de propileno y óxido de etileno en mezcla. La carga de los componentes de partida, la adición de los óxidos de alquileno y la elaboración del polímero alcalino se efectuaron como descrito en el ejemplo 1.

25.

Se emplearon en la siguiente secuencia:

121 kg de tolueno

286 kg (837 moles) de sacarosa a unos 25°C

29,8 g de trimetilolpropano a 70-76°C

8,4 kg de propilenglicol a 80-85°C

30.

5,4 kg de agua a 85°C



12,5 kg de lejía potásica acuosa al 50 % a 85°C
(cantidad de agua total 11,4 kg; 3,98 % de agua referi
do al peso de la sacarosa)

652 kg (11230 moles) de óxido de propileno

5. 218 kg (4960 moles) de óxido de etileno en mezcla en 13 ho-
ras

La mezcla de los componentes de partida se podía agitar
impecablemente.

El producto viscoso, debilmente amarillo, obtenido tenía
10. las siguientes propiedades físicas:

Indice hidroxil (mg KOH/g)	374
pH	7,4
Contenido en agua (%)	0,09
Viscosidad $n_{25^{\circ}C}$ (cP)	7500
15. Funcionalidad media	5,83

(calculada de la carga y del índice hidroxilo)

Ejemplo 9

En este ejemplo se describe un poliéter de sacarosa
para cuya obtención primeramente se agregó óxido de propile-
20. no y después de un tiempo de reacción de 2 horas, después de
terminar la adición de óxido de propileno, se agregó óxido
de etileno.

La carga de los componentes de partida, la adición de
los óxidos de alquileno (en la adición del óxido de etileno
25. se aumentó la presión en el recipiente de reacción a 2 atmós-
feras) y la elaboración del polímero alcalino se efectuaron
como descrito en el ejemplo 1. Se emplearon en la secuencia
siguiente:

156 kg de tolueno

30. 302 kg (883 moles) de sacarosa a unos 25°C



- 18,1 kg de trimetilopropano a 70-75°C
8,5 kg de propilenglicol a 80°C
5,0 kg de agua a 80°C
12,0 kg de lejía potásica acuosa al 50 % a 80-85°C
5. (Cantidad de agua total 11,0 kg; 3,64 % de agua referido al peso de la sacarosa)
- 819 kg (14120 moles) de óxido de propileno en 15 horas
48 kg (1091 moles) de óxido de etileno en 1,2 horas
- La mezcla de los componentes de partida se podía agitar impecablemente. El producto viscoso marrón-amarillo obtenido tenía las siguientes propiedades físicas:
- | | |
|-----------------------------|------|
| Índice hidroxilo (mg KOH/g) | 382 |
| pH | 7,6 |
| Contenido en agua (%) | 0,05 |
15. Viscosidad $n_{25^{\circ}\text{C}}$ (cP) 13600
Funcionalidad media 6,00
(calculado de la carga y el índice hidroxilo)
- Ejemplo comparativo
20. En una copa de vidrio duro de 2 litros de capacidad con tapa y agitador de aletas con vástago de vidrio se comprobó la agitabilidad de una mezcla de 30,0 g de lejía potásica acuosa al 50 %, 11,3 g de agua y 500,0 g de sacarosa (Cantidad de agua total 26,3 g; 5,26 % de agua referido al peso de la sacarosa).
25. La lejía potásica acuosa y el agua se presentaron en el recipiente. Bajo afitación se introdujeron a unos 50°C primeramente unos 100 g de sacarosa. A 90-95°C se introdujo entonces bajo agitación lentamente mas sacarosa. Terminada la adición de un total de 440 g de sacarosa la mezcla pastosa,
30. espesa obtenida aún se podía agitar; después de agregar 500 g



de sacarosa se obtuvo una mezcla muy espesa que ya no se podía agitar, se presentó una pronunciada formación de grumos y después de algunos minutos se rompió el agitador.

- N O T A -

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar
10. que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Alemania, con fecha 22 de agosto de 1972, bajo el número P 22 41 242.6, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo
15. que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE HIDROXIALQUILETERES DE SACAROSA; caracterizándose por lo siguiente:
- 1ª.- Procedimiento para la obtención de hidroxialquileteres de sacarosa, por alcoxilación de sacarosa, caracterizado porque primeramente se prepara, a temperaturas que se
20. encuentran entre 20 y 110°C, una mezcla conteniendo a) 100 partes en peso de sacarosa, b) 2 - 5 partes en peso de agua, c) 2 - 20 partes en peso de un alcohol de alta valencia de bajo peso molecular y/o monoamina y/o poliamina, d) 40 - 150 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo aromático y e)
25. 1 - 5 partes en peso de un hidróxido alcalino, y la mezcla se hace reaccionar a continuación a 85 - 130°C a presiones de 0,4 - 4,0 atmósferas con óxidos de alquileno.
- 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplea benceno, tolueno, etilbenceno, xileno
- 30.





o clorobenceno como disolvente de hidrocarburo aromático.

5. 3^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplean 2,0 - 3,0 partes en peso de hidróxido potásico, en forma de una solución acuosa concentrada, como hidróxido alcalino.

4^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado porque se emplea un poliol, monoamina o poliamina soluble en agua como componente c).

10. 5^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 5, caracterizado porque se emplean mezclas de polioles, mono- ó poliaminas solubles en agua, en una cantidad de 2 - 20 % en peso, referido a la sacarosa, como componente c).

15. 6^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 5, caracterizado porque como óxido de alquileno se emplea óxido propilénico, u óxido 1,2-butilénico como único óxido de alquileno.

20. 7^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 5, caracterizado porque se emplea una mezcla de óxido etilénico y/o óxido propilénico y/o óxido 1,2-butilénico como óxido de alquileno.

8^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 5, caracterizado porque se emplea óxido etilénico y/o óxido propilénico y/o óxido 1,2-butilénico como óxido de alquileno, consecutivamente en secuencia arbitraria en una sola carga.

25. 9^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 8, caracterizado porque el óxido de alquileno se emplea en una cantidad que corresponde a una proporción molar entre sacarosa y óxido de alquileno de 1:8 a 1:20.

30. 10^a.- Procedimiento para la obtención de hidroxialquil éteres de sacarosa, tal y como queda sustancialmente descrito



21 AGO



en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 23 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

21 AGO. 1973
Madrid

5.

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

J. GOMEZ ACEBO Y MOJER

En p. Firmado: L. Gasia Fernández

A large, handwritten signature in dark ink, written over the typed name and position. The signature is cursive and appears to read "L. Gasia Fernández".

