



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 195 341**

(51) Int. Cl.:

B01J 37/00 (2006.01)

C08G 65/10 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA

T5

(86) Número de solicitud europea: **98924108 .8**

(86) Fecha de presentación : **09.04.1998**

(87) Número de publicación de la solicitud: **0981407**

(87) Fecha de publicación de la solicitud: **01.03.2000**

(54) Título: **Procedimiento para la activación rápida de catalizadores de cianuro metálico doble.**

(30) Prioridad: **16.05.1997 US 857998**

(73) Titular/es: **BAYER ANTWERPEN N.V.**
Haven 507, Scheldelaan 420
2040 Antwerpen, BE

(45) Fecha de publicación de la mención y de la traducción de patente europea: **01.12.2003**

(72) Inventor/es: **Hayes, John, E.;**
Langsdorf, Leah, J.;
Isaacs, Bruce, H. y
Armellini, Fred, J.

(45) Fecha de la publicación de la mención de la patente europea modificada BOPI: **16.05.2007**

(45) Fecha de publicación de la traducción de patente europea modificada: **16.05.2007**

(74) Agente: **Carpintero López, Francisco**

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la activación rápida de catalizadores de cianuro metálico doble.

5 **Campo de la invención**

La invención trata de los catalizadores de cianuro metálico doble (DMC). En particular, la invención trata de un procedimiento para la extracción de mezclas de un iniciador de poliol y un catalizador de DMC para prepararlos para el uso en una reacción de polimerización de epóxido. La extracción mejorada da como resultado una rápida activación 10 del catalizador y/o polioles y poliuretanos mejorados.

Antecedentes de la invención

Los complejos de cianuro metálico doble (DMC) son catalizadores muy conocidos para la polimerización de 15 epóxido y la síntesis de polioles de poliéter. Los catalizadores se descubrieron en la década de 1960 (véase, por ejemplo, las Pat. de Estados Unidos núms. 3.278.459 y 3.829.505). Las mejoras recientes han hecho los catalizadores de DMC mucho más atractivos para la fabricación comercial de polioles de poliéter (véase, por ejemplo, las Pat. de Estados Unidos núms. 5.158.922, 5.426.081, 5.470.813 y 5.482.908). En comparación con los catalizadores de KOH convencionales, los catalizadores de DMC proporcionan rápidas polimerizaciones de epóxido, de esta manera se 20 pueden reducir los tiempos de ciclo para la fabricación de polioles. Además, los catalizadores de DMC proporcionan productos de polioles de poliéter de gran calidad que tienen baja insaturación, distribución de peso molecular reducida, y baja viscosidad.

Aunque los catalizadores de DMC ofrecen ventajas significativas, incluso los mejores catalizadores de DMC tienen 25 algunos inconvenientes. Por ejemplo, a diferencia de KOH, los catalizadores DMC deben activarse normalmente antes de que el epóxido pueda añadirse al reactor de manera continua. Normalmente, un iniciador de poliol y un catalizador de DMC se combinan y calientan en vacío antes de la adición de una pequeña cantidad del epóxido. La activación del catalizador se deduce a partir de una gota a la presión parcial del epóxido en el reactor. A cargas de epóxido/iniciador típicas de 5-15% en peso, los tiempos de iniciación (definido como el tiempo requerido para una disminución del 30 50% en la presión parcial del epóxido) pueden variar entre varios minutos y varias horas. Los tiempos de iniciación prolongados aumentan el tiempo de ciclo, que disminuye el beneficio económico de las rápidas polimerizaciones. Además, calentar el catalizador durante un periodo de tiempo prolongado puede reducir su actividad o desactivarlo completamente.

35 El tiempo de iniciación se puede reducir al aumentar la concentración del epóxido. Sin embargo, las concentraciones iniciales más altas del epóxido pueden generar temperaturas exotérmicas no controladas: un riesgo de seguridad potencial. Las variaciones de temperatura también pueden afectar negativamente en la calidad del poliol (por ejemplo, mayor viscosidad, distribución del peso molecular más amplia). El aumento de la temperatura de reacción también reduce el tiempo de iniciación. Sin embargo, la temperatura de reacción sólo se puede aumentar marginalmente sin 40 tener efectos adversos en la calidad del poliol.

En resumen, se necesita un modo mejorado para activar los catalizadores de DMC. Preferiblemente, el procedimiento sería fácil de poner en práctica con un equipo y materiales económicos y fácilmente disponibles. Un procedimiento preferido ofrecería a los indicadores de polioles que usan catalizadores de DMC más control sobre la iniciación 45 de las polimerizaciones de epóxido. Un procedimiento valioso activaría los catalizadores en minutos (en vez de en horas) y permitiría el uso de bajas concentraciones de partida de epóxidos. Un procedimiento valioso proporcionaría polioles de poliéter que tienen baja viscosidad, baja polidispersidad, y baja insaturación. Idealmente, los polioles resultantes proporcionarían espumas de poliuretano mejoradas, compuestos obturadores, elastómeros, adhesivos, y revestimientos.

50 **Resumen de la invención**

La invención es un procedimiento para extraer mezclas de un iniciador poliol y un catalizador de cianuro de metálico doble (DMC). En el procedimiento, un iniciador poliol se combina y se mezcla primero con un catalizador de DMC. La mezcla de iniciador/catalizador se calienta entonces en vacío mientras se rocía la mezcla con un gas inerte.

Encontramos sorprendentemente que las mezclas de iniciador/catalizador tratadas según se describió anteriormente ofrecen ventajas sustanciales a los fabricantes de polioles. Primero, las mezclas de iniciador/catalizador se activan 60 generalmente más rápidamente (en minutos) en un procedimiento de polimerización de epóxido en comparación con una mezcla de iniciador/catalizador sólo es extraída en vacío de la manera convencional. De este modo, el procedimiento realiza unas puestas en funcionamiento seguras sin prolongar el tiempo de ciclo. También encontramos que los polioles fabricados mediante el procedimiento tienen propiedades mejoradas, incluyendo menor viscosidad, menor polidispersidad, y menor insaturación en comparación con los polioles fabricados mediante un procedimiento 65 que usa únicamente una vacuoextracción convencional. Finalmente, encontramos que la mejora de la extracción de iniciador/catalizador puede mejorar incluso las propiedades de los poliuretanos fabricados a partir de los polioles.

Descripción detallada de la invención

El procedimiento de la invención comprende el calentamiento de las mezclas de iniciadores de poliol/catalizadores en vacío bajo las condiciones efectivas para lograr una extracción mejorada comparada con la que se logra mediante una vacuoextracción convencional.

Los iniciadores de poliol contienen uno o más grupos hidrógeno activos (-OH, -NH₂, etc.) y son capaces de iniciar las polimerizaciones de epóxido. Los iniciadores de poliol tienen un menor peso molecular que el producto de reacción deseado. Preferiblemente, el iniciador tiene un número que expresa el peso molecular medio de al menos 10 aproximadamente 200 y contiene uno o más grupos terminales hidroxilo. Los iniciadores de poliol preferidos tienen unas funcionalidades de hidroxilo medias de aproximadamente 1 a aproximadamente 8. Los compuestos adecuados como iniciadores de poliol son muy conocidos por aquellos expertos en la técnica. Los ejemplos incluyen tripropilen glicol, polioxialquilen glicoles, politetrametilen éter glicoles, glicerol propoxilado, alcoholes alílicos alcoxilados, y similares, y mezclas de éstos. Otros ejemplos de iniciadores adecuados se enumeran, por ejemplo, en la Pat. de Estados 15 Unidos Núm. 5.158.922.

El procedimiento de la invención es valioso para activar mezclas de catalizador/iniciador en las que el iniciador es un alcohol alílico alcoxilado, particularmente un alcohol alílico propoxilado que tiene de una a cinco unidades de oxipropileno. Estos iniciadores son a menudo difíciles de activar de otra manera. Los alcoholes alílicos alcoxilados, 20 incluyendo alcoholes alílicos propoxilados de elevado peso molecular (> 2000), son valiosos intermedios para hacer tensioactivos de silicona. Muchos de estos tensioactivos tienen un eje principal de silicona hidrófobo y cadenas laterales de poliéster más hidrófilas unidas por enlaces Si-C. Estos polímeros "tipo peine" se hacen al injertar uno o más alcoholes alílicos alcoxilados en un eje principal de silicona usando un catalizador de un metal de transición. Los ejemplos aparecen en las Pat. de Estados Unidos núms. 5.525.640, 5.489.617 y 5.110.970.

25 El procedimiento de la invención se usa para activar los catalizadores de cianuro metálico doble (DMC). Los catalizadores de DMC son una clase de catalizadores de polimerización de epóxido muy conocidos. Los catalizadores de DMC adecuados y los procedimientos para fabricarlos se describen, por ejemplo, en las Pat. de Estados Unidos núms. 3.278.457, 3.829.505, 3.941.849, 4.472.560, 5.158.922, 5.470.813, 5.482.908. Generalmente, las soluciones acuosas de una sal metálica (por ejemplo, cloruro de cinc) y una sal de cianuro de metal (por ejemplo, hexacianocobaltato de potasio) se combinan en presencia de un agente complejante orgánico (por ejemplo, glyme, alcohol t-butílico) para producir un precipitado del complejo de DMC. Los hexacianocobaltatos de cinc son particularmente preferidos.

35 Cualquier catalizador de DMC se puede activar mediante el procedimiento de la invención, incluyendo, por ejemplo, los catalizadores de DMC-glyme originales (véase, por ejemplo, las Pat. de Estados Unidos núms. 3.278.457, 3.829.505, 3.941.849, 4.472.560), los nuevos catalizadores de DMC que son sustancialmente no cristalinos (véase, por ejemplo, las Pat. de Estados Unidos núms. 5.470.813 y 5.482.908), los catalizadores de DMC que incorporan 40 aproximadamente 2-80% en peso de un poliéster u otro polímero funcionalizado como las poliacrilamidas (véase, por ejemplo, la Pat. de Estados Unidos núm. 5.482.908 y el documento núm. de serie 08/731.495). (Los "polímeros funcionalizados" contienen uno o más grupos funcionales que contienen oxígeno, nitrógeno, azufre, fósforo, o halógeno, en el que el polímero, o la sal soluble en agua derivada de él, tiene una solubilidad en agua relativamente buena, es decir, al menos aproximadamente 3% en peso del polímero o su sal se disuelve a temperatura ambiente en agua o en mezclas de agua con un disolvente orgánico miscible en agua). El procedimiento de la invención es adecuado para el uso con varias formas de catalizadores de DMC, que incluyen polvo, pastas (véase, por ejemplo, el documento US-A-45 5639705) o suspensiones (véase la Pat. de Estados Unidos núm. 4.472.560). El procedimiento de la invención se puede usar para activar los catalizadores de DMC que se usan en procedimientos discontinuos, semi-continuos, y continuos, y también para activar los catalizadores usados en los procedimientos que implican la adición de manera continua de algo de o todo el iniciador durante la polimerización.

50 La mezcla de iniciador y catalizador de DMC se calienta y se extrae en vacío bajo las condiciones efectivas para lograr una extracción mejorada en comparación con la que se puede lograr mediante la vacuoextracción convencional. Esto se efectúa al calentar la mezcla mientras se rocía con un gas inerte mientras se realiza una vacuoextracción en presencia de un disolvente orgánico. Encontramos sorprendentemente que la extracción mejorada de las mezclas de iniciador/catalizador da como resultado una rápida activación del catalizador y una producción de polioles de gran 55 calidad.

La temperatura a la que se lleva a cabo la extracción no es crítica. Preferiblemente, sin embargo, la extracción se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo entre aproximadamente 60°C y aproximadamente 200°C; un intervalo más preferido es de aproximadamente 80°C a aproximadamente 150°C. La extracción se lleva a cabo a presión reducida (menos de 760 mmHg). Preferiblemente, la extracción se lleva a cabo a presiones de reactor menores de 40 kPa (aproximadamente 300 mm); son más preferidas las presiones menores de 27 kPa (aproximadamente 200 mm).

65 Encontramos que la reducción del contenido de agua de los iniciadores mediante la extracción mejorada ofrece una activación del catalizador más rápida y mejores polioles. Preferiblemente, el contenido de agua del iniciador se reduce a menos de aproximadamente 100 ppm; más preferiblemente, el contenido de agua del iniciador extraído es menor de aproximadamente 50 ppm. El contenido de agua de los iniciadores de poliol también se puede reducir mediante otros procedimientos conocidos por aquellos expertos en la materia, que incluyen, por ejemplo, la adición *in situ* de desecantes (por ejemplo, sulfato magnésico, tamices moleculares).

ES 2 195 341 T5

De acuerdo con esta invención, la etapa de extracción se lleva a cabo estando presentes tanto el poliol iniciador y el catalizador de DMC. Como ilustran más adelante el ejemplo 10 y el ejemplo comparativo 11, la activación del catalizador normalmente es mucho más rápida si tanto el iniciador como el catalizador están presentes durante la vacuoextracción.

5 Durante la vacuoextracción, la mezcla de iniciador/catalizador es rociada con un gas inerte. Preferiblemente, el rociado se lleva a cabo de una manera efectiva para producir una mezcla de iniciador/catalizador que se activa rápidamente en una polimerización de epóxido. Los gases inertes adecuados son aquellos que pueden ayudar en la eliminación de las impurezas volátiles de las mezclas de iniciador/catalizador y no reaccionen con el iniciador o envenenen el catalizador de DMC. Los gases inertes adecuados incluyen, por ejemplo, nitrógeno, aire (preferiblemente aire seco), dióxido de carbono, argón, helio, y similares, y mezclas de éstos. El rociado se lleva a cabo normalmente al inyectar el gas en uno o más lugares bajo la superficie de la mezcla de iniciador/catalizador. Se puede usar un dispositivo de aireación para distribuir más el gas. La magnitud de flujo del gas inerte se ajusta para producir la máxima activación del catalizador. Generalmente, se prefiere una magnitud de flujo dentro del intervalo entre aproximadamente 0,4536 y 15 aproximadamente 45,36 gramos de gas por hora por 453,6 gramos de iniciador.

20 El grado de mejora que confiere la extracción mejorada depende de muchos factores, incluyendo, por ejemplo, el contenido de agua inicial del poliol iniciador, la cantidad y tipo de catalizador, la naturaleza del iniciador, y el peso molecular del producto de poliol. Las condiciones de extracción particulares usadas también son importantes: la 25 temperatura, el nivel de vacío, la cantidad de gas inerte usada, y el tiempo de extracción se ajustan para maximizar la eficacia para activar la mezcla de iniciador/catalizador y/o para producir mejores polioles.

25 Las mezclas de iniciador/catalizador preparadas mediante el procedimiento de la invención se activan más rápidamente en un procedimiento de polimerización de epóxido en comparación con mezclas de iniciador/catalizador que solamente son extraídas en vacío de la manera convencional. De hecho, como demuestran los ejemplos en las tablas 1-3, los catalizadores tienen actividades iniciales que son normalmente de 5 a 20 veces más grandes (comparar con los 30 valores iniciales de K_{app} en la tabla 2) y los tiempos de iniciación que son normalmente 2 ó 3 veces menores (véase las tablas 1 y 3).

30 La rápida activación tiene ventajas añadidas. La iniciación del catalizador es más segura y más predecible cuando la actividad inicial es elevada. Además, debido a que la mezcla de iniciador/catalizador se puede activar normalmente durante el calentamiento inicial, se minimiza el tiempo de ciclo. Una rápida activación también permite una rampa de alimentación de epóxido más rápida, menor acumulación de epóxido sin reaccionar en el reactor, y un riesgo menor de variaciones de temperatura no deseadas. Tales variaciones de temperatura contribuyen a fallos técnicos operacionales 35 y a una pobre calidad del producto.

40 El procedimiento de la invención comprende la polimerización de uno o más epóxidos en presencia de la mezcla de iniciador/catalizador extraída para fabricar un poliol de poliéter. Los procedimientos para fabricar polímeros de epóxidos usando catalizadores de DMC se describen completamente en las Pat. de Estados Unidos núms. 3.829.505, 3.941.849, 5.158.922, 5.470.813, y 5.482.908. Los epóxidos adecuados incluyen, por ejemplo, óxido de etileno, óxido 45 de propileno, óxidos de buteno, óxido de estireno, y similares, y mezclas de éstos. El procedimiento se puede usar para hacer copolímeros aleatorios o en bloque.

45 La extracción efectiva mejora la calidad de los polioles. Los polioles de poliéter producidos usando las mezclas de iniciador/catalizador tienen menor insaturación, menor polidispersidad (distribución de peso molecular más reducida), y menor viscosidad en comparación con los polioles fabricados sin activar la mezcla de iniciador/catalizador mediante el procedimiento de la invención. Una viscosidad baja y una baja polidispersidad hacen al poliol más fácil de procesar 50 en aplicaciones en línea de salida. Una baja insaturación (bajo contenido de monol) significa un poliol con una funcionalidad de hidroxilo más auténtica y poliuretanos con propiedades físicas mejoradas (por ejemplo, resistencia a la tracción, resistencia al desgarramiento, deformación remanente por compresión).

55 Los polioles de poliéter fabricados mediante el procedimiento de la invención son valiosos para fabricar espumas de poliuretano, revestimientos, compuestos obturadores, adhesivos, y elastómeros con propiedades mejoradas. Las espumas flexibles moldeadas obtenidas a partir de los polioles, por ejemplo, tienen células que se parten más fácilmente por compresión en comparación con las espumas fabricadas usando polioles no obtenidos mediante el procedimiento de la invención. Como muestra el ejemplo 28, las espumas tienen coeficientes de ruptura por compresión reducidos, lo que indica una gran calidad y buen confort.

60 Los siguientes ejemplos simplemente ilustran la invención. Aquellos expertos en la técnica reconocerán muchas variaciones que se encuentran dentro del alcance de las reivindicaciones.

Ejemplos 1-12

Efecto de una extracción mejorada en la activación del catalizador

65 Estos ejemplos muestran que el uso de un gas inerte en combinación con la vacuoextracción es más efectivo que una vacuoextracción convencional o que no extraer en absoluto para la activación de los catalizadores de cianuro metálico doble. El procedimiento de la invención es muy adecuado para activar la variedad de catalizadores de DMC

ES 2 195 341 T5

descritos en la técnica. Por ejemplo, el procedimiento funciona con varios agentes complejantes en el catalizador (glyme, alcohol t-butílico) y con catalizadores que contienen poliéster. El procedimiento también funciona tanto con las formas en polvo como en pasta del catalizador. Los resultados aparecen en la tabla 1.

5 Ejemplos 13-16

Efecto de una extracción mejorada en la actividad inicial del catalizador

Como muestran los resultados de la tabla 2, la extracción en vacío con un rociado de nitrógeno tiene un impacto 10 dramático en la actividad inicial del catalizador. El efecto es prácticamente idéntico tanto con un iniciador de diol de peso molecular 400 o de triol de peso molecular 700.

Ejemplos 17-27

15 *Efecto de una extracción mejorada en las propiedades del poliol*

Estos ejemplos muestran que el uso de un gas inerte en combinación con una vacuoextracción proporciona polioles con propiedades físicas mejoradas en comparación con los polioles fabricados en un procedimiento que usa una vacuoextracción convencional o sin una extracción. Como muestran los resultados en la tabla 3, la vacuoextracción 20 ayudada por un rociado de nitrógeno da como resultado una iniciación del catalizador más rápida, menor viscosidad, distribución de peso molecular más reducida (P_m/N_n), y menor insaturación.

Ejemplo 28

25 *Efecto de una extracción mejorada en las propiedades de la espuma de poliuretano flexibles*

Las espumas de poliuretano flexibles se preparan a partir de prepolímeros de TDI según se describe en el documento US-A-5650452. Los prepolímeros de TDI se hacen al reaccionar un mol de TDI por cada mol de los grupos hidroxilo de poliol. La única diferencia es que el Poliol A está fabricado a partir de una mezcla de iniciador/catalizador 30 de DMC extraída en vacío a 50 mm sin ningún rociado de gas antes de fabricar el poliol, y el Poliol B se fabrica a partir de una mezcla de iniciador/catalizador de DMC extraída en vacío a 140 mm mientras se rocía con nitrógeno a 4,536 g por hora de nitrógeno por 453,6 g de iniciador. La espuma fabricada a partir del Poliol A tiene valores de coeficientes de ruptura por compresión de 376/236/182 para los ciclos 1-3.

35

(Tabla pasa a página siguiente)

40

45

50

55

60

65

5 Tabla 1. Efecto de una extracción mejorada en la activación del
 10 catalizador

Ex #	Catalizador ¹	Cant. ² (ppm)	Iniciador Pm	Condiciones de extracción ³	Tiempo de iniciación ⁴ (min)
1	A	177	450	Vacio/nitrógeno	5
C2	A	177	450	Sólo vacío	46
3	A	113	700	Vacio/nitrógeno	2
4	A	113	700	Vacio/aire	5
C5	A	113	700	Sólo vacío	22
6	B	1143	700	Vacio/nitrógeno	12
C7	B	1143	700	Sólo vacío	16
8	C	114	700	Vacio/nitrógeno	14
C9	C	114	700	Ninguna	>80
10	D	113	700	Vacio/nitrógeno	30
C11	D	113	700	Vacio/nitrógeno ⁵	105
C12	D	113	700	Sólo vacío	65

35 ¹ Catalizadores de hexacianocobaltato de cinc:

A = complejo de alcohol t-butílico, pasta, (30% de sólidos), preparado como en el documento núm. de serie 08/588.751.

B = complejo de glyme, polvo, preparado como en la Pat. de Estados Unidos núm. 5.158.922.

C = alcohol t-butílico/complejo poli(PO) diol 1K, preparado como en la Pat. de Estados Unidos núm. 5.482.908.

D = complejo de alcohol t-butílico, polvo, preparado como en la Pat. de Estados Unidos núm. 5.470.813.

40 ² Concentración en el iniciador poliol en una base de peso sólido.

³ Tanto el catalizador como el iniciador se extraen en vacío a 130°C.

45 ⁴ Tiempo necesario para un descenso de 50% de la presión inicial.

⁵ Sólo se extrae el iniciador.

ES 2 195 341 T5

Tabla 2. Efecto de una extracción mejorada en la actividad inicial del catalizador					
Ex #	Catalizador ¹	Cant. ² (ppm)	Iniciador	Condiciones de extracción ³	K _{app} inicial ⁴ (min ⁻¹)
13	C	114	Diol de pm 400	Vacío/nitrógeno	0,30
C14	C	114	Diol de pm 400	Ninguna	0,058
15	C	114	Triol de pm 700	Vacío/nitrógeno	0,28
C16	C	114	Triol de pm 700	Ninguna	0,069

¹ El catalizador de hexacianocobaltato de cinc "C" es un alcohol t-butílico/complejo poli(PO) diol 1K, preparado como en la Pat. de Estados Unidos núm. 5.482.908.

² Concentración en el iniciador poliol en una base de peso sólido.

³ Tanto el catalizador como el iniciador se extraen en vacío a 130°C.

⁴ Constante de velocidad según se mide a partir del dibujo de una línea recta de la disminución exponencial en presión parcial de óxido de propileno en función del tiempo.

La espuma a partir de Poliol B tiene unos valores de coeficientes de ruptura por compresión de 349/122/95 para los ciclos 1-3.

Los resultados demuestran que se puede conseguir una espuma de mayor calidad a partir de los polioles fabricados a partir de mezclas de iniciador/catalizador que se extraen según el procedimiento de la invención.

40

(Tabla pasa a página siguiente)

45

50

55

60

65

5 Tabla 3. Efecto de la extracción en las propiedades del poliol¹

Ex #	Producto	Condiciones de extracción ²	Pres. de OP (kPa)	Tiempo de iniciación (min)	Viscosidad (mPa·s)	P _m /N _m	Insat. (meq/g)
17	Diol 4K	Vac/nitrógeno	172	11	944	1,15	0,0039
18	Diol 4K	Vac/nitrógeno	103	12	912	1,13	0,0039
C19	Diol 4K	Sólo vac	172	79	1010	1,30	0,0049
C20	Diol 4K	Ninguna	172	> 100	1124	1,44	0,0051
C21	Diol 4K	Ninguna	172	45	1033	1,35	0,0047
22	Triol 6K	Vac/nitrógeno	172	5	1372	1,10	0,0041
23	Triol 6K	Vac/nitrógeno	83	6	1357	1,05	0,0040
C24	Triol 6K	Ninguna	172	49	1554	1,19	0,0045
C25	Triol 6K	Ninguna	276	25	1540	1,15	0,0042
26	Triol 3K	Vac/nitrógeno	172	2	615	1,07	0,0037
C27	Triol 3K	Ninguna	172	46	656	1,17	0,0038

30 ¹ El catalizador de hexacianocobaltato de cinc usado es "D", un complejo de alcohol t-butílico, preparado como en la Pat. de Estados Unidos núm. 5.470.813. usado a 25 ppm en el poliol final.² Tanto el catalizador como el iniciador se extraen en vacío a 130°C.

35 Se entiende que los ejemplos precedentes son sólo ilustrativos; las siguientes reivindicaciones definen el alcance de la invención.

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento que comprende:

- 5 (a) la mezcla de un iniciador poliol con un catalizador de cianuro metálico doble; y
(b) el calentamiento de la mezcla de iniciador/catalizador en vacío mientras se rocía la mezcla con un gas inerte.

10 2. El procedimiento según la reivindicación 1 en el que el gas inerte se selecciona del grupo constituido por nitrógeno, aire, dióxido de carbono, argón, helio, y mezclas de éstos.

15 3. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el iniciador de poliol se selecciona del grupo constituido por tripropilen glicol, polioxialquilen glicoles, politetrametilen éter glicoles, glicerol propoxilado, alcoholes alfílicos alcoxilados, y mezclas de éstos.

20 4. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el catalizador es un hexacianocobaltato de cinc.

25 5. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que el catalizador básicamente es no cristalino.

6. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la mezcla de iniciador/catalizador se calienta a una temperatura dentro del intervalo de 60°C a 200°C y bajo un vacío de menos de 40 kPa (300 mmHg).

25 7. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende además la polimerización de un epóxido en presencia de la mezcla de iniciador/catalizador extraída para producir un poliol de poliéster.

30 8. El procedimiento de la reivindicación 7, que comprende además el uso del poliol de poliéster para fabricar una espuma de poliuretano flexible.

35 9. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el iniciador de poliol extraído tiene un contenido de agua de menos de 100 ppm.

40

45

50

55

60

65