

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 864 535**

51 Int. Cl.:

**C08G 65/10** (2006.01)

**C08F 4/00** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.08.2018** **PCT/CN2018/101122**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.02.2019** **WO19034150**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.08.2018** **E 18847011 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.03.2021** **EP 3626760**

54 Título: **Catalizador para la síntesis de un polímero de óxido de polietileno y método de síntesis del mismo**

30 Prioridad:

**18.08.2017 CN 201710713547**

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

**14.10.2021**

73 Titular/es:

**JIAHUA CHEMICALS (MAOMING) CO., LTD.**  
**(100.0%)**

**B-03 North Part of Zone One Hi-Tech Industrial**  
**Park**  
**Maoming, Guangdong 525000, CN**

72 Inventor/es:

**LIANG, GUOQIANG**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 864 535 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

Catalizador para la síntesis de un polímero de óxido de polietileno y método de síntesis del mismo

## 5 CAMPO TÉCNICO

La presente invención pertenece al campo técnico de la industria química, y se relaciona particularmente con un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno y método de síntesis del mismo.

## 10 Antecedentes

Los polímeros de óxido de polietileno, tales como polietilenglicol, polioxietilen-éter de alcohol graso, ácido graso de polioxietileno, polioxietilen-éter de amina grasa, metoxi polietilenglicol, polioxietilen-éter de alcohol alílico, polioxietilen-éter de isopentanol o polioxietilen-éter de alcohol metacrílico, etc., se consideran una clase significativa de materiales químicos finos importantes, ampliamente utilizados como materia prima en medicina, aditivos de hormigón, detergentes, impresión textil y auxiliares de la coloración, etc. El polímero de óxido de polietileno se sintetiza a través de la polimerización de un compuesto que contiene hidrógeno activo y óxido de etileno en presencia de un catalizador.

La polimerización de un compuesto que contiene hidrógeno activo y óxido de etileno suele llevarse a cabo en presencia de un catalizador alcalino tal como un metal alcalino, hidróxido de metal alcalino e hidruro de metal alcalino que están disponibles comercialmente. El uso de un catalizador alcalino puede satisfacer la calidad y la eficiencia de producción de los productos convencionales. Sin embargo, los productos producidos por polimerización en presencia de metales alcalinos o hidróxidos de metales alcalinos como catalizador contienen a menudo una alta concentración de iones de metales alcalinos residuales, lo que reduce la calidad del producto y la protección ambiental de la producción del producto, limita el alcance de aplicación de polímeros de óxido de polietileno en la producción industrial, y hace que el producto no se pueda aplicar directamente a campos tal como el campo de la medicina donde la concentración de iones metálicos está estrictamente limitada.

## 30 Sumario de la invención

La presente invención está diseñada para resolver los problemas de la técnica anterior en cuanto a que los polímeros de óxido de polietileno producidos por polimerización en presencia de catalizadores alcalinos tales como compuestos de metales alcalinos y metales alcalinos tienen una alta concentración de iones de metales residuales, una calidad reducida y protección ambiental pobre, y, por lo tanto, no son adecuados para su uso en la producción industrial con altos estándares.

Para resolver el problema antes mencionado, en un primer aspecto, la presente invención proporciona un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende:

40 un éter corona como primer componente,  
una sal de fosfonio cuaternario como segundo componente, y  
un metal alcalino y/o un compuesto de metal alcalino como tercer componente.

45 Preferiblemente, la sal de fosfonio cuaternario se selecciona del grupo que consiste en bromuro de metiltrifenilfosfonio, bromuro de etiltrifenilfosfonio, bromuro de propiltrifenilfosfonio, bromuro de butiltrifenilfosfonio y cualquier combinación de los mismos, y donde cada componente de la combinación está presente en una cantidad de 1 a 99 partes en moles.

Preferiblemente, el éter corona es 18-corona (éter) -6, el metal alcalino es metal potasio, y el compuesto de metal alcalino es hidróxido de potasio y/o hidruro de potasio; o  
50 el éter corona es 15-corona (éter) -5, el metal alcalino es metal sodio, y el compuesto de metal alcalino es hidróxido de sodio y/o hidruro de sodio; o  
el éter corona es 12-corona (éter) -4, el metal alcalino es metal sodio, y el compuesto de metal alcalino es hidróxido de sodio y/o hidruro de sodio; o  
cada componente de la combinación está presente en una cantidad de 1 a 99 partes en moles.

55 Preferiblemente, una relación molar entre el primer componente y el segundo componente y el tercer componente es de 1: (0,5-1,5) : (0,5-1,5).

60 En un segundo aspecto, la presente invención proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de:

(1) preparar una mezcla mezclando un compuesto que contiene hidrógeno activo con el catalizador mencionado anteriormente y añadiendo óxido de etileno a la mezcla en un entorno libre de oxígeno o en un entorno de vacío;  
65 (2) realizar una reacción a una temperatura de 100°C a 180°C y una presión inferior o igual a 1,0 MPa, seguida de un envejecimiento de 1h a 8h para obtener un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno; y  
(3) añadir un compuesto ácido al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción.

Preferiblemente, en el método de síntesis de un polímero de óxido de polietileno, una vez finalizada la etapa (2), se añade un compuesto epoxídico para sintetizar un polímero de óxido de polietileno con un peso molecular superior en presencia del catalizador antes mencionado para sintetizar un polímero de óxido de polietileno.

Preferiblemente, en el método de síntesis de un polímero de óxido de polietileno, antes de añadir el óxido de propileno a la mezcla en la etapa (1), se calienta la mezcla a una temperatura de 100°C a 120°C, y luego se añade el óxido de propileno a una temperatura de 100°C a 180°C y una presión inferior o igual a 1,0 MPa.

Preferiblemente, en el método de síntesis de un polímero de óxido de polietileno, el compuesto que contiene hidrógeno activo se selecciona del grupo que consiste en metanol, etanol, n-butanol, alcohol octílico, alcohol graso natural, isopentenol, alcohol metálico, alcohol alílico, 1,4-butenol-diól, 2,3-dibromo-1,4-butenol-diól, nonilfenol, etilenglicol, dietilenglicol, glicerol, ácido oleico, aceite de ricino, ácido esteárico, terc-butilamina, amina grasa y cualquier combinación de los mismos.

Preferiblemente, en el método de síntesis de un polímero de óxido de polietileno, una relación molar del compuesto que contiene hidrógeno activo con el óxido de etileno es de 1: (1-800).

Preferiblemente, en el método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, el catalizador se añade en una cantidad de entre 0,01% y 0,9% en masa sobre la base de la masa total del compuesto que contiene hidrógeno activo y el óxido de etileno. CN 102 924 709 A describe un método para sintetizar poliéter en bloques, comprende hacer reaccionar un iniciador que contiene un grupo hidrógeno activo con óxido de etileno y óxido de propileno en presencia de un catalizador que comprende hidróxido de metal alcalino y éter corona, por ejemplo, 18-corona-6 o benzo-18-corona-6 éter.

La presente invención tiene las siguientes ventajas con respecto a la técnica anterior:

1. El catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno proporcionado por la presente invención comprende un éter corona como primer componente, una sal de fosfonio cuaternario como segundo componente, y un metal alcalino y/o un compuesto de metal alcalino como tercer componente. Los componentes antes mencionados del catalizador cooperan sinérgicamente entre sí para garantizar la eficiencia de la producción, reducir eficazmente la concentración de iones metálicos en el polímero de óxido de polietileno producido, y mejorar la calidad del polímero de óxido de polietileno producido y que no dañe el medioambiente, de modo que el polímero de óxido de polietileno producido sea adecuado para su uso en la producción industrial de alto estándar.

2. El catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno proporcionado por la presente invención comprende éteres corona específicos, sales de fosfina cuaternaria y metales alcalinos y/o compuestos de metales alcalinos en relaciones específicas. El éter corona elegido, la sal de fosfina cuaternaria, y el compuesto de metal alcalino y metal alcalino son fácilmente disponibles, lo cual es útil para controlar el costo de producción. Además, debido a las relaciones específicas de los componentes, el catalizador muestra una fuerte actividad catalítica.

3. La presente invención proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de: preparar una mezcla mezclando un compuesto que contiene hidrógeno activo con el catalizador antes mencionado, y agregar óxido de etileno en la mezcla en un entorno libre de oxígeno o entorno de vacío; llevar a cabo una reacción a una temperatura de 100°C a 180°C y una presión inferior o igual a 1,0 MPa, con un tiempo de retención de 1h a 8h, para obtener un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno; y finalmente añadir un compuesto ácido al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción. Al utilizar el catalizador antes mencionado, el proceso de producción es más respetuoso del medioambiente, y el polímero de óxido de polietileno producido tiene una baja concentración de iones metálicos y una alta calidad. La temperatura de reacción y la presión específicas pueden garantizar que el catalizador tenga una actividad catalítica alta y estable, de modo que el polímero de óxido de polietileno producido tenga una buena repetibilidad de lotes y una calidad estable.

4. En el método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno proporcionado por la presente invención, el polímero de óxido de polietileno se sintetiza en una relación molar específica del compuesto que contiene hidrógeno activo con el óxido de etileno en presencia de una cantidad específica del catalizador, tal que el catalizador tiene una alta actividad catalítica y capacidad de conversión de sustrato, y que el producto obtenido tiene una baja concentración de iones metálicos, y que las reacciones secundarias durante el proceso de síntesis sean inhibidas de manera eficaz. El catalizador tiene buena estabilidad y es adecuado para su uso en un amplio rango de temperaturas de 100 °C a 180 °C. Además, el método es fácil de utilizar y respetuoso con el medio ambiente, y es adecuado para la producción industrial.

Descripción detallada de las realizaciones

La implementación de la presente invención será ilustrada por las siguientes realizaciones específicas. A menos que se indique lo contrario, los métodos experimentales descritos en la presente invención se basan en su totalidad en los medios técnicos convencionales de la técnica, y los reactivos y materias primas utilizados en las realizaciones están comercialmente disponibles.

#### Realización 1

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de:

- 1) Añadir 0,5 mol de alcohol metilílico a un reactor de alta presión; y añadir 26,5 mol de óxido de etileno a un tanque dosificador.
- 2) A continuación, añadir un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno al reactor en una cantidad de 0,01% en masa sobre la base de una masa total del alcohol metilílico y el óxido de etileno, en donde el catalizador está compuesto por 18-corona (éter)-6, potasio el producto de reacción, produciendo hidróxido y bromuro de metiltrifenilfosfonio en una relación molar de 1: 0,5: 0,5.
- 3) Llevar a cabo el reemplazo de nitrógeno tras el cierre del reactor. A continuación, elevar la temperatura del reactor a 100 °C a 120°C, y añadir el óxido de etileno del tanque dosificador al reactor a esta temperatura, y continuar elevando la temperatura, y controlar la temperatura para que sea de 120°C a 130°C y la presión para que sea inferior o igual a 1,0MPa.
- 4) Una vez completada la adición de óxido de etileno, cerrar la válvula de alimentación del óxido de etileno, manteniendo la temperatura de 120°C a 130°C y envejeciendo durante 8h, producir un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno.
- 5) Luego enfriar la temperatura del reactor a 60°C hasta 80°C, y añadir ácido acético al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción, produciendo un polímero de óxido de polietileno.

#### Realización 2

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de:

- 1) Añadir 0,5 mol de isopentenol a un reactor de alta presión; y añadir 25 mol de óxido de etileno a un tanque dosificador.
- 2) A continuación, añadir un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno al reactor en una cantidad de 0,01% en masa sobre la base de una masa total del isopentenol y el óxido de etileno, en donde el catalizador está compuesto por 15-corona (éter)-5, hidruro sódico y bromuro de etiltrifenilfosfonio en una relación molar de 1: 0,8: 0,6.
- 3) Llevar a cabo el reemplazo de nitrógeno tras el cierre del reactor. A continuación, elevar la temperatura del reactor a 100 °C hasta 120°C, y añadir el óxido de etileno del tanque dosificador al reactor a esta temperatura, y continuar elevando la temperatura, y controlar la temperatura para que sea de 130°C a 140°C y la presión para que sea inferior o igual a 1,0MPa.
- 4) Una vez completada la adición de óxido de etileno, cerrar la válvula de alimentación del óxido de etileno, y mantener la temperatura de 130°C a 140°C y envejecer durante 6h, producir un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno.
- 5) Luego enfriar la temperatura del reactor a 60°C hasta 90°C, y añadir ácido acético al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción, produciendo un polímero de óxido de polietileno.

#### Realización 3

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de:

- 1) Añadir 0,5 mol de 1,4-buteno-diol a un reactor de alta presión; y añadir 32 mol de óxido de etileno a un tanque dosificador.
- 2) A continuación, añadir un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno al reactor en una cantidad de 0,3% en masa sobre la base de una masa total del 1,4-buteno-diol y el óxido de etileno, en donde el catalizador está compuesto por 12-corona (éter)-4, metal litio y bromuro de propiltrifenilfosfonio en una relación molar de 1: 1,1: 0,5.
- 3) Llevar a cabo el reemplazo de nitrógeno tras el cierre del reactor. A continuación, elevar la temperatura del reactor a 100 °C hasta 120°C, y añadir el óxido de etileno del tanque dosificador al reactor a esta temperatura, y continuar elevando la temperatura, y controlar la temperatura para que sea de 140°C a 150°C y la presión para que sea inferior o igual a 1,0MPa.

4) Una vez completada la adición de óxido de etileno, cerrar la válvula de alimentación del óxido de etileno, y mantener la temperatura de 140°C a 150°C y envejecer durante 2h, produciendo un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno.

5) Luego enfriar la temperatura del reactor a 50°C hasta 60°C, y añadir ácido fórmico al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción, produciendo un polímero de óxido de polietileno.

#### Realización 4

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de:

1) Añadir 0,5 mol de alcohol alílico a un reactor de alta presión; y añadir 34 mol de óxido de etileno a un tanque dosificador.

2) A continuación, añadir un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno al reactor en una cantidad de 0,9% en masa sobre la base de una masa total del alcohol alílico y el óxido de etileno, en donde el catalizador comprende un primer componente, un segundo componente y un tercer componente en una relación molar de 1:1,5:1,5, y en donde el primer componente es 18-corona (éter)-6, el segundo componente consiste en bromuro de metiltrifenilfosfonio en una cantidad de 10 partes en moles, bromuro de etiltrifenilfosfonio en una cantidad de 25 partes en moles, bromuro de propiltrifenilfosfonio en una cantidad de 40 partes en moles, y bromuro de butiltrifenilfosfonio en una cantidad de 25 partes en moles, y en donde el tercer componente consiste en metal potasio en una cantidad de 15 partes en moles e hidruro de potasio en una cantidad de 85 partes en moles.

3) Llevar a cabo el reemplazo de nitrógeno tras el cierre del reactor. A continuación, elevar la temperatura del reactor a 100 °C hasta 120°C, y añadir el óxido de etileno del tanque dosificador al reactor a esta temperatura, y continuar elevando la temperatura, y controlar la temperatura para que sea de 100°C a 110°C y la presión para que sea inferior o igual a 1,0MPa.

4) Una vez completada la adición de óxido de etileno, cerrar la válvula de alimentación del óxido de etileno, y mantener la temperatura de 100°C a 110°C y envejecer durante 8h, produciendo un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno.

5) Luego enfriar la temperatura del reactor a 60°C hasta 70°C, y añadir ácido fórmico al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción, produciendo un polímero de óxido de polietileno.

#### Realización 5

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de:

1) Añadir 0,7 mol de nonilfenol a un reactor de alta presión; y añadir 30 mol de óxido de etileno a un tanque dosificador.

2) A continuación, añadir un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno al reactor en una cantidad de 0,15% en masa sobre la base de una masa total del nonilfenol y el óxido de etileno, en donde el catalizador comprende un primer componente, un segundo componente y un tercer componente en una relación molar de 1:1,5:0,5, y en donde el primer componente es 15-corona (éter)-5, el segundo componente consiste en bromuro de etiltrifenilfosfonio en una cantidad de 1 parte en moles, bromuro de propiltrifenilfosfonio en una cantidad de 50 partes en moles, y bromuro de butiltrifenilfosfonio en una cantidad de 49 partes en moles, y en donde el tercer componente consiste en metal sodio en una cantidad de 1 parte en moles, hidruro sódico en una cantidad de 30 partes en moles e hidróxido sódico en una cantidad de 69 partes en moles.

3) Llevar a cabo el reemplazo de nitrógeno tras el cierre del reactor. A continuación, elevar la temperatura del reactor a 100°C hasta 120°C, y llevar a cabo un bombeo de vacío durante 2h a esta temperatura, y luego agregar el óxido de etileno del tanque dosificador al reactor, y continuar elevando la temperatura, y controlar la temperatura para que sea de 130°C a 145°C y la presión para que sea inferior o igual a 1,0MPa.

4) Una vez completada la adición de óxido de etileno, cerrar la válvula de alimentación del óxido de etileno, y mantener la temperatura a 130°C hasta 145°C y envejecimiento durante 3h, produciendo un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno.

5) Luego enfriar la temperatura del reactor a 70°C hasta 80°C, y añadir ácido cítrico al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción, produciendo un polímero de óxido de polietileno.

#### Realización 6

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de:

1) Añadir 0,8 mol de octadecilamina a un reactor de alta presión; y añadir 25 mol de óxido de etileno a un tanque dosificador.

2) A continuación, añadir un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno al reactor en una cantidad de 0,15% en masa sobre la base de una masa total de la octadecilamina y el óxido de etileno, en donde el catalizador comprende un primer componente, un segundo componente y un tercer componente en una relación molar de 1:0,8:1,0, y en donde el primer componente es 14-corona (éter)-4, el segundo componente es bromuro de butiltrifenilfosfonio, y el tercer componente consiste en metal litio en una cantidad de 50 partes en moles e hidróxido de litio en una cantidad de 50 partes en moles.

3) Llevar a cabo el reemplazo de nitrógeno tras el cierre del reactor. A continuación, elevar la temperatura a 100°C hasta 120°C, y llevar a cabo un bombeo de vacío durante 1,5h a esta temperatura, y luego añadir el óxido de etileno del tanque dosificador al reactor, y continuar elevando la temperatura, y controlar la temperatura para que sea de 160°C a 170°C y la presión para que sea inferior o igual a 1,0MPa.

4) Una vez completada la adición de óxido de etileno, cerrar la válvula de alimentación del óxido de etileno, y mantener la temperatura de 160°C a 170°C y envejecimiento durante 3h, produciendo un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno.

5) Luego enfriar la temperatura del reactor a 80°C hasta 90°C, y añadir ácido fosfórico al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción, produciendo un polímero de óxido de polietileno.

#### Realización 7

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de:

1) Añadir 0,8 mol de etilenglicol a un reactor de alta presión; y añadir 25 mol de óxido de etileno a un tanque dosificador.

2) A continuación, añadir un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno al reactor en una cantidad de 0,03% en masa sobre la base de una masa total del etilenglicol y el óxido de etileno, en donde el catalizador consiste en 18-corona (éter)-6, hidruro potásico y bromuro de butiltrifenilfosfonio en una relación molar de 1: 1,0: 0,5.

3) Llevar a cabo el reemplazo de nitrógeno tras el cierre del reactor. A continuación, elevar la temperatura a 100 °C hasta 120°C, y añadir el óxido de etileno del tanque dosificador al reactor, y continuar elevando la temperatura, y controlar la temperatura para que sea de 130°C a 140°C y la presión para que sea inferior o igual a 1,0MPa.

4) Una vez completada la adición de óxido de etileno, cerrar la válvula de alimentación del óxido de etileno, y mantener la temperatura a 130°C hasta 140°C y envejecimiento durante 4h. Luego enfriar la temperatura del reactor a 40°C hasta 50°C, produciendo un primer producto intermedio que comprende polímero de óxido de polietileno y que tiene una relación molar de etilenglicol a óxido de etileno de 1: 31,25.

5) A continuación, añadir 120 g del primer producto intermedio (que comprende 0,0834 moles de etilenglicol y 2,606 moles de óxido de etileno) al reactor y añadir 27 moles de óxido de etileno al tanque de medición. A continuación, añadir una cantidad adicional del 0,03% del catalizador, sobre la base de la masa de óxido de etileno al reactor.

6) Llevar a cabo el reemplazo de nitrógeno tras el cierre del reactor. A continuación, elevar la temperatura a 100°C hasta 120°C, y llevar a cabo un bombeo de vacío durante 1h a esta temperatura, y luego añadir el óxido de etileno del tanque dosificador al reactor, y continuar elevando la temperatura, y controlar la temperatura para que sea de 140°C a 150°C y la presión para que sea inferior o igual a 1,0MPa.

7) Una vez completada la adición de óxido de etileno, cerrar la válvula de alimentación del óxido de etileno, y mantener la temperatura a 140°C hasta 150°C y envejecimiento durante 6h. Luego enfriar la temperatura a 70°C hasta 80°C, produciendo un segundo producto intermedio que comprende polímero de óxido de polietileno y que tiene una relación molar de etilenglicol a óxido de etileno de 1: 355.

8) A continuación, añadir 1000 g del primer producto intermedio (que comprende 0,0637 moles de etilenglicol y 22,6111 moles de óxido de etileno) al reactor y añadir 28,3489 moles de óxido de etileno al tanque de medición. A continuación, añadir una cantidad adicional del 0,03% del catalizador, sobre la base de la masa de óxido de etileno al reactor.

9) Llevar a cabo el reemplazo de nitrógeno tras el cierre del reactor. A continuación, elevar la temperatura del reactor a 100°C hasta 120°C, y llevar a cabo un bombeo de vacío durante 1h a esta temperatura, y luego añadir el óxido de etileno del tanque dosificador al reactor, y continuar elevando la temperatura, y controlar la temperatura para que sea de 150°C a 160°C y la presión para que sea inferior o igual a 1,0MPa.

10) Una vez completada la adición de óxido de etileno, cerrar la válvula de alimentación del óxido de etileno, y mantener la temperatura a 150°C hasta 160°C y envejecimiento durante 8h, produciendo un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno (en donde una relación molar de etilenglicol a óxido de etileno es 1: 800).

5 11) Luego enfriar la temperatura del reactor a 80°C hasta 90°C, y añadir ácido acético al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción, produciendo un polímero de óxido de polietileno, en donde una relación molar de óxido de etileno a etilenglicol en las materias primas del polímero de óxido de polietileno es 800: 1.

#### Realización 8

10

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de:

1) Añadir 5 mol de tetradecanol a un reactor de alta presión; y añadir 5 mol de óxido de etileno a un tanque dosificador.

15

2) A continuación, añadir un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno al reactor en una cantidad de 0,06% en masa sobre la base de una masa total del tetradecanol y el óxido de etileno, en donde el catalizador consiste en 15-corona (éter)-5, hidruro sódico y bromuro de butiltrifenilfosfonio en una relación molar de 1: 0,8: 0,9.

20

3) Llevar a cabo el reemplazo de nitrógeno tras el cierre del reactor. A continuación, elevar la temperatura a 100 °C hasta 120°C, y añadir el óxido de etileno del tanque dosificador al reactor, y continuar elevando la temperatura, y controlar la temperatura para que sea de 170°C a 180°C y la presión para que sea inferior o igual a 1,0MPa.

25

4) Una vez completada la adición de óxido de etileno, cerrar la válvula de alimentación del óxido de etileno, y mantener la temperatura a 170°C hasta 180°C y envejecimiento durante 1h, produciendo un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno.

5) Luego enfriar la temperatura a 60°C hasta 70°C, y añadir ácido acético al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción, produciendo un polímero de óxido de polietileno.

30

#### Realización 9

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de:

35

1) Añadir 0,6 mol de ácido oleico a un reactor de alta presión; y añadir 30 mol de óxido de etileno a un tanque dosificador.

40

2) A continuación, añadir un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno al reactor en una cantidad de 0,15% en masa sobre la base de una masa total del ácido oleico y el óxido de etileno, en donde el catalizador comprende un primer componente, un segundo componente y un tercer componente en una relación molar de 1:0,5:1,5, y en donde el primer componente es 18-corona (éter)-6, el segundo componente consiste en bromuro de metiltrifenilfosfonio en una cantidad de 1 parte en moles y bromuro de etiltrifenilfosfonio en una cantidad de 99 partes en moles, y el tercer componente consiste en metal potasio en una cantidad de 1 parte en moles e hidróxido de potasio en una cantidad de 99 partes en moles.

45

3) Llevar a cabo el reemplazo de nitrógeno tras el cierre del reactor. A continuación, elevar la temperatura hasta 120°C, y llevar a cabo un bombeo de vacío durante 1,5h a esta temperatura, y luego añadir el óxido de etileno del tanque dosificador al reactor, y continuar elevando la temperatura, y controlar la temperatura para que sea de 170°C a 180°C y la presión para que sea inferior o igual a 1,0MPa.

50

4) Una vez completada la adición de óxido de etileno, cerrar la válvula de alimentación del óxido de etileno, y mantener la temperatura de 170°C a 180°C y envejecer durante 1h, produciendo un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno.

55

5) Luego enfriar la temperatura del reactor hasta 90°C, y añadir ácido fosfórico al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción, produciendo un polímero de óxido de polietileno.

#### Realización 10

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de:

60

1) Añadir 0,7 mol de nonilfenol a un reactor de alta presión; y añadir 30 mol de óxido de etileno a un tanque dosificador.

65

2) A continuación, añadir un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno al reactor en una cantidad de 0,15% en masa sobre la base de una masa total del nonilfenol y el óxido de etileno, en donde el catalizador comprende un primer componente, un segundo componente y un tercer componente en una relación molar de 1:1,5:0,5,

en donde el primer componente es 15-corona (éter)-5, el segundo componente consiste en bromuro de etiltrifenilfosfonio en una cantidad de 1 parte en moles, bromuro de propiltrifenilfosfonio en una cantidad de 50 partes en moles, y bromuro de butiltrifenilfosfonio en una cantidad de 49 partes en moles, y el tercer componente consiste en metal sodio en una cantidad de 1 parte en moles, hidruro sódico en una cantidad de 30 partes en moles e hidróxido sódico en una cantidad de 69 partes en moles.

3) Llevar a cabo el reemplazo de nitrógeno tras el cierre del reactor. A continuación, elevar la temperatura hasta 100°C, y llevar a cabo un bombeo de vacío durante 2h a esta temperatura, y luego añadir el óxido de etileno del tanque dosificador al reactor, y continuar elevando la temperatura, y controlar la temperatura para que sea de 100°C a 110°C y la presión para que sea inferior o igual a 0,5MPa.

4) Una vez completada la adición de óxido de etileno, cerrar la válvula de alimentación del óxido de etileno, y mantener la temperatura a 100°C hasta 110°C y envejecimiento durante 5h, produciendo un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno.

5) Luego enfriar la temperatura del reactor hasta 40°C, y añadir ácido cítrico al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción, produciendo un polímero de óxido de polietileno.

#### Ejemplo comparativo 1

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que es el mismo que el de la realización 1 excepto que, en este ejemplo comparativo, se utiliza hidróxido de potasio como catalizador para reemplazar el catalizador en la realización 1 en una cantidad igual.

#### Ejemplo comparativo 2

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que es el mismo que el de la realización 2 excepto que, en este ejemplo comparativo, se utiliza hidruro sódico como catalizador para reemplazar el catalizador en la realización 2 en una cantidad igual.

#### Ejemplo comparativo 3

Se proporciona un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que es el mismo que el de la realización 3 excepto que, en este ejemplo comparativo, se utiliza metal litio como catalizador para reemplazar el catalizador en la realización 3 en una cantidad igual.

#### Ejemplo de prueba 1

Se midieron las concentraciones de óxido de etileno en el reactor después de haberse completado la reacción en las realizaciones y los ejemplos comparativos. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1 Cálculo teórico de la concentración de iones de metales alcalinos después de completarse la reacción

|                | Concentración de iones de metales alcalinos (ppm) |                       | Concentración de iones de metales alcalinos (ppm) |
|----------------|---------------------------------------------------|-----------------------|---------------------------------------------------|
| Realización 1  | 4                                                 | Ejemplo comparativo 1 | 69                                                |
| Realización 2  | 40                                                | Ejemplo comparativo 2 | 954                                               |
| Realización 3  | 61                                                | Ejemplo comparativo 3 | 2866                                              |
| Realización 4  | 568                                               |                       |                                                   |
| Realización 5  | 21                                                |                       |                                                   |
| Realización 6  | 19                                                |                       |                                                   |
| Realización 7  | 23                                                |                       |                                                   |
| Realización 8  | 18                                                |                       |                                                   |
| Realización 9  | 164                                               |                       |                                                   |
| Realización 10 | 23                                                |                       |                                                   |

La tabla 1 muestra que, el uso de un éter corona, un metal alcalino y el compuesto del mismo, y una sal de fosfina cuaternaria como catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno puede convertir eficazmente el óxido de etileno en polímero de óxido de polietileno, reducir la concentración de iones de metales alcalinos residuales después de que la reacción se haya completado, y mejorar la calidad de los productos de polímero de óxido de polietileno. En comparación con el uso de metales alcalinos solamente y los compuestos de los mismos como catalizador, el catalizador reivindicado que comprende un éter corona, un metal alcalino y el compuesto del mismo, y una sal de fosfina cuaternaria puede reducir significativamente la concentración de los iones de metales alcalinos residuales. El método es simple de operar, y el producto producido tiene una baja concentración de iones de metales alcalinos residuales, por lo que el método es respetuoso con el medio ambiente y es adecuado para su uso en la producción industrial con altos estándares.

## REIVINDICACIONES

1. Un catalizador para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende:
  - 5 un éter corona como primer componente,  
una sal de fosfonio cuaternario como segundo componente, y  
un metal alcalino y/o un compuesto de metal alcalino como tercer componente.
2. El catalizador de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la sal de fosfonio cuaternario se selecciona del grupo que consiste en bromuro de metiltrifenilfosfonio, bromuro de etiltrifenilfosfonio, bromuro de propiltrifenilfosfonio, bromuro de butiltrifenilfosfonio y cualquier combinación de los mismos, y en donde cada
 10 componente de la combinación está presente en una cantidad de 1 a 99 partes en moles.
3. El catalizador de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque,
 15 el éter corona es 18-corona (éter) -6, el metal alcalino es metal potasio, y el compuesto de metal alcalino es hidróxido de potasio  
y/o hidruro de potasio; o  
el éter corona es 15-corona (éter) -5, el metal alcalino es metal sodio, y el compuesto de metal alcalino es hidróxido de sodio y/o hidruro de sodio; o
 20 el éter corona es 12-corona (éter) -4, el metal alcalino es metal de litio, y el compuesto de metal alcalino es hidróxido de litio y/o hidruro de litio; y  
cada componente de la combinación está presente en una cantidad de 1 a 99 partes en moles.
4. El catalizador de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque una relación molar del
 25 primer componente al segundo componente al tercer componente es 1: (0,5-1,5) : (0,5-1,5).
5. Un método para sintetizar un polímero de óxido de polietileno, que comprende las etapas de:
  - (1) preparar una mezcla mezclando un compuesto que contiene hidrógeno activo con el catalizador de acuerdo con las
 30 reivindicaciones 1 a 4 y añadir óxido de etileno a la mezcla en un entorno libre de oxígeno o en un entorno de vacío;
  - (2) llevar a cabo una reacción a una temperatura de 100°C a 180°C y una presión inferior o igual a 1,0 MPa, y luego envejecimiento durante 1h a 8h para obtener un producto de reacción que comprende un polímero de óxido de polietileno; y
  - (3) añadir un compuesto ácido al producto de reacción para neutralizar el producto de reacción.
6. El método de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado porque, después de haberse completado la etapa (2), se
 35 añade un compuesto epoxídico para sintetizar un polímero de óxido de polietileno con un peso molecular superior en presencia del catalizador de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-4.
7. El método de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado porque, antes de añadir el óxido de propileno a la
 40 mezcla en la etapa (1), se calienta la mezcla hasta una temperatura de 100°C a 120°C, y luego se añade el óxido de propileno a una temperatura de 100°C a 180°C y una presión inferior o igual a 1,0 MPa.
8. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 5-7, caracterizado porque, el compuesto que
 45 contiene hidrógeno activo se selecciona del grupo que consiste en metanol, etanol, n-butanol, alcohol octílico, alcohol graso natural, isopentenol, alcohol metálico, alcohol alílico, 1,4-butenodiol, 2,3-dibromo-1,4-butenodiol, nonilfenol, etilenglicol, dietilenglicol, glicerol, ácido oleico, aceite de ricino, ácido esteárico, terc-butilamina, amina grasa y cualquier combinación de los mismos.
9. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 5-8, caracterizado porque una relación molar del
 50 compuesto que contiene hidrógeno activo al óxido de etileno es 1: (1-800).
10. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 5-9, caracterizado porque, el catalizador se añade
 55 en una cantidad de 0,01% a 0,9% en masa sobre la base de una masa total del compuesto que contiene hidrógeno activo y el óxido de etileno.