



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2024 00387**

(22) Data de depozit: **15/02/2023**

(30) Prioritate:

18/02/2022 PL P.440409

(41) Data publicării cererii:

30/01/2025 BOPI nr. 1/2025

(86) Cerere internațională PCT:

Nr. **PL 2023/050009 15/02/2023**

(87) Publicare internațională:

Nr. **WO 2023/158327 24/08/2023**

(71) Solicitant:

• **PCC ROKITA SPOLKA AKCYJNA,**
UL.HENRYKA SIENKIEWICZA 4, BRZEG
DOLONY, 56-120, PL

(72) Inventatori:

• **WACEK JERZY, UL. PADEREWSKIEGO**
3, 56-120, BRZEG DOLNY, PL

(74) Mandatar:

PHD IP SOLUTIONS S.R.L.,
ȘOS.COLENTINA NR.16, BL.A5, ET.10,
AP.82, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A UNUI POLIETER POLIOL CU UN CONȚINUT REDUS DE IONI DE METALE ALCALINE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui polieter polioli cu un conținut redus de ioni metalici alcalini, utilizați pentru fabricarea materialelor plastice poliuretane. Procedul, conform invenției, conține etapele:

(a) reacția de poliadiție a cel puțin unui oxid de alchilenă cu un inițiator care conține cel puțin doi atomi de hidrogen activ, în prezența unui catalizator care este hidroxid de metal alcalin sau un hidroxid al acestuia,

(b) neutralizarea polieter polioliului brut rezultat, prin adăugarea de pirofosfat acid de sodiu în amestecul de reacție,

(c) reducerea conținutului de apă al amestecului rezultat, prin distilare sub presiune redusă,

(d) îndepărtarea cristalelor de săruri de metale alcaline din amestecul rezultat, prin filtrare, în care rezultă un polieter polioli cu un conținut de ioni metalici alcalini de cel mult 5 ppm.

Revendicări: 14



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	
Cerere de brevet de invenție	
Nr.	a 2024 00387
Data depozit	15-02-2023

12

PROCEDEU DE OBTINERE A UNUI POLIETER POLIOL CU UN CONȚINUT REDUS DE IONI DE METALE ALCALINE

Domeniul invenției

- 5 Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui polieter polioliol cu un conținut redus de ioni metalici alcalini, în care polieter polioliolul brut obținut prin reacția de poliadiție a cel puțin unui oxid de alchilenă cu un starter care conține cel puțin doi atomi de hidrogen activi în prezența unui catalizator care este un hidroxid de metal alcalin sau un alcoxid al acestuia este supus etapelor de neutralizare, reducere a
- 10 conținutului de apă și filtrare, pentru a obține un polieter polioliol cu un conținut de ioni metalici alcalini de cel mult 5 ppm. Polieter poliolioli obținuți prin procedeul inventiv pot fi folosiți pentru a produce materiale plastice poliuretane.

Stadiul tehnicii

- Procedeul de obținere a polieter polioliolilor, folosind un catalizator alcalin, necesită
- 15 eliminarea ionilor metalici alcalini din produsul final din două motive:

- ionii de Na^+ , K^+ catalizează reacția izocianatilor cu grupele hidroxil;
- ionii Na^+ , K^+ catalizează reacția de trimerizare a grupărilor izocianat în izocianurați, care sunt în mod special nedorite în producția de prepolimeri și spume flexibile.

- Conținutul de ioni metalici alcalini din produs depinde de eficacitatea procesului de
- 20 purificare a polieter polioliolului brut, care se realizează prin neutralizarea ionilor metalici alcalini cu ajutorul acizilor, al adsorbanților, al sărurilor anorganice acide și al rășinilor schimbătoare de ioni. Un alt factor important care contribuie la conținutul de ioni metalici alcalini din produs este concentrația de catalizator pe bază de metal alcalin utilizat pentru reacția de polimerizare. În practica industrială, concentrația unui astfel
- 25 de catalizator este de 2000 până la 3000 ppm per produs. O concentrație mai mare de catalizator accelerează reacția de polimerizare și în același timp face ca purificarea să devină problematică și duce la pierderi mai mari de produs în procesul de filtrare din cauza volumului mai mare al turtei de filtrare. Apoi, concentrațiile mai mici de catalizator fac ca viteza de reacție să scadă semnificativ, reducând astfel eficiența
- 30 instalației de producție.

Brevetul US 4,855,509 descrie o metodă de îndepărtare a ionilor metalici alcalini din polioli, care implică punerea în contact a unui polioliol, pentru o perioadă de 0,5 ore până la 3 ore, la o temperatură mai mică de 100°C , cu un mono- sau dihidrogen fosfat, în special MgHPO_4 , utilizat într-o cantitate de 0,5 până la 3 % în greutate, în raport cu

greutatea polioliului care urmează să fie purificat.

Brevetul US 3,000,963 dezvăluie o metodă de îndepărtare a ionilor metalici alcalini din poli(propilenglicoli) prin adăugarea la produs a unui acid organic solid, insolubil în produs, într-o cantitate de la 10% până la 200% în exces față de echivalentul alcalin din produsul nepurificat, urmată, după ce acidul a reacționat cu ionii alcalini, de producerea unei săruri insolubile în produs, care este filtrată. Acizii organici utilizați în invenția menționată mai sus includ un grup de acizi precum cel oxalic, diglicolic, benzoic, citric, succinic, fumaric, itaconic, ftalic, izoftalic și tereftalic.

Brevetul US 3,833,669 descrie un procedeu de purificare a polieter polioliilor folosind de la 1 până la 100 de părți de sare alcalină de magneziu și de la 1 până la 20 de părți de dioxid de carbon pentru fiecare parte de sare de magneziu, într-un interval de temperatură cuprins între 20 și 150°C, pentru o perioadă de la 0,5 ore până la 2 ore. Sarea alcalină de magneziu menționată este aleasă dintre hidroxid de magneziu, oxid de magneziu, carbonat de magneziu, carbonat de magneziu alcalin și amestecuri ale acestora. Procedul se realizează în prezența a 1 până la 10 părți de apă pentru fiecare parte de sare alcalină de magneziu adăugată.

Mai mult, cererea US 2003/0158450 descrie un procedeu de obținere a polieter polioliilor cu un conținut de până la 20 ppm de ioni Na^+ și/sau K^+ , care include următoarele etape:

(a) reacția unui inițiator având atomi de hidrogen activ cu cel puțin un oxid de alchilenă, în prezența unui catalizator care cuprinde un hidroxid de metal alcalin, (b) neutralizarea polieter polioliului obținut în etapa (a) prin punerea în contact a produsului de reacție cu un acid cu un pK_a mai mic de 5 și apă, acidul și apa fiind adăugate astfel încât, în urma adăugării, conținutul de apă să fie de cel mult 2 % în greutate în raport cu greutatea relativă a polieter polioli, iar raportul molar dintre acid și hidroxid este cuprins între 0,3 și 1,

(c) în mod opțional, reducerea conținutului de apă din amestecul de reacție la mai puțin de 2% în greutate, față de polieter polioli,

(d) îndepărtarea cristalelor de sare din polieter polioli și obținerea unui produs neutralizat polieter polioli care conține până la 20 ppm de ioni de sodiu și/sau potasiu.

Brevetul US 8,017,814 descrie un procedeu de obținere a polieter polioliilor cu un conținut de până la 15 ppm de ioni de sodiu și potasiu, în care procedul cuprinde:

(a) reacția unui inițiator care conține atomi de hidrogen activ cu cel puțin un oxid de alchilenă în prezența unui catalizator care conține un hidroxid de metal alcalin,

(b) neutralizarea polieter poliolor obținuți în etapa (a) prin punerea în contact a produsului de reacție cu acid fosforic și apă,

(c) îndepărtarea cristalelor de sare din polieter poliolor și obținerea unui polieter poliolor neutralizat care conține până la 15 ppm de ioni de sodiu și/sau potasiu, fără agent de adsorbție sau fosfat metalic hidrat utilizat fie înainte, fie în timpul sau după neutralizare.

Brevetul EP 2855559 descrie o metodă de eliminare a unui catalizator alcalin din polieter poliolor, care cuprinde următoarele etape:

(a) amestecarea polieter poliolorilor bruți cu acid și apă;

10 (b) îndepărtarea parțială a apei, de preferință prin distilare, astfel încât conținutul de apă al amestecului să nu reprezinte mai mult de 5% în greutate, amestecul conținând polieter poliolor neutralizat, apă și cristale de sare produse prin reacția catalizatorului alcalin și a acidului adăugat în etapa (a);

(c) redizolvarea a cel puțin unei părți din sarea respectivă prin adăugarea de apă;

15 (d) îndepărtarea parțială a apei, de preferință prin distilare, pentru a obține un amestec deshidratat de polieter poliolor neutralizat și de cristale din sarea menționată;

(e) îndepărtarea cristalelor de sarea menționată, de preferință prin filtrare, pentru a obține polieter poliolor.

20 Procesul de recristalizare permite obținerea unor cristale de sare mai mari și o filtrare mai ușoară a produsului.

Cu toate că metodele din stadiul tehnicii descrise mai sus au permis reducerea conținutului de ioni de sodiu și potasiu din polieter poliolor la nu mai mult de 20 ppm, și chiar nu mai mult de 15 ppm, rămâne încă o nevoie reală de a oferi metode și mai eficiente de reducere a conținutului de ioni menționați, deoarece acest lucru ar

25 contribui direct la reducerea reacțiilor secundare în procesele de producție a materialelor plastice poliuretane.

Rezumatul invenției

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui polieter poliolor cu un conținut redus de ioni metalici alcalini, care cuprinde următoarele etape:

30 (a) o reacție de poliadiție a cel puțin unui oxid de alchilenă cu un starter care conține cel puțin doi atomi de hidrogen activ, în prezența unui catalizator care este un hidroxid de metal alcalin sau un alcoxid al acestuia;

(b) neutralizarea polieter poliolorului brut obținut în etapa (a) prin adăugarea de pirofosfat acid de sodiu ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$) și apă în amestecul de reacție;

(c) reducerea conținutului de apă al amestecului obținut în etapa (b) la mai puțin de 0,1% în greutate prin distilare, sub presiune redusă;

(d) îndepărtarea cristalelor de săruri metalice alcaline din amestecul obținut în etapa (c) prin filtrare într-un filtru sub presiune pentru a obține un polieter polioliol cu un conținut de ioni metalici alcalini de cel mult 5 ppm.

De preferință, reacția de poliadiție din etapa (a) se realizează la o temperatură cuprinsă între 100 și 150°C, de preferință între 110 și 130°C.

De preferință, reacția de poliadiție din etapa (a) se realizează într-un reactor sub presiune echipat cu mijloace de amestecare, de preferință alese dintre mixere statice, mixere mecanice, mixere cu jet, difuzoare și pompe pentru circulația fluidului de reacție.

De preferință, reacția de poliadiție din etapa (a) se realizează în prezența azotului, a cărui concentrație în faza gazoasă este menținută la un nivel de cel puțin 60% în volum.

De preferință, starter-ul este selectat dintre glicerol, trimetilolpropan (TMP), propilenglicol, dipropilenglicol sau amestecuri ale acestora.

De preferință, oxidul de alchilenă este selectat dintre etilen oxid, propilen oxid și butilen oxid.

De preferință, catalizatorul este selectat dintre NaOH, KOH, CsOH sau alcoxi de sodiu, potasiu și cesiu.

De preferință, reacția de poliadiție din etapa (a) se realizează sub agitare energetică, simultan cu barbotare de azot.

De preferință, componentele volatile din amestecul de reacție din etapa (a) sunt degazate înainte de a fi transferate pentru neutralizare în etapa (b).

De preferință, în etapa (b), o parte din amestecul de reacție din etapa (a) se transferă într-un mixer separat și se adaugă la acesta pirofosfat acid de sodiu și se amestecă până când se obține o suspensie, care, la rândul ei, se adaugă la partea rămasă a amestecului de reacție din etapa (a), plasată temporar în neutralizator, urmată de adăugarea de apă într-o cantitate de 0,5 – 1 % în greutate, din greutatea totală a polieter polioliolului neutralizat, de preferință 0,7 - 0,8 % în greutate.

De preferință, în etapa (c), se efectuează o distilare sub presiune redusă simultan cu barbotarea cu azot a amestecului.

De preferință, cel puțin un antioxidant, de preferință ales dintre fenoli substituiți în spațiu, difenilamine și polimeri de lactonă, este adăugat la polieter polioliolul cu un

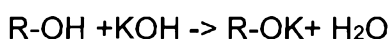
conținut scăzut de ioni metalici alcalini obținut în etapa (d). De preferință, concentrația de antioxidant este cuprinsă între 400 și 5000 ppm, în funcție de tipul de polieter polioli și de utilizarea acestuia. Antioxidantul se adaugă pentru a stabiliza polieter polioliul purificat, în timpul depozitării și procesării în materiale plastice poliuretanice.

Procedeul inventiv permite obținerea de polieter polioli cu un conținut redus de ioni metalici alcalini, în special de K^+ și Na^+ , la mai puțin de 5 ppm, minimizând astfel reacțiile secundare din fabricarea materialelor plastice poliuretanice care utilizează acești polieter polioli.

10 Descrierea detaliată a invenției

Prima etapă a procedurii inventiv de obținere a unui polieter polioli cu un conținut redus de ioni de metale alcaline constă în reacția de poliadiție a cel puțin unui oxid de alchilenă cu un starter care conține cel puțin doi atomi de hidrogen activ, în prezența unui catalizator care este un hidroxid de metal alcalin sau un alcoxid al acestuia.

Într-un exemplu de realizare preferat al procedurii inventiv, se adaugă un catalizator, cum ar fi KOH, la starter, după care amestecul se încălzește la 110-130°C timp de câteva (1-5) ore și, prin barbotarea unui gaz inert, de exemplu azot, se elimină excesul de apă din starter și din reacția de formare a alcoxidului, conform diagramei următoare:



Alcoxidul se formează la 100-130°C sub presiune redusă și cu un timp de reacție de 0,5-6 ore, de exemplu cu glicerină ca starter, la 120°C și vid total, aproximativ 75% din glicerină reacționează cu hidroxidul de potasiu pentru a forma alcoxidul, în timp ce pentru aceleași condiții de reacție, aproximativ 90% din glicerina propoxilată cu o greutate moleculară de 560 Da reacționează pentru a forma alcoxidul. În procesul de cataliză starter, este important să se elimine atât apa prezentă în soluția apoasă de 50% de catalizator KOH utilizat, cât și cea produsă în timpul reacției de formare a alcoxidului, deoarece apa din reacția de polimerizare cu oxidul de alchilenă mărește conținutul de poliglicol, ceea ce, în cazul triolilor, face ca spumele poliuretanice obținute prin utilizarea polieteri polioli astfel obținuți să aibă o duritate mai scăzută.

Amestecul starter-catalizator rezultat, uscat până la un conținut de apă mai mic de 0,05% în greutate, se transferă într-un reactor și se supune unei reacții de poliadiție cu cel puțin un oxid de alchilenă, de preferință ales dintre oxidul de etilenă (EO), oxidul

de propilenă (PO) și oxidul de butilenă (BO), în bloc (TP-TE, TE-TP, TP-TB, TB-TP, TE-TB, TB-TE), statistic (TP/TE, TP/TB, TE/TB), bloc mixt statistic (TP-TP/TE, TP-TE/TB, TE-TP/TE, TE-TB/TE, TB-TP/TE, TB-TB/TE) sau bloc statistic (TP/TE-TB, TE/TB-TP, TP/TE-TE, TB/TE-TE, TP/TE-TB, TB/TE-TB), secvențe compozite (de exemplu, TP-TP/TE-TE, TP-TE-TP/TE, TP-TE-TP, TP-TB-TE, TP-TE/TP-TP), după cum este necesar pentru proprietățile specifice ale produsului; sau, în cazul în care se utilizează numai EO, PO sau BO, un homopolimer (TP, TE, TB), pentru a obține o greutate moleculară specifică, în care TE desemnează un bloc format exclusiv din monomeri EO, TP - un bloc format exclusiv din monomeri PO și TB - un bloc format exclusiv din monomeri BO.

Reacția de poliadiție a oxizilor de alchilenă cu un starter care conține atomi de hidrogen activ are loc la o temperatură ridicată, de preferință aleasă din intervalul 110-130°C și la o presiune de până la 10 bari, sub atmosferă de azot, al cărui conținut în faza gazoasă nu este mai mic de 60% în volum. Printre exemplele de starter care pot fi utilizate în procedeul inventiv se numără glicerolul, trimetilolpropanul (TMP), propilenglicolul, dipropilenglicolul, etilenglicolul, dietilenglicolul, sorbitolul.

După ce au fost introduse starterul, catalizatorul și cantitatea necesară de oxizi de alchilenă în reactorul sub presiune, are loc digestia, în timpul căreia oxizii nereacționați se leagă la polimer, ceea ce poate fi observat ca o scădere a presiunii în reactorul menținut la o temperatură de reacție constantă. Odată ce presiunea din reactor s-a stabilizat, indicând astfel că oxizii de alchilenă au reacționat, amestecul de reacție lichid, care este apoi direcționat către procesul de eliminare a ionilor de metal alcalin din catalizator, este degazat.

O parte din amestecul de reacție din etapa de reacție (a) se transferă într-un malaxor separat și se adaugă pirofosfat acid de sodiu, sub agitare energetică, pentru a preveni precipitarea pirofosfatului solid. Suspensia rezultată se adaugă la restul amestecului de reacție din etapa (a), plasat temporar în neutralizator. Apoi se adaugă apă cu agitare energetică în cantitate de 0,5%-1% în greutate, din greutatea totală a polieter polioliului neutralizat, de preferință în cantitate de 0,7%-0,8% în greutate. Neutralizarea este considerată completă după un test pozitiv de schimbare a culorii indicatorului de aciditate (soluție 2:1 de izopropanol-apă cu albastru de bromotimol) în galben.

În etapa următoare (c), se reduce conținutul de apă al amestecului obținut în etapa (b) a procedeului de neutralizare la mai puțin de 0,1 % în greutate, de preferință mai puțin

de 0,05 % în greutate, prin distilare sub presiune redusă, de preferință cu barbotare simultană de azot.

Amestecul obținut în etapa (c) se filtrează apoi pe un filtru sub presiune. Pentru a pregăti filtrul pentru filtrare, se prepară într-un mixer o suspensie de adjuvant de filtrare (pământ de diatomee) în polieter poliglicol deshidratat și se aplică stratul de filtrare pe elementele de filtrare, urmată de filtrarea polieter poliglicolului până la un conținut de ioni metalici alcalini de maximum 5 ppm.

Ionii de metale alcaline, de preferință K^+ și Na^+ , au fost determinați cu ajutorul unui fotometru cu flacără BWB-XP (de la BWB Technologies UK Ltd.). Acesta este un fotometru cu flacără cu mai multe canale, la temperatură joasă, pentru determinarea simultană a Na, K, Li, Ca, Ba.

Polieteri polioli de tip dioli obținuți prin metoda inventivă au o greutate moleculară medie în greutate Mw cuprinsă de obicei între 1000 și 4000 Da. Polieter polioli de tip trioli obținuți prin metoda inventivă au o greutate moleculară medie în greutate Mw de obicei cuprinsă între 1000 și 6000 Da.

Exemple

Exemplul 1

În preparator s-au adăugat 0,77 kg de glicerină și 0,19 kg de soluție de KOH 50%. După spălarea cu azot a vasului de reacție sub agitare continuă, conținutul a fost încălzit la 110°C timp de 3 ore și apoi, după ce s-a început barbotarea azotului și s-a conectat la sistemul de vid, apa a fost distilată până la un conținut de 0,04 % în greutate. Amestecul de starter și de catalizator astfel preparat a fost transferat într-un reactor în prealabil spălat cu azot, s-a adăugat azot pentru a se obține o presiune de 1 bar și s-au adăugat 3,9 kg de oxid de propilenă la o temperatură de 115°C. După ce presiunea s-a stabilizat, s-au adăugat 26,8 kg de amestec de oxid de propilenă/oxid de etilenă într-un raport de 85:15 % în greutate la 130°C. După digestie, polieter poliolul brut a fost transferat într-un neutralizator și degazat sub vid, de componentele volatile. O parte din polieter poliol (10 % în greutate) a fost transferată într-un malaxor separat, la care s-au adăugat 0,225 kg de pirofosfat acid de sodiu ($Na_2H_2P_2O_7$). Suspensia de pirofosfat rezultată a fost transferată în neutralizator împreună cu restul polieter poliolului. După amestecarea energică, 0,25 kg de apă demineralizată a fost adăugată în doze. Polieter poliolul neutralizat a fost distilat sub presiune redusă pentru a îndepărta apa până la 0,04 % în greutate în produs, după care, după ce s-a pregătit o suspensie de ajutor de filtrare (Dicalite) în

polieter polioliol într-un mixer și după ce s-a așezat stratul filtrant pe filtru, produsul a fost filtrat pentru a obține un polieter polioliol cu un indice de hidroxil LOH= 47 [mg KOH/g] conținând 2 ppm de ioni K^+ și Na^+ . La produsul purificat s-au adăugat 4000 ppm de antioxidant Irgastab® PUR 55 (BASF SE) (un amestec de diferilamine cu lanțuri laterale C_6-C_9 la inelul fenil și fenoli cu baze sterice sub formă de lanțuri laterale esterice C_8-C_{10}).

Exemplul 2

2 kg de glicerină propoxilată cu o greutate moleculară medie $M_w = 560$ Da și 0,13 kg de o soluție de KOH 50% s-au adăugat în preparator. După spălarea vasului de reacție cu azot sub agitare continuă, conținutul a fost încălzit la $110^\circ C$ timp de 2 ore și apoi, după ce s-a pornit barbotarea azotului și conectarea la sistemul de vid, apa a fost distilată până la un conținut de 0,05% în greutate. Amestecul de starter și catalizator astfel preparat a fost transferat într-un reactor în prealabil spălat cu azot de circulație în reactor, azotul a fost pentru a se obține o presiune de 1 bar și s-au adăugat 20 kg de oxid de propilenă la o temperatură de $115^\circ C$. După stabilizarea presiunii, degazarea și tratarea repetată cu azot, s-au adăugat 3,7 kg de oxid de etilenă la $130^\circ C$. După digestie, polieter polioliolul brut a fost transferat într-un neutralizator și degazat sub vid din

componente volatile. O parte din polieter polioliol (10% în greutate) a fost transferată într-un mixer separat, la care s-au adăugat 0,2 kg de pirofosfat acid de sodiu. Suspensia de pirofosfat rezultată a fost transferată în neutralizator împreună cu restul de polieter polioliol. După amestecarea energetică, s-au adăugat 0,2 kg de apă demineralizată. Polieter polioliolul neutralizat a fost distilat sub presiune redusă pentru a elimina apa până la o cantitate de 0,05% în greutate în produs, după care, după ce s-a preparat o suspensie de ajutor de filtrare (Dicalite) în polieter polioliol într-un mixer și s-a pus stratul filtrant pe un filtru, produsul a fost filtrat pe un filtru plat, pentru a obține un polieter polioliol cu un indice de hidroxil LOH= 27,4 [mg KOH/g] care conține 1 ppm de ioni K^+ și Na^+ . La produsul purificat s-au adăugat 4000 ppm de antioxidant Irgastab® PUR 55.

Revendicări (Art. 34PCT)

1. Procedeu de obținere a unui polieter polioliol cu un conținut scăzut de ioni metalici alcalini, caracterizat prin aceea că acesta cuprinde următoarele etape:

- (a) o reacție de poliadiție dintre cel puțin un oxid de alchilenă și un starter care conține cel puțin doi atomi de hidrogen activ, în prezența unui catalizator care este un hidroxid de metal alcalin sau un alcoxid al acestuia;
- (b) neutralizarea polieter polioliolului brut obținut în etapa (a) prin adăugarea de pirofosfat acid de sodiu ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$) și apă ca singurii agenți de neutralizare în amestecul de reacție;
- (c) reducerea conținutului de apă al amestecului obținut în etapa (b) la mai puțin de 0,1% în greutate prin distilare sub presiune redusă;
- (d) îndepărtarea cristalelor de săruri de metale alcaline din amestecul obținut în etapa (c) prin filtrare pe un filtru sub presiune pentru a obține un polieter polioliol cu un conținut de ioni de metale alcaline de cel mult 5 ppm, determinat cu ajutorul unui fotometru cu flacără cu temperatură joasă și mai multe canale, cu condiția ca starter-ul să nu conțină compuși cu azot.

2. Procedul conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că reacția de poliadiție din etapa (a) se realizează la o temperatură cuprinsă între 100 și 150°C, de preferință între 110 și 130°C.

3. Procedul conform revendicării 1 sau 2, caracterizat prin aceea că reacția de poliadiție din etapa (a) este realizată într-un reactor sub presiune echipat cu elemente de amestecare, de preferință alese dintre mixere statice, mixere mecanice, mixere cu jet, difuzoare și pompe pentru circulația fluidului de reacție.

4. Procedul conform oricărei revendicări de la 1 la 3, caracterizat prin aceea că reacția de poliadiție din etapa (a) se realizează în prezența azotului, a cărui concentrație în faza gazoasă este menținută la un nivel de cel puțin 60% în volum.

5. Procedul conform oricărei revendicări de la 1 la 4, caracterizat prin aceea că starterul este selectat dintre glicerol, trimetilolpropan (TMP), propilenglicol, dipropilenglicol sau amestecuri ale acestora.

6. Procedul conform oricărei revendicări de la 1 la 5, caracterizat prin aceea că

oxidul de alchilenă este ales dintre oxidul de etilenă, oxidul de propilenă și oxidul de butilenă.

7. Procedeu conform oricărei revendicări de la 1 la 6, caracterizat prin aceea că este ales catalizatorul dintre NaOH, KOH, CsOH sau alcoxizi de sodiu, potasiu și cesiu.

8. Procedeu conform oricărei revendicări de la 1 la 7, caracterizat prin aceea că reacția de poliadiție din etapa (a) se realizează sub agitare energetică simultan cu barbotare de azot.

9. Procedeu conform oricărei revendicări de la 1 la 8, caracterizat prin aceea că componentele volatile din amestecul de reacție din etapa (a) sunt degazate înainte de a fi transferate pentru neutralizare în etapa (b).

10. Procedeu conform oricărei revendicări de la 1 la 9, caracterizat prin aceea că o parte din amestecul de reacție din etapa (a) este transferată într-un mixer separat și i se adaugă pirofosfat acid de sodiu și se amestecă până când se obține o suspensie, care, la rândul său, se adaugă la partea rămasă a amestecului de reacție din etapa (a) plasată temporar în neutralizator, urmată de adăugarea de apă într-o cantitate de 0,5-1% în greutate din greutatea totală a polieter polirolului neutralizat, de preferință 0,7-0,8% în greutate.

11. Procedeu conform oricărei revendicări de la 1 la 10, caracterizat prin aceea că, în etapa (c), distilarea sub presiune redusă se efectuează simultan cu barbotarea de azot în amestec.

12. Procedeu conform oricărei revendicări de la 1 la 11, caracterizat prin aceea că cel puțin un antioxidant se adaugă la polieter polirolul cu conținut scăzut de ioni metalici alcalini obținut în etapa (d).

13. Procedeu conform revendicării 12, caracterizat prin aceea că concentrația de antioxidant este cuprinsă între 400 și 5000 ppm.

14. Procedeu conform revendicării 12 sau 13, caracterizat prin aceea că antioxidantul este ales dintre fenoli substituiți în spațiu, difenilamine și polimeri de lactonă.