

WO 2013/050854 A1

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad Intelectual Oficina internacional



(10) Número de Publicación Internacional

WO 2013/050854 A1

(43) Fecha de publicación internacional
11 de abril de 2013 (11.04.2013)

WIPO | PCT

(51) Clasificación Internacional de Patentes:

C08G 18/00 (2006.01) C07C 29/00 (2006.01)

(21) Número de la solicitud internacional:

PCT/IB2012/001954

(22) Fecha de presentación internacional:

3 de octubre de 2012 (03.10.2012)

(25) Idioma de presentación:

español

(26) Idioma de publicación:

español

(30) Datos relativos a la prioridad:

11130078 3 de octubre de 2011 (03.10.2011) CO

(71) Solicitante (para todos los Estados designados salvo US):

INDUSTRIAL AGRARIA LA PALMA LIMITADA, INDUPALMA LTDA. [CO/CO]; Calle 67 No. 7-94, Piso 8, Bogotá (CO).

(72) Inventores; e

(71) Solicitantes (para US solamente): BAENA RESTREPO, Margarita María [CO/CO]; Carrera 71 A No. Circular 5-6, Medellín (CO). AGUDELO VELÁSQUEZ, Dency Viviana [CO/CO]; Carrera 71 A No. Circular 5-6, Medellín (CO). TORO ÁLVAREZ, Dahiana [CO/CO]; Carrera 71 A No. Circular 5-6, Medellín (CO).

(74) Mandatario: CORREA, Oscar; Cavelier Abogados, Carrera 4 No. 72-35, 8 Bogotá (CO).

(81) Estados designados (a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección nacional admisible): AE,

AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Estados designados (a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección regional admisible): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europea (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Declaraciones según la Regla 4.17:

- sobre el derecho del solicitante para solicitar y que le sea concedida una patente (Regla 4.17(ii))
- sobre el derecho del solicitante a reivindicar la prioridad de la solicitud anterior (Regla 4.17(iii))

Publicada:

- con informe de búsqueda internacional (Art. 21(3))

(54) Title: PROCESSES FOR OBTAINING A POLYOL FROM PALM OIL, POLYOOLS OBTAINED FROM SAID PROCESSES, PRODUCTS DERIVED FROM SAID POLYOL AND METHOD FOR PREPARING SAME

(54) Título : PROCESOS PARA LA OBTENCIÓN DE UN POLIOL A PARTIR DE ACEITE DE PALMA, POLIOLES OBTENIDOS A PARTIR DE DICHOS PROCESOS, PRODUCTOS DERIVADOS DE DICHO POLIOL Y SU MÉTODO DE PREPARACIÓN

(57) Abstract: The present invention relates to a process for producing a polyol from palm oil and to rigid polyurethane foams prepared using said polyol derived from palm oil. On the one hand, the present invention provides a method for obtaining monomeric polyols obtained from palm oil, which have a hydroxyl number between 50 and 450 mg KOH/g of sample. The polyols of the present application can be obtained by a procedure based on the following four mother routes: route 1: maleinisation of the fatty acids from the palm oil; route 2: glycerolysis of the palm oil; route 3: transesterification of the palm oil; and route 4: epoxidation of the unsaturated carbon-carbon bonds of the palm oil. In addition, other embodiments of the invention make it possible to obtain polyols from the combination of said mother routes. According to another aspect of the invention, polyurethanes are prepared using the polyols obtained via any of the four routes or via a combination thereof. In one embodiment of the invention, the polyurethanes are produced by reacting a mixture of a polyol obtained in accordance with the present invention, a commercially available polyol, a surfactant, a catalyst and an isocyanate. The polyurethanes can be high-density rigid polyurethane foams.

(57) Resumen: La presente invención se relaciona con el proceso para, la producción de un poliol a partir de aceite de palma y con espumas de poliuretano rígido preparadas a partir de dicho poliol derivado de aceite de palma. De un lado, la presente invención proporciona un método para la obtención de polioles monoméricos obtenidos a partir de aceite de palma y que tienen número de hidroxilo entre 50 y 450 mgKOH/g muestra. Los polioles de la presente solicitud pueden ser obtenidos por medio de un procedimiento basado en las siguientes cuatro rutas madre: Ruta 1: maleinización de los ácidos grasos del aceite de palma; Ruta 2: glicerólisis del aceite de palma; Ruta 3: transesterificación del aceite de palma y Ruta 4: epoxidación de los enlaces insaturados carbono-carbono del aceite de palma. Adicionalmente, otras modalidades de la invención permiten la obtención de polioles a partir de la combinación de estas rutas madre. En otro aspecto de la invención se preparan poliuretanos a partir de los polioles obtenidos mediante alguna de las cuatro rutas o mediante la combinación de las mismas. En una modalidad

[Continúa en la página siguiente]



de la invención los poliuretanos se producen mediante la reacción de una mezcla de un poliol obtenido mediante la presente invención, un poliol comercial, un tensoactivo, un catalizador y un isocianato. Los poliuretanos pueden ser espumas de poliuretano rígido de alta densidad.

**PROCESOS PARA LA OBTENCIÓN DE UN POLIOL A PARTIR DE ACEITE
DE PALMA, POLIOLES OBTENIDOS A PARTIR DE DICHOS PROCESOS,
PRODUCTOS DERIVADOS DE DICHO POLIOL Y SU MÉTODO DE
PREPARACIÓN**

CAMPO DE LA INVENCIÓN

Los polímeros sintéticos fueron inventados hace aproximadamente 60 años y desde entonces se han obtenido numerosos progresos en el campo de sus aplicaciones. El poliuretano es un polímero que se obtiene mediante condensación de polioles combinados con poliisocianatos. Se subdivide en dos grandes grupos: termoestables y termoplásticos. Los poliuretanos termoestables más habituales son espumas muy utilizadas como aislantes térmicos y como espumas resilientes, pero también existen poliuretanos que son elastómeros, adhesivos y selladores de alto rendimiento, pinturas, fibras, sellantes para embalajes, juntas, preservativos, componentes de automóvil, en la industria de la construcción, del mueble y múltiples aplicaciones más.

Los polioles utilizados en la producción de poliuretanos son generalmente compuestos con peso molecular en el rango de 500 a 5000 g/mol. Dependiendo de la longitud de la cadena de estos dioles y glicoles, las propiedades de los poliuretanos cambian. Si el poliol tiene un peso molecular bajo, éste crea plásticos rígidos, y si tiene peso molecular alto, produce elastómeros flexibles. Los polioles son sustancias reactivas, usualmente líquidas, que contienen al menos dos grupos reactivos al isocianato ligados a una sola molécula. Ellos tienen un profundo efecto en las propiedades del poliuretano terminado. Las propiedades de los polímeros se asocian con las ligaciones isocianato, pero la estructura del poliol ejerce una acción directa en las propiedades de procesamiento y terminado del polímero.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

Los polioles empleados en la industria de la producción de poliuretanos son derivados generalmente del petróleo; sin embargo, existe actualmente la

tendencia de usar fuentes renovables, tal como aceites vegetales, para la producción de polioles basados en dichos aceites.

La producción de polioles a partir de aceites vegetales ha sido descrita en varios documentos del estado del arte:

La solicitud de patente Estadounidense US 20070232816 revela un proceso para la producción de un monómero de poliol el cual consiste en hacer reaccionar un ácido graso insaturado o sus triglicéridos correspondientes con un alcohol polihídrico en presencia de un catalizador y un emulsificante con el fin de preparar un monoglicérido. Dicho proceso comprende además una etapa de epoxidación de los ácidos grasos insaturados de dicho monoglicérido y una etapa de reacción de monoglicérido epoxiado con un alcohol polihídrico.

La publicación WO/2006/012344 provee métodos para la preparación de polioles insaturados a base de aceites vegetales modificados, así como también métodos para la producción de polioles oligoméricos a base de aceites vegetales modificados. Esta publicación muestra el método de elaboración de un poliol oligomérico a base de aceite vegetal modificado, en donde se hace reaccionar una mezcla que comprende un aceite vegetal epoxiado y un compuesto que permite la apertura del anillo para formar un poliol oligomérico a base de aceite vegetal modificado, donde el poliol oligomérico a base de aceite vegetal modificado comprende al menos un 20% de oligómeros y una viscosidad a 25°C menor a aproximadamente 8 Pa·s.

La publicación WO/2009/058367 al igual que la publicación WO/2009/058368 hace referencia a métodos para la obtención de un poliol poliéster a partir de aceites naturales. Dicho método comprende la etapa de hacer reaccionar los ácidos grasos monohidroxilados con un iniciador multifuncional reactivo a los esteres para formar el poliol poliéster. Este documento revela un proceso en donde se realiza una metanólisis de aceites (Girasol, Soya, Canola) seguida de un proceso de epoxidación.

La solicitud de patente Estadounidense US 6,433,121 revela un método para la producción de polioles basados en aceites naturales mediante el uso de un proceso de dos etapas consecutivas que involucra epoxidación e hidroxilación; en este documento se menciona de manera general que el aceite de palma puede ser usado; sin embargo, sin ser limitante, la modalidad preferente de la invención corresponde al uso de aceite de soya.

La publicación WO/2009/058368 revela métodos para la obtención de un poliol poliéster a partir de aceites naturales. Dicho método comprende una etapa de reacción de los ácidos grasos hidroxilados con un iniciador multifuncional reactivo a los esteres para formar el poliol poliéster. El proceso revelado en dicho documento realiza una metanólisis de aceites (Girasol, Soya, Canola) seguida de un proceso de epoxidación. Adicionalmente, se menciona en el documento de manera general, que el aceite de palma podría ser empleado en el proceso.

En la investigación publicada en el artículo G. Ruiz Avilés “*Obtención y caracterización de un polímero biodegradable a partir de almidón de yuca*” Ingeniería y Ciencia, Medellín, 2006, se obtiene un polímero biodegradable a partir del almidón de yuca al procesar mezclas de almidón modificado con glicerina y agua como plastificantes, utilizando un molino abierto y una extrusora de mono husillo. Las variables a controlar durante la extrusión son: perfil de temperatura, torque y velocidad de rotación del husillo. El polímero obtenido tiene aplicaciones en empaques para alimentos y bolsas para basura.

Por otra parte, el artículo H. Yeganeh, P. et al. “*Preparation and properties of novel biodegradable polyurethane networks based on castor oil and poly(ethylene glycol)*”, Polymer Degradation and Stability 92, Iran, 2007, revela un método de preparación de poliuretano con polioles obtenidos a partir de aceite de ricino y mezclas con polietilenglicol que fueron sintetizados mediante la reacción del prepolímero con 1,6 hexametilendiisocianato. El polímero obtenido tiene una tasa de biodegradabilidad compatible para ser usado en aplicaciones biomédicas.

El artículo S. Ahmad, Md, et al. "Urethane modified boron filled polyesteramide: a novel anti-microbial polymer from a sustainable resource" European Polymer Journal, 2004 describe un procedimiento para la obtención de un polímero antimicrobiano a partir de aceite de soya; el polímero está compuesto de poliesteremida relleno con boro que se polimeriza para formar un uretano poliesteramida. Al material obtenido se le evaluó la actividad antimicrobiana y anti fúngica, comprobando que las diferentes composiciones cumplen con la inhibición del crecimiento microbiano.

Otro artículo V. Sharma, et al. "Addition polymers from natural oils: A review" Prog. Polym. Sci. 31, India, resume los aspectos teóricos de la producción de polímeros desde fuentes renovables, en especial de aceites vegetales, mostrando las diferencias en la estructura de cada aceite y su influencia en las propiedades del polímero. Plantea diversas alternativas de aceites naturales como soya, maíz, tung, semillas de lino, higuerilla y aceite de pescado para la producción de materiales poliméricos.

Por último, el artículo G. Gündüzb, et al. "Water-borne and air-drying oil-based resins", Progress in Organic Coatings 49, Turquía 2003, presenta un procedimiento para la preparación de poliuretano disperso en agua para aplicarse como barniz. La resina se produjo por la preparación de un monoglicérido maleinizado, TDI como isocianato, silicona y etilendiamina. Para este desarrollo se empleó aceite de girasol como fuente renovable para producir los monoglicéridos.

El aceite de palma es el segundo aceite vegetal más cosechado en el mundo seguido del aceite de soya, el 90 % del aceite que se produce se exporta desde Malasia e Indonesia. El aceite de palma se deriva de los frutos de racimos de la palma, es semisólido a temperatura ambiente por la combinación de triglicéridos de alto y bajo punto de fusión y de un color rojo - naranja debido a la alta cantidad de carotenos. Está compuesto principalmente por ácidos grasos, las cantidades típicas de estos ácidos son: 45% palmítico, 40% oleico, 10% linoléico y 5% esteárico. Gracias a su buena resistencia a la oxidación y al calentamiento a elevadas temperaturas, el aceite de palma es empleado en diversas industrias

por su buen desempeño y economía. En términos energéticos el aceite de palma requiere menos energía para la producción de una tonelada que otros aceites tales como el de soya y colza.

Inicialmente el aceite de palma producido sólo se usaba para consumo humano, pero en vista de la sobreproducción de aceite de palma en Malasia, Tailandia e Indonesia, se ha visto la necesidad de buscar usos alternos para el aceite en diversas áreas del conocimiento tales como medicina, agricultura, desarrollo de nuevos materiales, obras civiles, biocombustibles, entre otros.

La producción de polioles a partir de aceite de palma, específicamente polioles oligoméricos se ha descrito en la publicación WO/2007/123637 la cual revela polioles oligoméricos que son obtenidos a partir de aceite de palma y con composiciones que comprenden dichos polioles, así como un proceso para la obtención de un poliol oligomérico basado en aceite de palma modificado, que comprende proporcionar una composición epoxidada basada en aceite de palma para hacerla reaccionar con un compuesto que permite la apertura del anillo para formar un poliol oligomérico, en donde el poliol oligomérico a base de aceite de palma modificado comprende al menos un 40% en peso de oligómeros, tiene un número hidroxilo de alrededor de 65 mg KOH/g muestra o menos, un número promedio de funcionalidad hidroxilo de 2,5 o menos y una viscosidad a 25°C menor a aproximadamente 4 Pa·s.

Si bien el arte previo ha buscado soluciones al problema técnico, el cual es proveer métodos para la obtención de polioles "verdes", es decir, a partir de aceites vegetales entre los cuales se encuentra el aceite de palma, así como la obtención de espumas de poliuretano a partir de dichos polioles "verdes" con propiedades que permitan su aplicación en los diferentes usos mencionados anteriormente, ninguno de los documentos del arte previo hace referencia a un procedimiento de obtención de polioles derivados de aceite de palma usados para la preparación de poliuretano, en donde se combinan dos métodos de preparación otorgando una mayor funcionalidad a la estructura molecular final. Lo anterior permite mejorar las características del poliuretano obtenido a partir de

dicho poliol, confiriéndole propiedades como mayor funcionalidad y mayor entrecruzamiento.

Aunque en otras invenciones se han obtenido polioles a partir de aceites vegetales, los productos preparados a partir de dichos polioles resultan quebradizos debido a la concentración de grupos hidroxilo en sólo uno de los extremos de la cadena carbonada.

Adicionalmente y en relación a las condiciones de operación del método de glicerólisis, en la presente invención se logró disminuir la temperatura de reacción para la obtención del poliol con resultados favorables respecto a la disminución de costos energéticos.

La presente invención aporta un método sencillo en su realización, no costoso, y da como resultado final un producto de elevadas cualidades técnicas y funcionales que lo sitúa por encima de los que, de tipo convencional y dentro de la misma línea se encuentran en el arte previo con la ventaja de tener dentro de sus materias primas un poliol a partir de fuentes naturales renovables.

Por medio de la presente invención se obtienen polioles con pesos moleculares entre 314 y 3366 y con un número de hidroxilo entre 50 y 450 mgKOH/g muestra.

Las espumas rígidas resultantes se ensayaron respecto a la densidad (según ASTM C373-88) con resultados entre 0,284 y 0,658 g/cm³, módulo de Young (según ASTM D695-10) con resultados entre 8,94522 y 54,92330 MPa y esfuerzo máximo (según ASTM D695-10) con resultados entre 0,92037 y 8,29101 MPa.

Las espumas semirrígidas resultantes se ensayaron respecto a la densidad (según ASTM C373-88) con resultados entre 0,120 y 0,158 g/cm³, módulo de Young (según ASTM D695-10) con resultados entre 0,78727 y 1,54311 MPa y esfuerzo máximo (según ASTM D695-10) con resultados entre 0,07012 y 0,09753 MPa.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN

La presente invención se relaciona con el proceso para la producción de un poliol a partir de aceite de palma y con espumas de poliuretano rígido preparadas a partir de dicho poliol derivado de aceite de palma.

De un lado, la presente invención proporciona un método para la obtención de polioles monoméricos obtenidos a partir de aceite de palma y que tienen número de hidroxilo entre 50 y 450 mgKOH/g muestra.

Los polioles de la presente solicitud pueden ser obtenidos por medio de un procedimiento basado en las siguientes cuatro rutas madre:

- Ruta 1: maleinización de los ácidos grasos del aceite de palma
- Ruta 2: glicerólisis del aceite de palma
- Ruta 3: transesterificación del aceite de palma
- Ruta 4: epoxidación de los enlaces insaturados carbono-carbono del aceite de palma

Adicionalmente, otras modalidades de la invención permiten la obtención de polioles a partir de la combinación de estas rutas madre.

De manera particular, la ruta 1 parte de la alcoholisis del aceite de palma para obtener los ácidos grasos, los cuales se someten a un proceso de maleinización con el fin de introducir grupos carboxílicos y a partir de éstos extender la cadena con glicerina; y así obtener un poliol de aceite de palma.

En la ruta madre 2 de la presente invención se preparan los monoglicéridos del aceite de palma pero a diferencia de la ruta 1, no se realiza la maleinización, sino que se obtiene un poliol a partir de aceite de palma por medio del proceso de glicerólisis. La glicerólisis tiene lugar a temperaturas entre 170 y 280°C, obteniéndose velocidades de reacción más altas a mayor temperatura. Lo recomendado es no exceder en ningún caso los 260°C, proveer un buen sistema de agitación (350 a 420 rpm) y utilizar atmósfera inerte (nitrógeno, argón ó CO₂).

El proceso de glicerólisis se realiza usualmente en presencia de un solvente y un catalizador. La selección de un buen catalizador permite emplear temperaturas más bajas.

La reacción de glicerólisis se ha de llevar a cabo bajo la acción de un catalizador que puede ser homogéneo (ácido ó básico), o heterogéneo. Ejemplos de los catalizadores para obtener mono y di glicéridos incluyen acetato de plomo, el acetato de calcio, el óxido de plomo y el ricinoleato de litio, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido sulfónico, hidróxido de sodio.

Los acetatos de plomo y calcio, al igual que el ricinoleato de litio permiten la obtención de una excelente glicerólisis en el mínimo tiempo (40 a 50 minutos) y temperaturas relativamente moderadas (235 a 240°C) y lo que es más importante, empleando cantidades mínimas de catalizador.

La ruta madre 3 de la presente invención corresponde a la preparación de un poliol de aceite de palma modificado mediante la transesterificación con pentaeritriol, lo que resulta útil cuando se requiera un considerable aumento en las propiedades tensiles, dureza y resistencia al ataque químico, esto se debe a un mayor grado de entrecruzamiento ocasionado por el incremento en el contenido de grupos hidroxilo.

En la ruta madre 4 de la presente invención se produce un poliol a partir de aceite de palma por epoxidación del doble enlace, en donde inicialmente se realiza un proceso de metanólisis del aceite de palma para la obtención de los ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME), los cuales se someten a un proceso de epoxidación con peróxido de hidrógeno para generar el ácido perfórmico *in situ*.

En otro aspecto de la invención se preparan poliuretanos a partir de los polioles obtenidos mediante alguna de las cuatro rutas o mediante la combinación de las mismas. En una modalidad de la invención los poliuretanos se producen mediante la reacción de una mezcla de un poliol obtenido mediante la presente

invención, un poliol comercial, un tensoactivo, un catalizador y un isocianato. Los poliuretanos pueden ser espumas de poliuretano rígido de alta densidad.

Las características específicas, las ventajas y las características novedosas de la presente invención serán expuestas en la siguiente sección de la descripción, correspondiente a la descripción detallada de la invención.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La figura 1 muestra un esquema exemplificando la producción de un poliol a partir de aceite de palma mediante la Ruta 1.

La figura 2 muestra un esquema exemplificando la producción de un poliol a partir de aceite de palma mediante la Ruta 2.

La figura 3 muestra un esquema exemplificando la producción de un poliol a partir de aceite de palma mediante la Ruta 3.

La figura 4 muestra un esquema exemplificando la producción de un poliol a partir de aceite de palma mediante la Ruta 4.

La figura 5 muestra un esquema exemplificando la producción de un poliol a partir de aceite de palma mediante la combinación de la Ruta 4 y la Ruta 2.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

La presente invención se relaciona con un proceso para la producción de un poliol a partir de aceite de palma y con espumas de poliuretano rígido preparadas a partir del poliol derivado de aceite de palma mezclado con un poliol comercial.

Los procesos para la producción de los polioles basados en aceite de palma se describirán haciendo referencia a las Figuras 1 a 5.

La figura 1 describe de manera general la ruta 1. De manera específica, esta ruta comprende dos métodos diferentes, el primero comprende la maleinización del aceite de palma a partir del calentamiento de éste y la mezcla con anhídrido maléico. La mezcla es posteriormente llevada a reacción en presencia de condensador de reflujo y atmósfera inerte, la reacción se da allí durante un periodo determinado, obteniéndose el poliol.

El segundo método corresponde a la maleinización de los ácidos grasos, partiendo de una mezcla de aceite de palma con hidróxido de sodio y una solución etanol-agua. La mezcla obtenida es calentada y agitada. Posteriormente se adiciona una pequeña cantidad de ácido sulfúrico concentrado, evidenciándose la separación de la fase orgánica y la fase acuosa. Luego, se adiciona solución saturada de cloruro de sodio. Después de la completa separación de las fases, se elimina la fase acuosa. Por medio del calentamiento y la agitación de la fase orgánica se pueden obtener los ácidos grasos los cuales son mezclados con glicerol previamente bloqueado mediante una reacción con MEK (metil etil cetona), llevada a cabo con ácido toluen sulfónico como catalizador y tolueno como solvente. Los grasos ácidos reaccionan entonces con el glicerol bloqueado en presencia de un catalizador, ácido toluen sulfónico y calor. El producto de esta reacción es evaporado para obtener monoglicérido bloqueado, el cual posteriormente reacciona bajo atmósfera de nitrógeno con anhídrido maléico. Al producto de esta reacción se le adiciona ácido sulfúrico. La fase orgánica obtenida es lavada y sometida a evaporación para obtener finalmente el poliol.

Ahora bien, la figura 2 resume la ruta 2, la cual corresponde a la producción de poliol a partir de aceite de palma mediante glicerólisis. Esta ruta comprende la reacción entre el aceite de palma con glicerol, terbutanol como solvente e hidróxido de sodio como catalizador, en presencia de calor. El producto de esta reacción es neutralizado con ácido clorhídrico y sometido a evaporación para la eliminación del solvente. La fase obtenida es separada mediante la adición de n-hexano, permitiendo descartar la glicerina residual del poliol finalmente obtenido.

La figura 3 resume la ruta 3, relacionada con la producción de poliol a partir de aceite de palma modificado mediante transesterificación con pentaeritritol. Esta ruta comprende la reacción entre aceite de palma, pentaeritritol y óxido de plomo, en presencia de calor, con agitación continua y en atmósfera inerte de nitrógeno. El producto de reacción es tratado con n-hexano, permitiendo la formación de dos fases: se descarta entonces el precipitado que contiene glicerol y la otra fase es sometida a evaporación para obtener el poliol.

De otro lado, la ruta 4 es resumida en la figura 4 y constituye un proceso de epoxidación de los metilésteres de ácidos grasos (FAME, por sus siglas en inglés), los cuales son previamente obtenidos mediante metanolisis del aceite de palma. Dicha metanolisis comprende la reacción entre el aceite de palma y el metanol en presencia de hidróxido de sodio. Posteriormente se descarta la fase glicerina y se lava la fase de interés con ácido fosfórico, descartando los sólidos formados y neutralizando. El producto (FAME) se somete a evaporación para eliminar el metanol en exceso.

De esta manera, los FAME son llevados a reacción con ácido fórmico en presencia de peróxido de hidrógeno. La reacción se evidencia con el cambio del color de naranja a amarillo claro. Posteriormente, el producto es lavado con agua, bicarbonato de sodio y cloruro de sodio, neutralizando la solución, que es sometida a evaporación para eliminar la humedad y permitiendo la obtención del poliol.

La figura 5 describe otras modalidades de la invención, las cuales corresponden a la combinación de las rutas 2 y 4 y se indican con mayor detalle a continuación.

Una de estas modalidades permite la obtención de poliol a partir de la fase oleína de aceite de palma crudo, empleando óxido de plomo como catalizador. El método se da entonces mediante la epoxidación de la fase oleína del aceite de palma crudo con ácido fórmico, en presencia de calor. Posteriormente se adiciona peróxido de hidrógeno y se agita. La reacción se evidencia con el cambio de color de naranja a amarillo claro. El producto de reacción es lavado

con agua, bicarbonato de sodio y cloruro de sodio, descartándose la fase acuosa y sometiendo la fase orgánica a glicerólisis (reacción con glicerina) empleando óxido de plomo como catalizador, obteniéndose así el poliol.

Otra modalidad de la invención corresponde a la obtención del poliol a partir de la fase oleína de aceite de palma crudo, empleando NaOH como catalizador. Esta modalidad comprende los mismos pasos mencionados para la modalidad anterior, con la diferencia de que la glicerólisis de la fase orgánica se da en presencia de hidróxido de sodio, con una posterior neutralización del catalizador en exceso con ácido fosfórico.

Aún otra modalidad de la invención permite obtener poliol a partir de la fase oleína del refinado blanqueado y desodorizado del aceite de palma (RBD). Para este propósito se emplean los mismos pasos que para las modalidades anteriores, empleando la materia prima mencionada e hidróxido de sodio como catalizador en la glicerólisis.

La última modalidad corresponde a la obtención de poliol a partir de la fase oleína del refinado blanqueado y desodorizado del aceite de palma (RBD) pero empleando óxido de plomo como catalizador. De la misma manera, se emplean los pasos ya mencionados, con la excepción de que se emplea como materia prima el la fase oleína del RBD y óxido de plomo como catalizador en la glicerólisis.

Las rutas y modalidades descritas, permiten entonces obtener las espumas de poliuretano mediante la reacción de los polioles producidos con metilen difenil diisocianato (MDI).

Para dicho propósito se mezcla el poliol obtenido con un poliol de cadena corta (dietilenglicol, 1,6 butanodiol), un catalizador (dibutyltin dilaurate, octoato de estaño, catalizadores de aminas terciarias, agua, un surfactante (a base de silicona u organosiloxanos) y metilen difenil diisocianato (MDI). La reacción da lugar a la formación de espuma de poliuretano rígida.

Dependiendo del número de hidroxilo obtenido para el poliol pueden obtenerse espumas de poliuretano flexibles, semirrígidas y rígidas, tal como se indica a continuación:

No. Hidroxilo	50	100	150	200	250	300	350	400
Tipo de espuma		Flexibles		Semirrígidas		Rígidas		

Dentro de las aplicaciones que tienen estos tipos de espuma se pueden mencionar los siguientes:

Poliuretano	Aplicación
Rígido	Piezas moldeadas, Zuelas para calzado
Semirrígido	Aislamiento térmico, aislamiento acústico, impermeabilizante, espumas florales, sillas que se adaptan al usuario (principalmente para personas discapacitadas)
Flexible	Espuma para brasier, colchones

EJEMPLOS

Los siguientes ejemplos se presentan con el ánimo de ilustrar la invención y en ningún momento constituyen una limitación, como quiera que la persona medianamente versada en la materia pueda reconocer las posibles variaciones.

EJEMPLO 1 – Obtención de poliol empleando el primer método de la ruta 1

Se tomaron 300 gramos de aceite de palma y se llevaron al balón de reacción de 250 ml. De otro lado se pesaron 65,7 gramos de anhídrido maléico y se adicionaron al balón de reacción. Se calienta a 180°C. Posteriormente se adaptó el condensador de reflujo y se ubicó el balón de reacción en una plancha de calentamiento con agitación magnética a 1300 rpm, dejando que la reacción se

diera durante 3 horas, bajo atmósfera de nitrógeno. El producto de ésta reacción es el aceite maleinizado que fue enfriado hasta los 100°C y se adicionó una cantidad de 30,85 g de glicerol. Se dejó reaccionar haciendo seguimiento al índice de acidez cada 30 minutos hasta un valor de 90 mg KOH/g muestra, obteniéndose así el poliol.

EJEMPLO 2 – Obtención de poliol empleando el segundo método de la ruta 1

En un vaso de precipitación de 1000 ml se colocaron 150 gramos de aceite de palma. Posteriormente se adicionaron 33,5 g de NaOH y 100 ml de una solución de etanol-agua 1:1. La reacción se llevó a cabo a una temperatura de 80°C durante 30 minutos. La solución se agitó manualmente de manera ligera. Luego, se adicionó gotas de ácido sulfúrico concentrado. Se evidencia entonces la separación de la fase orgánica y la fase acuosa. Para completar la solución, se adicionó 100 ml de solución saturada de cloruro de sodio. Se dejó en reposo mientras se separaron las fases. Posteriormente se descartó la fase acuosa y se transfirió el resto a un embudo de separación, lavando con agua caliente. Se midió el pH del agua descartada del lavado, para verificar que era neutro. De otro lado, se transfirió la fase orgánica a un erlenmeyer de desprendimiento lateral, se incrementó la temperatura a 80°C y se agitó continuamente; este procedimiento se realizó al vacío. Se obtuvo como producto los ácidos grasos.

A parte, se pesaron 70,83 gramos de glicerol, se colocaron en un balón de reacción de 500 ml. Luego, se adicionó 62,90 gramos de MEK (metil etil cetona) junto con 1,8 gramos de ácido toluen sulfónico y 70 ml de tolueno. La reacción se lleva a cabo a 90°C durante 2 horas. De esta manera se obtiene glicerol bloqueado.

A 40 gramos de los ácidos grasos obtenidos anteriormente se adicionó 19,5 gramos del glicerol bloqueado en un reactor de 500 ml. Consecutivamente se adicionó 1,8 gramos de ácido toluen sulfónico y la solución restante se sometió a calentamiento de 90°C con agitación magnética de 1200 rpm, dejando que la reacción se diera durante tres horas y media. Seguidamente se traslada el

producto de reacción a un embudo de separación, realizándose además lavados con agua caliente, midiendo el pH del agua saliente de lavado hasta que se torna neutro. El producto de este lavado es consecutivamente sometido a rotoevaporación durante 3 horas a una temperatura de 90°C y condiciones de vacío. De este modo de obtiene el monoglicérido bloqueado. Después se toman 25 gramos del monoglicérido bloqueado y se colocan en un balón de reacción de 500 ml. Posteriormente se adicionó 9,2 gramos de anhídrido maléico y se llevó a cabo la reacción a 200°C con agitación magnética durante 3 horas, bajo atmósfera de nitrógeno. El producto se dejó enfriar hasta los 100°C sin detener la agitación. Inmediatamente se adicionó lentamente 4 gotas de ácido sulfúrico concentrado disuelto en 3 ml de agua destilada y se deja en reacción 1 hora más. Luego se realizó un lavado con agua caliente y se dejó decantando durante toda la noche.

Al siguiente día se descartó la fase acuosa y la fase orgánica fue rotoevaporada a 80°C durante una hora y media, obteniéndose el poliol.

EJEMPLO 3 – Obtención de poliol empleando la ruta 2

En un balón de reacción de 500 ml, acoplado con un condensador de reflujo, plancha de calentamiento y agitación magnética se adicionó 64,5 gramos de aceite de palma, 40 gramos de glicerol, 20 ml de terbutanol y 4,5 gramos de hidróxido de sodio. Las condiciones de operación fueron, temperatura: 90°C, tiempo: 2 horas y agitación: 1300 rpm.

Transcurrido el tiempo de reacción se enfrió la mezcla a temperatura ambiente y se neutralizó el catalizador con una solución de HCl al 10%, verificando el pH con papel indicador. Seguidamente, se eliminó la glicerina y el solvente residual y se rotoevaporó el producto de interés para asegurar la eliminación completa del solvente en la solución. La temperatura de rotoevaporación fue 90°C y se llevó a cabo durante 3 horas.

Finalmente se separaron las fases en un embudo de separación, en donde de adicionó 60 ml de n-hexano, agitando vigorosamente y liberando la presión

constantemente. Se dejó en reposo y se descartó la fase del fondo, la cual contenía glicerina residual. Se obtuvo un poliol con valor de número de hidroxilo de 523,23 mg KOH/g muestra.

EJEMPLO 4 – Obtención de poliol empleando la ruta 3

En un balón de reacción de 500 ml se pesaron 40,0 gramos de aceite de palma, 4,32 gramos de pentaeritritol y 0,02 gramos de óxido de plomo. Posteriormente, se llevó el balón a una plancha de calentamiento en donde la mezcla de mantuvo en reacción a una temperatura de 200°C, con agitación continua, atmósfera inerte de nitrógeno y condensador de reflujo de agua, durante 2 horas. Luego se dejó enfriar y se adicionó 40 ml de n-hexano en un embudo de separación, agitando y liberando la presión. Se dejó separar las fases para ulteriormente descartar el precipitado y el glicerol. La otra fase se sometió a rotovaporación a 70°C con agitación constante durante 3 horas, obteniéndose el poliol, con un valor de número de hidroxilo de 11,86 mg KOH/g muestra.

EJEMPLO 5 – Obtención de poliol empleando la ruta 4

Inicialmente se realizó la metanólisis del aceite de palma, en un balón de reacción de 500 ml, tomando 500 gramos de aceite de palma, junto con 160,8 g de metanol y 9 gramos de hidróxido de sodio. La mezcla se llevó a una temperatura de 70°C con agitación de 1000 rpm durante 1 hora y media.

Tras el tiempo de reacción, se llevó el producto a un embudo de separación para descartar la fase glicerina que estaba en el fondo. Consecutivamente se lavó la fase de interés con 100 ml de ácido fosfórico 0,015N a 60°C, se descartaron los sólidos formados y se repitieron los lavados con agua a 60°C hasta que el pH se neutralizó. La fase de interés es sometida a rotovaporación durante 3 horas a una temperatura de 80°C, para eliminar el metanol en exceso. El producto obtenido corresponde a los metilésteres de ácidos grasos (FAME por sus siglas en inglés).

Aparte, se adicionó en un balón de reacción de 1000 ml, 190 gramos de FAME y 7,71 gramos de ácido fórmico. La mezcla se llevó a calentamiento de 40°C y agitación de 800 rpm. Seguidamente se adicionó 20,85 gramos de peróxido de hidrógeno, gota a gota durante 1 hora. Después de la adición del peróxido de hidrógeno, la reacción continuó durante 11 horas a condiciones constantes de temperatura y agitación. La evidencia de la reacción es el cambio de color naranja a amarillo claro. Inmediatamente se realizaron lavados con agua caliente hasta que el pH aumentó a 5. Luego se realizó un lavado con 100 ml de solución de bicarbonato de sodio al 5% y con cloruro de sodio al 5%. Se finalizó con lavados de agua caliente hasta neutralizar por completo.

La mezcla resultante fue rotoevaporada durante 4 horas a 90°C para eliminar la humedad. Se obtuvo el poliol.

EJEMPLO 6 – Obtención de poliol empleando las rutas 2 y 4 (epoxidación y glicerólisis) a partir de la fase oleína de aceite de palma crudo y empleando óxido de plomo como catalizador

Se tomó 200 gramos de la fase oleína del aceite de palma crudo y 9,97 gramos de ácido fórmico en un balón de reacción de 500 ml, acoplado con condensador de reflujo, plancha de calentamiento para lograr una temperatura de 50°C y agitación magnética a 800 rpm, se inició la reacción y se adicionó gota a gota, 22,11 gramos de peróxido de hidrógeno con agitación constante durante 90 minutos. Se dejó continuar la reacción durante 2 horas más. La reacción de formación del aceite epoxidado se evidencia por un cambio de color de naranja a amarillo claro.

Seguidamente, se realizaron lavados con agua caliente hasta un pH cercano a 5. Se lavó con una solución de bicarbonato de sodio al 5% y con una solución de cloruro de sodio al 5%. Se descartó la fase acuosa mediante un embudo de separación y se transfirió la fase orgánica a un erlenmeyer con desprendimiento lateral, secando al vacío durante 3 horas a 80°C. Consecutivamente se llevó a cabo la glicerólisis con 100 gramos del aceite epoxidado, 25,72 gramos de glicerina y 0,03 gramos de PbO en un balón de reacción de 500 ml acoplado con

condensador de reflujo, a temperatura de 215°C y agitación de 1300 rpm durante 45 minutos. Se caracterizó el poliol obtenido, obteniendo números de hidroxilo entre 60 y 110 mg KOH/g muestra.

EJEMPLO 7 – Obtención de poliol empleando las rutas 2 y 4 (epoxidación y glicerólisis) a partir de la fase oleína de aceite de palma crudo y empleando hidróxido de sodio como catalizador

Se tomó 200 gramos de la fase oleína del aceite de palma crudo y 9,97 gramos de ácido fórmico en un balón de reacción de 500 ml, acoplado con condensador de reflujo, plancha de calentamiento para lograr una temperatura de 50°C y agitación magnética a 800 rpm. Se inició la reacción y se adicionó gota a gota, 22,11 gramos de peróxido de hidrógeno con agitación constante durante 90 minutos. Se dejó continuar la reacción durante 2 horas más. La reacción de formación del aceite epoxidado se evidencia por un cambio de color de naranja a amarillo claro.

Seguidamente, se realizaron lavados con agua caliente hasta un pH cercano a 5. Se lavó con una solución de bicarbonato de sodio al 5% y con una solución de cloruro de sodio al 5%. Se descartó la fase acuosa mediante un embudo de separación y se transfirió la fase orgánica a un erlenmeyer con desprendimiento lateral, secando al vacío durante 3 horas a 80°C. Consecutivamente se llevó a cabo la glicerólisis con 100 gramos del aceite epoxidado, 25,72 gramos de glicerina y 1 gramo de NaOH en un balón de reacción de 500 ml acoplado con condensador de reflujo, a temperatura de 180°C y agitación de 1300 rpm durante 45 minutos.

El catalizador se neutralizó con gotas de ácido fosfórico, evitando así la formación de jabones. Finalmente, se caracterizó el poliol obtenido. Se obtuvieron números de hidroxilo entre 400 y 440 mg KOH/g muestra.

EJEMPLO 8 – Obtención de poliol empleando las rutas 2 y 4 (epoxidación y glicerólisis) a partir de la fase oleína del refinado blanqueado desodorizado de aceite de palma crudo y empleando hidróxido de sodio como catalizador

Se tomó 200 gramos de la fase oleína del aceite de palma crudo y 9,97 gramos de ácido fórmico en un balón de reacción de 500 ml, acoplado con condensador de reflujo, plancha de calentamiento para lograr una temperatura de 50°C y agitación magnética a 800 rpm, se inició la reacción y se adicionó gota a gota, 22,11 gramos de peróxido de hidrógeno con agitación constante durante 90 minutos. Se dejó continuar la reacción durante 2 horas más. La reacción de formación del aceite epoxidado se evidencia por un cambio de color de naranja a amarillo claro.

Seguidamente, se realizaron lavados con agua caliente hasta un pH cercano a 5. Se lavó con una solución de bicarbonato de sodio al 5% y con una solución de cloruro de sodio al 5%. Se descartó la fase acuosa mediante un embudo de separación y se transfirió la fase orgánica a un erlenmeyer con desprendimiento lateral, secando al vacío durante 3 horas a 80°C. Consecutivamente se llevó a cabo la glicerólisis con 100 gramos del aceite epoxidado, 25,72 gramos de glicerina y 1 gramo de NaOH en un balón de reacción de 500 ml acoplado con condensador de reflujo, a temperatura de 180°C y agitación de 1300 rpm durante 45 minutos.

El catalizador se neutralizó con gotas de ácido fosfórico, evitando así la formación de jabones. Finalmente, se caracterizó el poliol obtenido. Se obtuvieron números de hidroxilo entre 370 y 420 mg KOH/g muestra.

EJEMPLO 9 – Obtención de poliol empleando las rutas 2 y 4 (epoxidación y glicerólisis) a partir de la fase oleína del refinado blanqueado desodorizado de aceite de palma crudo y empleando óxido de plomo como catalizador

Se tomó 200 gramos de la fase oleína del aceite de palma crudo y 9,97 gramos de ácido fórmico en un balón de reacción de 500 ml, acoplado con condensador de reflujo, plancha de calentamiento para lograr una temperatura de 50°C y agitación magnética a 800 rpm, se inició la reacción y se adicionó gota a gota, 22,11 gramos de peróxido de hidrógeno con agitación constante durante 90 minutos. Se dejó continuar la reacción durante 2 horas más. La reacción de

formación del aceite epoxidado se evidencia por un cambio de color de naranja a amarillo claro.

Seguidamente, se realizaron lavados con agua caliente hasta un pH cercano a 5. Se lavó con una solución de bicarbonato de sodio al 5% y con una solución de cloruro de sodio al 5%. Se descartó la fase acuosa mediante un embudo de separación y se transfirió la fase orgánica a un erlenmeyer con desprendimiento lateral, secando al vacío durante 3 horas a 80°C. Consecutivamente se llevó a cabo la glicerólisis con 100 gramos del aceite epoxidado, 25,72 gramos de glicerina y 0.03 gramos de PbO en un balón de reacción de 500 ml acoplado con condensador de reflujo, a temperatura de 180°C y agitación de 1300 rpm durante 45 minutos.

Finalmente, se caracterizó el poliol obtenido. Se obtuvieron números de hidroxilo entre 80 y 90 mg KOH/g muestra.

EJEMPLO 10 – Preparación de un barniz de poliuretano a partir de poliol obtenido con la ruta 1 por el primer método

Se procede a la formación del pre-polímero tomando 30 g de poliol, 76,92 g de surfactante y 20 ml de MEK (metil etil cetona) en un balón de reacción de 250 ml a 50°C durante 30 minutos. Seguidamente, el pre-polímero se transfiere a un vaso de precipitado de 1000 ml y se adicionan 14,88 gramos de TDI (Toluen diisocianato) y se agita mecánicamente durante 3 horas manteniendo la temperatura a 70°C. Luego de completarse la reacción se enfriá el pre-polímero hasta 50°C y se adicionan 4,96 gramos de MEKO (metil etil ketoxima) para hacer el bloqueo de los grupos NCO libres. Esta reacción tiene lugar durante 2 horas. Finalmente se adicionan 2,88 gramos de TEA (etriaminopropano) durante 30 minutos con agitación vigorosa manteniendo la temperatura a 50°C. Luego se adiciona gota a gota una cantidad de 50% peso/peso de agua hasta formar una emulsión.

EJEMPLO 11 – Preparación de un barniz de poliuretano a partir de poliol obtenido con la ruta 1 por el segundo método

Se procede a la formación del pre-polímero adicionando 12 g de poliol, 50 g de surfactante y 10 ml de MEK en un balón de reacción de 250 ml, a una temperatura de 50°C durante un período de 30 minutos. Seguidamente, el pre-polímero se transfiere a un vaso de precipitado de 1000 ml y se adicionan 12,52 gramos de TDI y se agita mecánicamente durante 3 horas manteniendo la temperatura a 70°C. Luego de completarse la reacción se enfria el pre-polímero hasta 50°C y se adicionan 5 gramos de MEKO (metil etil ketoxima) para hacer el bloqueo de los grupos NCO libres. Esta reacción tiene lugar durante 2 horas. Finalmente se adicionan 2,2 gramos de TEA durante 30 minutos con agitación vigorosa manteniendo la temperatura a 50°C. Luego se adiciona gota a gota una cantidad de 50% peso/peso de agua hasta formar una emulsión.

EJEMPLO 12 – Preparación de una espuma de poliuretano a partir de poliol obtenido con la ruta 2

Se toman 13 g de poliol de palma y se realiza una mezcla 50:50 con dietilenglicol, se coloca en una plancha de calentamiento con agitación magnética a 800 rpm, luego se adicionan 0,04 g de surfactante, 0,02 g de DBTL (dibutiltin dilaurate) como catalizador y 0,2 g de agua. Finalmente se adiciona 3,8 g de TDI (toluen diisocianato) y se agita rápidamente de forma manual. Esta reacción es altamente exotérmica.

EJEMPLO 13 – Preparación de una espuma de poliuretano a partir de poliol obtenido con la ruta 3

Se toman 10 g de poliol de palma y se realiza una mezcla 50:50 con dietilenglicol, se coloca en una plancha de calentamiento con agitación magnética a 800 rpm, luego se adicionan 0,27 g de surfactante, 0,19 g de DBTL (dibutiltin dilaurate) como catalizador y 2,69 g de agua. Finalmente se adicionan 13,2 g de TDI (toluen diisocianato) y se agita rápidamente de forma manual. Esta reacción es altamente exotérmica.

EJEMPLO 14 – Preparación de una espuma de poliuretano a partir de poliol obtenido con la ruta 4

Se pesaron 10 g de poliol de palma y 10 g de DEG (dietilenglicol), luego se añadieron 0,19 g de catalizador DBTL (dibutiltin dilaurate), seguidos por 2,69 g de agua y 0,27 g de surfactante, esta premezcla se agitó a temperatura ambiente por unos minutos y luego se adicionaron 13,24 g de MDI. Esta reacción es altamente exotérmica.

EJEMPLO 15 – Preparación de una espuma de poliuretano a partir de poliol obtenido con el ejemplo 6

Se toman 9 gramos de poliol y 1 gramo de 1,6 butanodiol, se realiza una premezcla sometida a calentamiento en caso de que el poliol se encuentre en estado sólido. Luego se adiciona 0,15 gramos de silicona 193C y 0,03 gramos de DBTL (dibutiltin dilaurate), se mezcla para lograr homogeneidad y finalmente se adicionan 1,98 gramos de TDI (toluen diisocianato) y se agita vigorosamente. La reacción es altamente exotérmica.

EJEMPLO 16 – Preparación de poliuretano rígido a partir de poliol obtenido con el ejemplo 7

Se toman 9 gramos del poliol y 1 gramo de DEG (dietilenglicol). Se calienta la mezcla, la cual se encuentra sólida. Se adicionan 0,15 gramos de silicona 193C y 0,03 gramos de DBTL (dibutiltin dilaurate), se mezcla para lograr homogeneidad y finalmente se adicionan 10,5 gramos de MDI polimérico (metilen diisocianato) y se agita vigorosamente. La reacción es altamente exotérmica.

EJEMPLO 17 – Preparación de poliuretano rígido a partir de poliol obtenido con el ejemplo 8

Se toman 9 gramos del poliol y 1 gramo de DEG (dietilenglicol). Se calienta la mezcla, la cual se encuentra sólida. Se adicionan 0,15 gramos de silicona 193C y 0,03 gramos de DBTL (dibutiltin Dilaurate), se mezcla para lograr homogeneidad y finalmente se adicionan 10,5 gramos de MDI polimérico

(metilen diisocianato) y se agita vigorosamente. La reacción es altamente exotérmica.

EJEMPLO 18 – Preparación de poliuretano flexible a partir de poliol obtenido con el ejemplo 9

Se toman 8,5 gramos del poliol y 1,5 gramos de 1,6 butanodiol. Se calienta esta mezcla, la cual se encuentra sólida. Se adicionan 0,15 gramos de silicona 193C, 0,1 gramos de agua y 0,03 gramos de DBTL (dibutiltin dilaurate), se mezcla para lograr homogeneidad y finalmente se adicionan 4,28 gramos de TDI polimérico (toluen diisocianato) y se agita vigorosamente. La reacción es altamente exotérmica.

Una caracterización de los polioles y de los productos obtenidos a partir de éstos, en vista de los anteriores ejemplos ha arrojado los siguientes rangos de propiedades:

Polioles con pesos moleculares entre 314 y 3366 y con un número de hidroxilo entre 50 y 450 mgKOH/g muestra.

Las espumas rígidas resultantes se ensayaron respecto a la densidad (según ASTM C373-88) con resultados entre 0,284 y 0,658 g/cm³, módulo de Young (según ASTM D695-10) con resultados entre 8,94522 y 54,92330 MPa y esfuerzo máximo (según ASTM D695-10) con resultados entre 0,92037 y 8,29101 MPa.

Las espumas semirrígidas resultantes se ensayaron respecto a la densidad (según ASTM C373-88) con resultados entre 0,120 y 0,158 g/cm³, módulo de Young (según ASTM D695-10) con resultados entre 0,78727 y 1,54311 MPa y esfuerzo máximo (según ASTM D695-10) con resultados entre 0,07012 y 0,09753 MPa.

EJEMPLO 19 – Corridas experimentales adicionales

Inicialmente se parte de las 4 rutas madre (Ruta 1-4, teniendo en cuenta que la ruta 1 comprende Método I y II). A partir de estas rutas se derivan otras rutas en el orden que se encuentra a continuación:

Ruta Madre	Ruta Derivada
1	1
	5
	9
	13
	17
	21
	25
2	2
	6
	10
	14
	18
	22
	26
3	3
	7
	11
	15
	19
	23
	27
4	4
	8
	12
	16
	20
	24
	28

En la siguiente tabla se resumen las diferentes corridas experimentales definidas por los siguientes parámetros:

- Número de ruta
- Preparación del poliol: reactivos
condiciones de operación
resultados de caracterización

- Preparación del poliuretano:
 - reactivos
 - condiciones de operación
 - características del producto
 - resultados de caracterización

La abreviación "N.A" indica que no se llevó a cabo el procedimiento señalado, por cuanto no resultó de interés para los inventores.

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
1 - Método 1	1	Aceite de palma			Prepolímero (poliol), Meko, tea, Hdi.	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 ° C. Bloqueo con MEKO: T=50 ° C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50 ° C, t=30 min, agitación constante. Su apariencia es la de una dispersión (se observan burbujas).	El barniz se separa en dos fases. Se observa silicona en el intermedio del barniz, parece que está en exceso. Color café oscuro inicialmente, pero finalmente se toma de color café claro. Apariencia opaca.	
		Anhídrido maleico.	Maleinización: T= 180 ° C, atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	0,23 mgKOH/g muestra				
1 - Método 2	1	Aceite de palma	1. ácidos grasos: T= 80 ° C, t=30 min. 2. Rotoevaporación: T=80°C, 800rpm, condiciones de vacío. 3. Bloqueo con MEK: T= 90 ° C, t= 2h. 4. Monoglicerido Bloqueado: T=90 ° C, t=3,5 h, 200 rpm.	Prepolímero (poliol) HDI	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 ° C. Bloqueo con MEKO: T=50 ° C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50 ° C, t=30 min, agitación constante.	Color café claro, presenta separación de fases cuando se deja en reposo. Apariencia opaca.		
		Anhídrido maleico.	5. Rotoevaporación: T=80°C, 800rpm, condiciones de vacío. 6. Maleinización: T= 200 ° C, atmósfera de Nitrógeno, t= 3h. Rotoevaporación: T=80°C, 800rpm, condiciones de vacío, t= 1,5 h.	MEKO				
	2	Glicerina (99,5% pureza)		TEA				
		Hidróxido de sodio						
	3	Cloruro de Sodio						
		Ácido sulfúrico (99,5% pureza)						
	4	Metyl éstil cetona (MEK)						
		Ácido toluen sulfónico.						
	5	Toluero						
		Anhídrido maleico.						
	6	Toluuen diisocianato (TDI)						

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
1 - Método 1	1	Metil étil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza). Etanol.						
1 - Método 1	2	Aceite de palma Anhídrido maleico.	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h		Prepolímero (poliol), Meko, tea, TDI	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 ° C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50 °C, t=30 min, agitación constante.	Es una mezcla viscosa en la cual se separa totalmente la silicona. Color café oscuro. Contiene gran cantidad de gránulos. Recién preparado es mucho más separado, con el tiempo mejora la homogeneidad de la mezcla.	
1 - Método 1	3	Aceite de palma Anhídrido maleico.	Maleinización: T= 200 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	1,32 mgKOH/g muestra	N.A.	N.A.	N.A.	
1 - Método 2	1	Aceite de palma Anhídrido maleico. Glicerina (99,5% pureza)	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	1,43 mgKOH/g muestra	N.A.	N.A.	N.A.	
1 - Método 2		Hidróxido de sodio. Cloruro de Sodio Ácido sulfúrico (99,5% pureza)		2,41 mgKOH/g muestra	Prepolímero (poliol) TDI Meko, TEA	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 ° C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50 °C, t=30 min, agitación constante.	Barniz de consistencia homogénea. Color Beige. Viscosidad media. Color fuerte.	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
1 - Método 2	2	Metil éstil cетона (MEK) Acido toluen sulfónico. Tolueno Anhídrido maleico. Toluен diisocianato (TDI) Metil étil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza). Etanol.	Maleinización: T= 180 °C; atmosfera de Nitrógeno, t= 3h	27.13 mgKOH/g muestra	N.A.	N.A.	N.A.	
		Aceite de palma Anhídrido maleico. Glicerina (99,5% pureza) Hidróxido de sodio. Cloruro de Sodio Acido sulfúrico (99,5% pureza) Metil éstil cетона (MEK) Acido toluen sulfónico. Tolueno Anhídrido maleico. Toluен diisocianato (TDI)						

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
1 - Método 2	3	Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza). Etanol.						
		Aceite de palma Anhídrido maleico. Glicerina (99,5% pureza) Hidróxido de sodio. Cloruro de Sodio Ácido sulfúrico (99,5% pureza)						
6	1	Metil éstil cetona (MEK) Ácido toluen sulfónico. Tolueno Anhídrido maleico. Toluen diisociánato (TDI) Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza). Etanol.		Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h 15,03 mgKOH/g muestra	N.A.	N.A.		
		Aceite de palma Glicerol Hidróxido de Sodio		Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.	Dietilenglicol TDI Surfactante.	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Color amarillo. Aspecto sólido, se observa graso. No se observa poroso,	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
6	2	Terbutanol. (20 ml)			Diisobutyltin Dilaurate (DBTDL).			no formó una espuma.
		Ácido Clorhidrico			Agua			
		n-Hexano. (40 ml)						
		Acetílico de palma			Poliétilenglicol			
		Glicerol		Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.	DI			
	20	Hidróxido de Sodio			Surfactante.			Al reaccionar quedó de consistencia arenosa y al meterlo en el molde se tomaba blando al tocarlo, con los días se endureció. Su color es amarillo claro.
		Terbutanol. (20 ml)			Diisobutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Ácido Clorhidrico			Agua			
		n-Hexano. (40 ml)						
		Acetílico de palma.			Poliol de palma			
20	1	Metanol			Dietilétilenglicol			Espuma porosa. Inicialmente su color fue blanco, pero se oxidió y se tomó un color amarillo claro.
		Hidróxido de Sodio			Surfactante			
		Ácido fosfórico (H3PO4)			Catalizador			
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)			agua			
		Benceno			IPDI			
	20	Dietilétilenglicol (DEG).			T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.			Es sólida pero aparece líquido sobre la superficie, parece exceso de un reactivo, posiblemente es isociantato. Al tocarse se siente rígida.
		Ácido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
20	2	Acetílico de palma.	Metanólisis: Temperatura:		Poliol de palma	T, P atmosféricos,	Es una espuma de color	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
2	1	Metanol	70 °C, t=1.5 h. Agitación: 1000 rpm.	agitación manual vigorosa.	Surfactante			
		Hidróxido de Sodio	Rotovaporación: T= 80 °C, t= 3 h, condiciones de vacío. Epoxidación: T= 40 °C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotovaporación: T= 90 °C, t= 4 h.		catalizador			blanco, se le observan poros.
		Ácido fosfórico (H3PO4)			agua			Se observa mojada, un poco graso.
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)			IPDI			Es un sólido consistente.
		Benceno						
		Diétilenglicol (DEG).						
		Ácido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
		Aceite de palma.			Dietilenglicol			
		Glicerol.			HDI			
2	2	Hidróxido de Sodio			Surfactante.			Color Naranja. Homogéneo.
		Terbutanol. (20 ml)	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Diбуtiltin Dilaurate (DBTDL)	T, P atmosféricos,		Se toca más rígido que los demás.
		Ácido Clorhídrico.			Agua	agitación manual vigorosa.		Inicialmente parece una masa pastosa.
		n-Hexano. (40 ml)						Tarda un poco de tiempo en volverse sólido.
		Aceite de palma.						
		Glicerol.	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Poliétilenglicol	T, P atmosféricos,		La mezcla es arenosa. Color Amanillo oscuro. No formó espuma.
		Hidróxido de Sodio			HDI	agitación manual vigorosa.		
								Surfactante.

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
2	3	Terbutanol. (20 ml)			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL) Agua			
		Ácido Clorhídrico.						
		n-Hexano. (40 ml)						
		Aceite de palma.			Poliétilenglicol HDI			
		Glicerol.		Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.	Surfactante.			Se elaboró con un índice de 0,5. Es un polímero color naranja de consistencia débil, se quiebra con facilidad. Con el tiempo presentó pedazos blancos.
	4	Hidróxido de Sodio			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
		Terbutanol. (20 ml)			Agua			
		Ácido Clorhídrico.						
		n-Hexano. (40 ml)						
		Aceite de palma.			Poliétilenglicol HDI			
2	5	Glicerol.		Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.	Surfactante.			Se elaboró con un índice de 0,8. Es un producto color naranja un poco más duro que el de índice 0,5, sin embargo aún es muy frágil.
		Hidróxido de Sodio			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
		Terbutanol. (20 ml)			Agua			
		Ácido Clorhídrico.						
		n-Hexano. (40 ml)						
	2	Aceite de palma.		Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.	Poliétilenglicol HDI			Se elaboró con un índice de 1.
		Glicerol.			Surfactante.			Es un producto color naranja, un poco más resistente que el de índice 0,8, sin embargo aún es más frágil de lo que se esperaba.
		Hidróxido de Sodio			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
		Terbutanol. (20 ml)			Agua			
		Ácido Clorhídrico.						

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol		Preparación de Poliuretano		
		Reactivos	Condiciones de operación	Reactivos	Condiciones de operación	
2	6	n-Hexano (40 ml) Aceite de palma. Glicerol. Hidróxido de Sodio Terbutanol. (20 ml) Ácido Clohídrico.	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.	Poliétilenglicol (HDI) Surfactante. Dibutyltin Dilaurate (DBTDL) Agua	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Se elaboró con un índice de 1.2. Es un producto color naranja, un más resistente que los de índices menores, pues su consistencia es más duro sin embargo es aún quebradizo y no presenta la rigidez deseada.
2	7	Acetato de palma. Glicerol.	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.	523,23 mgKOH/g muestra	N.A.	N.A.
2	8	Acetato de palma. Glicerol. Óxido de plomo Terbutanol. (20 ml) Ácido Clohídrico.	Glicerólisis: T= 215°C, t= 1 h. Roto evaporación a 60 °C, t= 5 h.			
4	1	n-Hexano (40 ml) Acetato de palma. Metanol Hidróxido de Sodio Ácido fosfórico (H3PO4)	Metanolisis: Temperatura: 70 ° C, t=2,5 h, Agitación: 1000 rpm. Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de vacío. Epoxidación: T= 40 °	Poliol de palma Diétilenglicol Surfactante catalizador	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Color blanco. Es un sólido que presenta buena homogeneidad. Se observa un poco graso, un poco de

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
4	2	Peróxido de Hidrógeno (H ₂ O ₂)	C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 °C, t= 4 h.	agua HDI	Color amarillo claro La mezcla presentó una buena homogeneidad. Sólido consistente. Es cremoso al tacto.	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	N.A.	líquido en la superficie.
		Benceno						
	3	Diétilenglicol (DEG).						
		Ácido Fórmico						
	4	Cloruro de Sodio						
		Aceite de palma.						
	5	Metanol			Poliol de palma Diétilenglicol			
		Hidróxido de Sodio	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm.	Surfactante				
	6	Ácido fosfórico (H ₃ PO ₄)	Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de vacio. Epoxidación: T= 40 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h.	catalizador				
		Peróxido de Hidrógeno (H ₂ O ₂)	Rotoevaporación: T= 80 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 °C, t= 4 h.	agua HDI				
	7	Benceno						
		Diétilenglicol (DEG).						
	8	Ácido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
	9	Aceite de palma.	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm.	2,21 mgKOH/g muestra	N.A.	N.A.		
		Metanol	Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de vacio. Epoxidación: T= 40 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h.					
	10	Hidróxido de Sodio	Rotoevaporación: T= 80 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 °C, t= 4 h.					
		Ácido fosfórico (H ₃ PO ₄)						
	11	Peróxido de Hidrógeno (H ₂ O ₂)						
		Benceno						

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano		
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto
		Dietilenglicol (DEG).					
		Acido Fórmico					
		Cloruro de Sodio					
		Aceite de palma.					
		Metanol					
		Hidróxido de Sodio					
		Acido fosfórico (H ₃ PO ₄)					
		Peróxido de Hidrógeno (H ₂ O ₂)					
		Benceno					
		Dietilenglicol (DEG).					
		Acido Fórmico					
		Cloruro de Sodio					
		Aceite de palma.					
		PbO					
		Pentaeritritol					
		Terbutanol. (20 ml)					
		Ácido Clohídrico.					
		n-Hexano. (40 ml)					
		Aceite de palma.					
		PbO					
		Pentaeritritol					
		Terbutanol. (20 ml)					

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
		ml)						
		Ácido Clorhídrico.						
		n-Hexano. (40 ml)						
		Aceite de palma.						
		PbO						
		Pentaeritritol						
		Terbutanol. (20 ml)						
		Ácido Clorhídrico.						
		n-Hexano. (40 ml)						
		Aceite de palma						
		Anhídrido maleico.						
3	3		Reacción con pentaeritritol: T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.		N.A.	N.A.	N.A.	
5 - Método 1	1		Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h					
5 - Método 2	1		Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h					
		Aceite de palma			Prepolímero (poliol)	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 °C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50°C, t=30 min, agitación constante	Este producto no dio un barniz, pues se solidificó.	
		Anhídrido maleico.			MDI	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 °C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50 °C, t=30 min, agitación constante.	En este barniz se observa separación de fases.	
		Glicerina (99,5% pureza)			Meko,			
		Hidróxido de sodio.			TEA			
		Cloruro de Sodio						
		Ácido sulfúrico (99,5% pureza)						
		Metil éstil cetona (MEK)						
		Ácido toluen sulfónico.						

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol				Preparación de Poliuretano				Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto			
7	1	Tolueno Anhídrido maleico. Toluene diisocianato (TDI) Metil etil Ketoxima (MEKO, 99.5% pureza). Etanol.								
7	2	Aceite de palma. PbO Pentaeritritol Terbutanol. (20 ml) Ácido Clorhídrico. n-Hexano. (40 ml)	Reacción con pentaeritritol: T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.	Poliol de palma Dietilenglicol Surfactante catalizador agua TDI	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Es espuma con aspecto grasoso. Es muy pegajoso. Color amarillo. Se le dificulta un secado completo.				
7		Aceite de palma. PbO Pentaeritritol Terbutanol. (20 ml) Ácido Clorhídrico. n-Hexano. (40 ml)	Reacción con pentaeritritol: T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.	Poliol de palma Surfactante catalizador agua TDI	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Este producto es una modificación de la ruta planteada inicialmente, porque el Poliol utilizado es solamente Poliol de aceite de palma. Su consistencia es una espuma muy quebradiza. Color amarillo claro. No se nota grasosa y secó más rápidamente que el producto de ésta ruta donde el Poliol se				

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
8	1	Aceite de palma.			Poliol de palma			combinó con el DEG.
		Metanol			Dietilenglicol			
		Hidróxido de Sodio	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h. Agitación: 1000 rpm.		Surfactante			
		Acido fosfórico (H3PO4)	Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de vacío. Epoxidación: T= 40 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 ° C, t= 4 h.		catalizador	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.		
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)			agua			
		Benceno			MDI			
		Dietilenglicol (DEG).						
		Acido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
		Aceite de palma.						
8	2	Metanol			Poliol de palma			Es una espuma de color blanco, se observa un poco opaca.
		Hidróxido de Sodio	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h. Agitación: 1000 rpm.		Surfactante			
		Acido fosfórico (H3PO4)	Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de vacío. Epoxidación: T= 40 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 ° C, t= 4 h.		catalizador	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.		
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)			agua			
		Benceno			TDI			
		Dietilenglicol (DEG).						
		Acido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
		Aceite de palma						
9	1							Reacción con isocianato: Barniz color café.

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
9 - Método 2	1	Acíete de palma Anhídrido maleico. Glicerina (99,5% pureza)	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	Meko, tea, TDI	t=3 h, T=70 °C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50 °C, t=30 min, agitación constante.	t=3 h, T=70 °C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50 °C, t=30 min, agitación constante.	Se separa fácilmente pues presenta baja estabilidad, al dejarse en reposo se observan dos fases y en el fondo una capa semisólida. Se observa con poros en su interior.	
		Hidróxido de sodio. Cloruro de Sodio Ácido sulfúrico (99,5% pureza) Metil éstil cetona (MEK) Ácido toluen sulfónico. Tolueno Anhídrido maleico. Toluen diisocianato (TDI) Metil étil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza).		Prepolímero (poliol) TDI Meko TEA	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 °C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50 °C, t=30 min, agitación constante.	Este producto no dio un barniz, pues se solidificó. Es una pasta sólida color café.		

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol				Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización	
5	1. Poliol de aceite de palma crudo usando PbO	Etilanol.							
		Aceite de palma crudo	Epoxidación:		Poliol de palma	Agitación vigorosa			
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente			
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas	# OH = 105,52 mg KOH/g muestra	Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)		Rápido crecimiento de la espuma que solidificó instantáneamente. Espuma rígida que no es grasa al tacto.		
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C				
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Toluén isocianato (TDI)				
		Glicerina	Temperatura = 215°C						
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.						
			Agitación = 1300 rpm						
6	1. Poliol de aceite de palma crudo NaOH.	Acetato de palma crudo	Epoxidación:		Poliol de palma	Agitación vigorosa			
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente	Réacción con continuo burbujeo y liberación de calor, luego de media hora aún no ha solidificado el producto, se nota un exceso de isocianato.		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)				
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra	Silicona 193C				
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Toluén isocianato (TDI)				
		Glicerina	Temperatura = 215°C						
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.						
		Ácido Fosfónico	Agitación = 1300 rpm						
7	1. Poliol de aceite	Acetato de palma RBD	Epoxidación:	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Poliuretano semirígido, color		

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
8	1. Poliol de aceite de palma RBD PbO.	Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente	amarilloso y que solidificó rápidamente.	
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
		Aceite de palma RBD	Epoxidación:		Poliol de palma	Agitación vigorosa		
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas	# OH = 81,59 mg KOH/g muestra	Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			El producto es de consistencia pastosa y no hubo evidencia de reacción como por ejemplo liberación de calor.
Combinada 2 y 4	1	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Tolueno isocianato (TDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
		Agitación = 1300 rpm						
		Fase Oleína de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 105,52 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa		
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		La mezcla comienza a subir instantáneamente formando una espuma de baja densidad, se

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
2	Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).				evidencia un tamaño de poro muy grande y de baja consistencia. Este producto no permite el vaciado, ni el desmolde.
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C				
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Toluen Isocianato (TDI)				
	Glicerina	Temperatura = 215°C						
	Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.						
		Agitación = 1300 rpm						
	Fase Oleína de aceite de palma	Epoxidación:		Poliol de palma	Agitación vigorosa			
	Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).	Temperatura ambiente			
	Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra	Silicona 193C				
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Metilen diisocianato (MDI)				
3	Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Agua				No se evidencia la reacción, se hace el vaciado al molde de un líquido viscoso color amarillo. Al cabo de 1 día aun no ha solidificado.
	Glicerina	Temperatura = 215°C						
	Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.						
	Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm						
	Fase Oleína de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa			
	Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Aqua	Temperatura ambiente			
	Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).				
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C				Espuma quebradiza que crece rápidamente y cuyo interior es poco compacto.

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol				Preparación de Poliuretano				Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto			
4	Cloruro de sodio	Glicerólisis:			Metilen diisocianato (MDI)					No se evidencia la reacción, se hace el vaciado al molde de un líquido viscoso color amarillo cremoso.
	Glicerina	Temperatura = 215°C								
	Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.								
	Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm								
	Fase Oleína de aceite de palma	Epoxidación:			Poliol de palma	Agitación vigorosa				
	Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C			Agua	Temperatura ambiente				
	Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		# OH = 105,52 mg KOH/g muestra	Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).					
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm			Silicona 193C					
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:			Metilen diisocianato (MDI)					
	Glicerina	Temperatura = 215°C								
5	Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.								Se obtuvo un producto compacto pero es muy frágil al contacto.
	Agitación = 1300 rpm									
	Fase Oleína de aceite de palma	Epoxidación:		# OH = 81,59 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa				
	Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C			Aqua	Temperatura ambiente				
	Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).					
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm			Silicona 193C					
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:			Tolueno isocianato (TDI)					
	Glicerina	Temperatura = 215°C								

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
6	Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.			Poliol de palma	Agitación vigorosa		
	Agitación = 1300 rpm				Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
	Peroxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C			Silicona 193C			
	Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra		Metilen diisocianato (MDI)			
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm						
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:						
	Glicerina	Temperatura = 215°C						
	Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.						
	Ácido Fosfónico	Agitación = 1300 rpm						
7	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:			Poliol de palma	Agitación vigorosa		
	Peroxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C			Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
	Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm			Silicona 193C			
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:			Metilen diisocianato (MDI)			
	Glicerina	Temperatura = 215°C						
	Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.						
	Ácido Fosfónico	Agitación = 1300 rpm						

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
8	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:		Poliol de palma	Agitación vigorosa			Espuma rígida, de mayor densidad y menor tamaño de poro que la anterior. El color es beige, con tendencia a amarillo claro.
	Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente			
	Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)				
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm	# OH = 105,52 mg KOH/g muestra	Silicona 193C				
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)				
	Glicerina	Temperatura = 215°C						
	Oxido de plomo	Tiempo = 45 min.						
		Agitación = 1300 rpm						
	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:		Poliol de palma	Agitación vigorosa			
	Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente			
9	Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas	# OH = 81,59 mg KOH/g muestra	Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)				Espuma rígida, de densidad media y menor tamaño de poro que la anterior. El color es beige, con tendencia a amarillo claro.
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C				
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)				
	Glicerina	Temperatura = 215°C						
	Oxido de plomo	Tiempo = 45 min.						
10	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa			Poliuretano rígido arenoso, de buen aspecto.
	Peróxido de	Temperatura = 50°C		1,6-Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente			

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
11	hidrógeno	Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas	Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).				
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm	Silicona 193C				
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:	Metilen diisocianato (MDI)				
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
		Fase Oleína de aceite de palma	Epoxidación:	Poliol de palma	Agitación vigorosa			
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C	1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente			
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas	Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).				
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm	Silicona 193C				
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:	Metilen diisocianato (MDI)				
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm	# OH = 418.83 mg KOH/g muestra				
12	hidrógeno	Fase Oleína de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 202.43 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Poliéster color beige, que presentó buena consistencia	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
13	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C	Melilén diisocianato (MDI)			
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:						
	Glicerina	Temperatura = 215°C						
	Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.						
	Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm						
	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:		Poliol de palma	Agitación vigorosa			
	Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente			
	Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)				
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C				
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Melilén diisocianato (MDI)				
14	Glicerina	Temperatura = 215°C						
	Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.						
	Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm						
	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 32,84 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa			
	Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente			
	Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)				
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Emulsión de silicona.				
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Melilén diisocianato líquido.				

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
15	Glicerina		Temperatura = 215°C		(MDI)			
	Hidróxido de sodio		Tiempo = 45 min.					
	Ácido Fosfórico		Agitación = 1300 rpm					
	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:			Poliol de palma	Agitación vigorosa		
	Peróxido de hidrógeno		Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente		
	Ácido Fórmico		Tiempo = 4 horas	# OH = 88,97 mg KOH/g muestra	Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
	Bicarbonato de sodio		Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:			Toluen isocianato (TDI)			
	Glicerina	Temperatura = 215°C			Etilendiamina			
	Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.			Aqua			
16	Ácido Fosfórico		Agitación = 1300 rpm					
	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:		# OH = 88,97 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa		
	Peróxido de hidrógeno		Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente		
	Ácido Fórmico		Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm			Silicona 193C			
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:			Toluen isocianato (TDI)			
	Glicerina	Temperatura = 215°C			Etilendiamina			
	Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.			Aqua			

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol				Preparación de Poliuretano				Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto			
17	Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm			Poliol de palma	Agitación vigorosa				
	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:			Dietilenglicol	Temperatura ambiente				
	Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).					
	Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		# OH = 401,4 mg KOH/g muestra	Emulsión de silicona.					
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm			Metilen diisocianato (MDI)					
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:								
	Glicerina	Temperatura = 215°C								
	Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.								
	Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm								
	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:			Poliol de palma	Agitación vigorosa				
18	Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C			Dietilenglicol	Temperatura ambiente				
	Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		# OH = 401,4 mg KOH/g muestra	Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).					
	Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm			Emulsión de silicona.					
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:			Metilen diisocianato (MDI)					
	Glicerina	Temperatura = 215°C								
	Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.								
	Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm								
	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:		# OH = 437,66 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa				
19										Módulo de Young = 33,3293 Mpa

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
20	Peroxido de hidrógeno		Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente	buenas propiedades de rígidez. Se escoge para el rango de caracterización de PU rígido.	Estrecho máximo = 3,1673 Mpa
	Ácido Fórmico		Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
	Bicarbonato de sodio		Agitación = 950 rpm		Silicona 193C			
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:			Melilén disociante (MDI)			
	Glicerina	Temperatura = 215°C						
	Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.						
	Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm						
	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:			Poliol de palma	Agitación vigorosa		
	Peroxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C			Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
	Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas	# OH = 433.08 mg KOH/g muestra		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).		Presenta homogeneidad, buen tamaño de poro, presenta buena rigidez.	
21	Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm			Silicona 193C			Presenta homogeneidad, buen tamaño de poro y en general buen aspecto físico.
	Cloruro de sodio	Glicerólisis:			Melilén disociante (MDI)			
	Glicerina	Temperatura = 180°C						
	Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.						
	Ácido Fosfórico	Agitación = 650 rpm	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra		Poliol de palma	Agitación vigorosa		
	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:			Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
	Peroxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C						

Ruta	No.	Experimento	Preparación de poliol				Preparación de Poliuretano				Resultados de caracterización
			Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto			
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).						
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Silicona 193C						
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)						
		Glicerina	Temperatura = 180°C								
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 25 min.								
		Ácido Fosfónico	Agitación = 1300 rpm								
22	22	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:		Poliol de palma	Agitación vigorosa					
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente					
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas	# OH = 79.97 mg KOH/g muestra	Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).						
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Emulsión de silicona.						
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)						
		Glicerina	Temperatura = 180°C								
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 20 min.								
		Ácido Fosfónico	Agitación = 1300 rpm	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra							
		Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:		Poliol de palma	Agitación vigorosa					
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente					
23	23	Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).						
		Bicarbonato de	Agitación = 950 rpm		Silicona-193C						

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
24	sodio	Cloruro de sodio	Glicerólisis:					
	Glicerina	Hidróxido de sodio	Temperatura = 180°C Tiempo = 25 min.					Metilen diisocianato (MDI)
	Ácido Fosfórico		Agitación = 1300 rpm					
	Fase Oleina de aceite de palma	Peróxido de hidrógeno	Epoxidación: Temperatura = 50°C		Poliol de palma	Agitación vigorosa		
	Ácido Fórmico	Bicarbonato de sodio	Tiempo = 3 horas	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Dielenglicol	Temperatura ambiente		
	Cloruro de sodio	Glicerina	Agitación = 950 rpm		Diisobutyltin Dilaurate (DBTDL).			
	Hidróxido de sodio	Hidróxido de sodio	Temperatura = 180°C		Silicona 193C			
	Ácido Fosfórico		Tiempo = 25 min.		Metilen diisocianato (MDI)			
	Fase Oleina de aceite de palma	Peróxido de hidrógeno	Agitación = 1300 rpm					
	Ácido Fórmico	Bicarbonato de sodio		# OH = 263.4 mg KOH/g muestra				
25	Cloruro de sodio	Glicerina	Temperatura = 180°C					
	Hidróxido de sodio	Hidróxido de sodio	Tiempo = 3 horas					
	Ácido Fosfórico	Ácido Fórmico	Agitación = 950 rpm					
		Bicarbonato de sodio		# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa		
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Dielenglicol	Temperatura ambiente		
					Diisobutyltin Dilaurate (DBTDL).			
					Silicona 193C			
					Metilen diisocianato (MDI)			

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
		Glicerina	Temperatura = 180°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 25 min.					
		Ácido Fostórico	Agitación = 1300 rpm					
26		Fase Oleína de aceite de palma	Epoxidación: Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C	Poliol de palma	Agitación vigorosa		
		Ácido Fórmico	Temperatura = 3 horas	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm	Silicona 193C	Diisobutiltin Dilaurate (DBTDL).			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:	Metilen diisocianato (MDI)	Silicona 193C			
		Glicerina	Temperatura = 180°C		Diisobutiltin Dilaurate (DBTDL).			
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 25 min.		Silicona 193C			
		Ácido Fostórico	Agitación = 1300 rpm		Metilen diisocianato (MDI)			
		Fase Oleína de aceite de palma	Epoxidación: Peróxido de hidrógeno	# OH = 437,66 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa		
		Ácido Fórmico	Temperatura = 3 horas	Silicona 193C	Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm	Metilen diisocianato (MDI)	Diisobutiltin Dilaurate (DBTDL).			
27		Cloruro de sodio	Glicerólisis:	Silicona 193C	Silicona 193C			
		Glicerina	Temperatura = 215°C	Metilen diisocianato (MDI)	Diisobutiltin Dilaurate (DBTDL).			
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.	Silicona 193C	Silicona 193C			
				Metilen diisocianato (MDI)	Metilen diisocianato (MDI)			
				Metilen diisocianato (MDI)	Metilen diisocianato (MDI)			

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			Resultados de caracterización
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	
		Ácido Fostórico	Agitación = 1300 rpm					

REIVINDICACIONES

1. Método para la producción de poliol a partir de aceite de palma, caracterizado porque comprende los siguientes pasos:

- a) mezclar aceite de palma con anhídrido maléico en un reactor a una temperatura entre 170°C y 190°C
- b) calentar y agitar la mezcla del paso a)
- c) acoplar el reactor con un condensador de reflujo
- d) llevar a cabo la reacción bajo agitación permanente durante 3 horas

2. Método para la producción de poliol a partir de aceite de palma, caracterizado porque comprende los siguientes pasos:

- a) mezclar, calentar y agitar aceite de palma con hidróxido de sodio y una solución etanol-agua 1:1
- b) adicionar ácido sulfúrico concentrado a la mezcla del paso a) hasta que se observe la separación de las fases
- c) adicionar solución saturada de cloruro de sodio a la mezcla del paso b)
- d) descartar la fase acuosa obtenida en el paso c), después de la completa separación de las fases
- e) lavar con agua a una temperatura entre 70°C y 80 °C la fase orgánica restante del paso d)
- f) calentar y agitar la fase orgánica del paso e) y someter a evaporación al vacío obteniéndose los ácidos grasos
- g) mezclar los ácidos grasos obtenidos en el paso f) con glicerol previamente bloqueado y un catalizador, calentar y agitar
- h) lavar con agua a una temperatura entre 70°C y 80°C la mezcla del paso g)
- i) separar la fase acuosa obtenida en el paso h) y descartarla
- j) tratar la fase orgánica restante en el paso i) mediante evaporación al vacío para obtener monoglicérido bloqueado

- k) adicionar al monoglicérido bloqueado del paso j) anhídrido maléico, calentar y agitar bajo atmósfera de nitrógeno
- l) enfriar la mezcla del paso k) hasta 100°C
- m) adicionar ácido sulfúrico al producto de la reacción del paso l)
- n) lavar con agua a una temperatura entre 70°C y 80°C y decantar el producto de reacción obtenido en el paso m)
- o) separar la fase acuosa obtenida en el paso m)
- p) lavar la fase orgánica obtenida en el paso m)
- q) evaporar la fase orgánica del paso n) para obtener el poliol

3. Método de acuerdo con la reivindicación 2, en donde la temperatura de calentamiento en el paso a) varía entre 75°C y 85°C y el tiempo de reacción varía entre 28 y 32 minutos.

4. Método de acuerdo con las reivindicaciones 2 y 3, en donde el paso de lavado e) se realiza hasta que el pH es neutro.

5. Método de acuerdo con las reivindicaciones 6 a 10, en donde la fase orgánica del paso f) se calienta a una temperatura entre 75°C y 85°C.

6. Método de acuerdo con las reivindicaciones 2 a 5, en donde el glicerol previamente bloqueado del paso g) se obtiene a partir de los siguientes pasos:

- a) mezclar glicerol, MEK (metil etil cetona), ácido toluen sulfónico como catalizador y tolueno
- b) calentar la mezcla del paso a) a una temperatura entre 85 y 95°C por un tiempo entre 110 y 130 minutos para obtener glicerol bloqueado.

7. Método de acuerdo con las reivindicaciones 2 a 6, en donde la mezcla del paso f) es calentada a una temperatura entre 75°C y 85 °C, durante un tiempo entre 2 y 3 horas.

8. Método de acuerdo con las reivindicaciones 2 a 6, en donde el paso de lavado h) se realiza hasta que el pH es neutro.

9. Método de acuerdo con las reivindicaciones 2 a 8, en donde la evaporación del paso j) se lleva a cabo a una temperatura entre 85°C y 95°C y durante un periodo entre 3 y 4 horas.

10. Método de acuerdo con las reivindicaciones 2 a 8, en donde la temperatura de reacción en el paso k) varía entre 190°C y 210 °C y el tiempo de reacción varía entre 170 y 190 minutos.

11. Método de acuerdo con las reivindicaciones 2 a 10, en donde el enfriamiento del paso l) se realiza hasta que la mezcla adquiere una temperatura de 100°C, sin detener la agitación.

12. Método de acuerdo con las reivindicaciones 6 a 17, en donde en el paso n) el tiempo de reacción varía entre 50 y 70 minutos.

13. Método de acuerdo con las reivindicaciones 6 a 18, en donde la evaporación del paso q) se lleva a cabo a una temperatura entre 75°C y 85°C y durante un periodo entre 1 y 2 horas.

14. Método para la producción de poliol a partir de aceite de palma, caracterizado porque comprende los siguientes pasos:

- a) mezclar aceite de palma con glicerol, terbutanol como solvente e hidróxido de sodio como catalizador, en presencia de calor
- b) enfriar la mezcla del paso a)
- c) neutralizar el producto de la reacción del paso a) con ácido clorhídrico al 10%
- d) eliminar la glicerina y el solvente residuales de la mezcla del paso c)
- e) someter el producto del paso b) a evaporación para eliminar del solvente
- f) separar la fase orgánica obtenida en el paso c) mediante la adición de n-hexano, permitiendo descartar la glicerina residual del poliol finalmente obtenido

15. Método de acuerdo con la reivindicación 14, en donde la temperatura de reacción del paso a) varía entre 85°C y 95°C y el tiempo de reacción varía entre 110 y 130 minutos.

16. Método de acuerdo con la reivindicación 14 ó 15, en donde en el paso b) se deja enfriar la mezcla hasta temperatura ambiente.

17. Método de acuerdo con las reivindicaciones 14 a 16, en donde la evaporación del paso e) se lleva a cabo a una temperatura entre 85°C y 95°C y durante un periodo entre 2 y 3 horas.

18. Método para la producción de poliol a partir de aceite de palma, caracterizado porque comprende los siguientes pasos:

- a) mezclar aceite de palma, pentaeritritol y óxido de plomo, en presencia de calor, agitación y atmósfera inerte de nitrógeno.
- b) enfriar la mezcla del paso a)
- c) tratar la mezcla del paso b) con n-hexano, permitiendo la formación de dos fases, agitando y liberando la presión.
- d) descartar el precipitado obtenido en el paso c) el cual contiene glicerol
- e) someter la fase orgánica a evaporación para obtener el poliol

19. Método de acuerdo con la reivindicación 18, en donde la temperatura de reacción del paso a) varía entre 195°C y 205 °C, y el tiempo de reacción varía entre 110 y 130 minutos.

20. Método de acuerdo con la reivindicación 18 ó 19, en donde en el paso b) se deja enfriar la mezcla hasta temperatura ambiente.

21. Método de acuerdo con las reivindicaciones 18 a 21, en donde la evaporación del paso e) se lleva a cabo a una temperatura entre 65°C y 75°C y durante un periodo entre 2 y 3 horas.

22. Método para la producción de poliol a partir de aceite de palma, caracterizado porque comprende los siguientes pasos:

- a) producir metilésteres de ácidos grasos (FAME) a partir de los siguientes pasos:
 - mezclar aceite de palma, metanol e hidróxido de sodio, a una temperatura entre 65°C y 75 °C y agitación, durante un periodo entre 1 y 2 horas
 - descartar la fase glicerina que se encuentra en el fondo después de la reacción anterior
 - lavar la fase de interés obtenida en el primer paso con ácido fosfórico 0,015N a una temperatura entre 55°C y 65°C
 - descartar los sólidos formados
 - lavar el producto obtenido en el paso anterior con agua a una temperatura entre 55°C y 65°C hasta que el pH es neutro
 - evaporar el producto del paso anterior (FAME) para eliminar el metanol en exceso, a una temperatura entre 75°C y 85°C y durante un periodo entre 2 y 3 horas.
- b) mezclar los FAME obtenidos en el paso a) con ácido fórmico en presencia de peróxido de hidrógeno
- c) lavar el producto obtenido en el paso b) con agua a una temperatura entre 50°C y 60°C
- d) lavar el producto obtenido en el paso c) con bicarbonato de sodio al 5%
- e) lavar el producto obtenido en el paso d) con cloruro de sodio al 5%
- f) lavar el producto obtenido en el paso e) con agua a una temperatura entre 50°C y 60°C
- g) evaporar la solución obtenida en el paso c) para eliminar la humedad permitiendo la obtención del poliol

23. Método de acuerdo con la reivindicación 22, en donde la temperatura de reacción en el paso b) varía entre 40°C y 50 °C y el tiempo de reacción varía entre 10 y 11 horas, después de la adición del peróxido de hidrógeno.

24. Método de acuerdo con las reivindicaciones 22 ó 23, en donde el lavado del paso c) se realiza hasta que el pH de la solución es 5.

25. Método de acuerdo con las reivindicaciones 22 a 24 en donde el lavado del paso f) se realiza hasta que el pH es neutro.

26. Método de acuerdo con las reivindicaciones 30 a 36, en donde la evaporación del paso g) se lleva a cabo a una temperatura entre 70°C y 90°C y durante un periodo entre 3 y 4 horas.

27. Método para la producción de poliol a partir de aceite de palma, caracterizado porque comprende los siguientes pasos:

- a) mezclar una fuente de aceite de palma con ácido fórmico, en presencia de calor
- b) adicionar peróxido de hidrógeno a la mezcla del paso a) y agitar
- c) lavar el producto de reacción del paso b) con agua, a una temperatura entre 55°C y 65 °C
- d) lavar el producto obtenido en el paso c) con bicarbonato de sodio al 5%
- e) lavar el producto de reacción del paso d) con agua, a una temperatura entre 55°C y 65 °C
- f) lavar el producto obtenido en el paso e) con cloruro de sodio al 5%
- g) descartar la fase acuosa obtenida en el paso f)
- h) secar al vacío la fase orgánica restante del paso f)
- i) mezclar el aceite epoxidado obtenido en el paso g), con glicerina y catalizador, en presencia de calor y agitación

28. Método de acuerdo con la reivindicación 27, en donde la fuente de aceite de palma en el paso a) es la fase oleína del aceite de palma crudo.

- 29.** Método de acuerdo con la reivindicación 27, en donde la fuente de aceite de palma en el paso a) es la fase oleína del refinado blanqueado y desodorizado del aceite palma (RBD).
- 30.** Método de acuerdo con las reivindicaciones 27 a 29, en donde el catalizador del paso h) es óxido de plomo.
- 31.** Método de acuerdo con las reivindicaciones 27 a 29, en donde el catalizador del paso h) es hidróxido de sodio.
- 32.** Método de acuerdo con las reivindicaciones 27 a 31, en donde el lavado del paso c) se realiza hasta que el pH de la solución es 5.
- 33.** Método de acuerdo con las reivindicación 27 a 32, en donde la temperatura de reacción del paso b) varía entre 45°C y 55 °C y el tiempo de reacción varía entre 1 y 2 horas, después de la adición del peróxido de hidrógeno.
- 34.** Método de acuerdo con las reivindicaciones 27 a 32, en donde la temperatura de reacción del paso i) varía entre 170°C y 190 °C y el tiempo de reacción varía entre 40 y 50 minutos.
- 35.** Poliol caracterizado porque tiene un peso molecular entre 374 y 3366 y 374, con un número de hidroxilo entre 50 y 450 mgKOH/g muestra.
- 36.** Espuma rígida de poliuretano caracterizada porque tiene una densidad entre 0,284 g/cm³ y 0,658 g/cm³, módulo de Young entre 8,94522 MPa y 54,92330 MPa y esfuerzo máximo entre 0,92037 MPa y 8,29101 MPa.
- 37.** Espumas semirrígidas de poliuretano caracterizada porque tiene una densidad entre 0,120 g/cm³ y 0,158 g/cm³, módulo de Young entre 0,78727 MPa y 1,54311 MPa y esfuerzo máximo entre 0,07012 MPa y 0,09753 MPa.

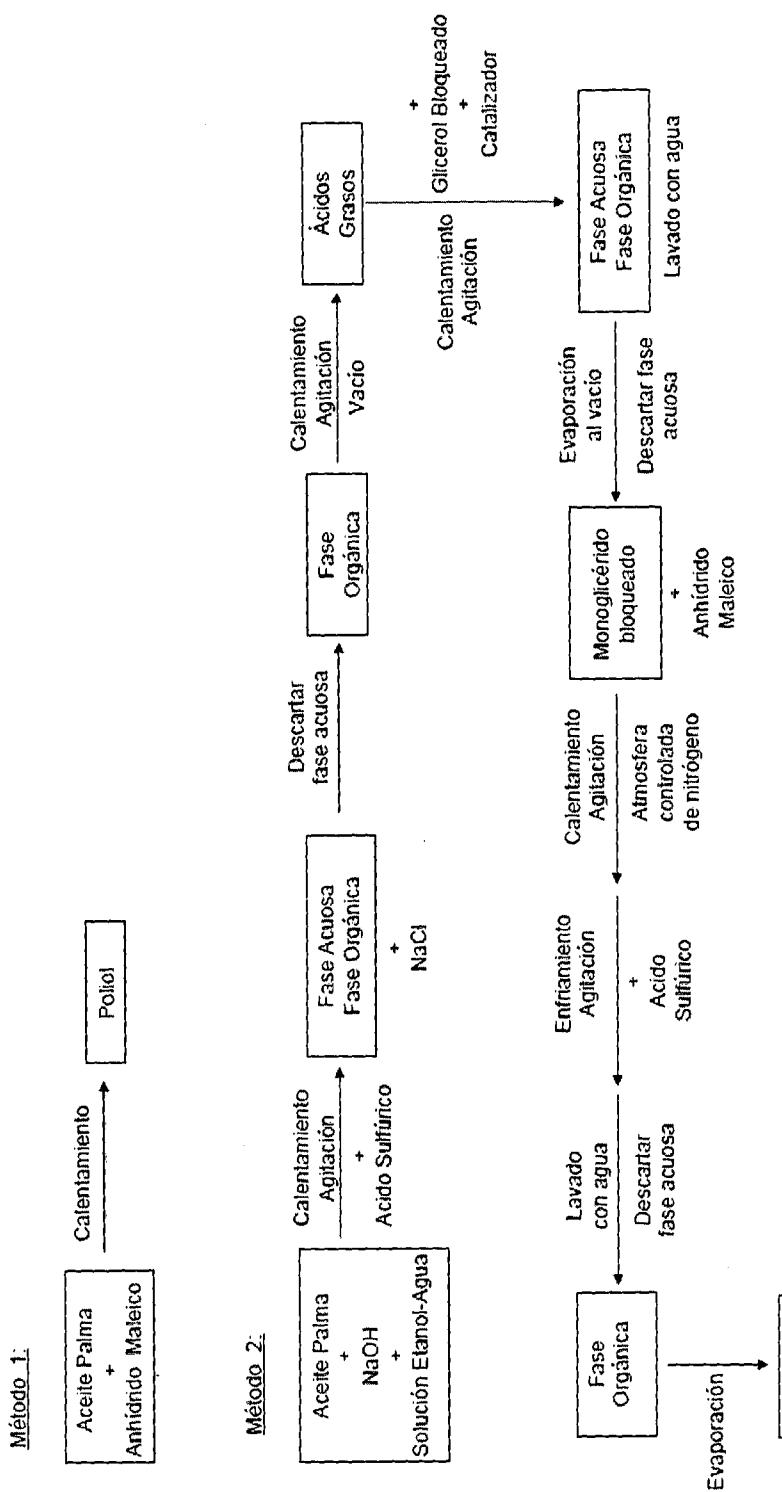


FIG. 1 – Ruta 1: Maleinización del aceite de palma y Maleinización de los ácidos grasos

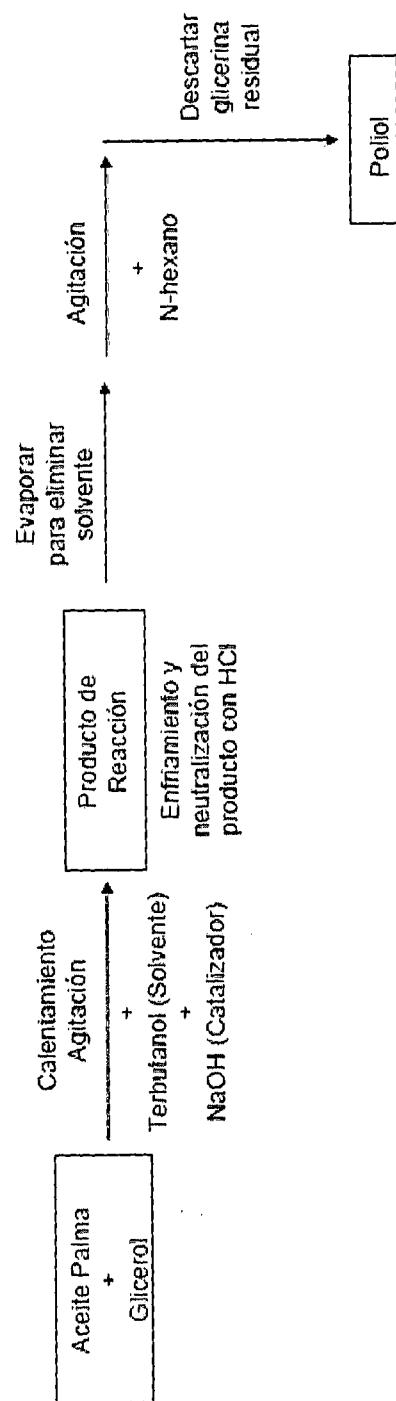


FIG. 2 – Ruta 2: Glicerólisis de aceite de palma

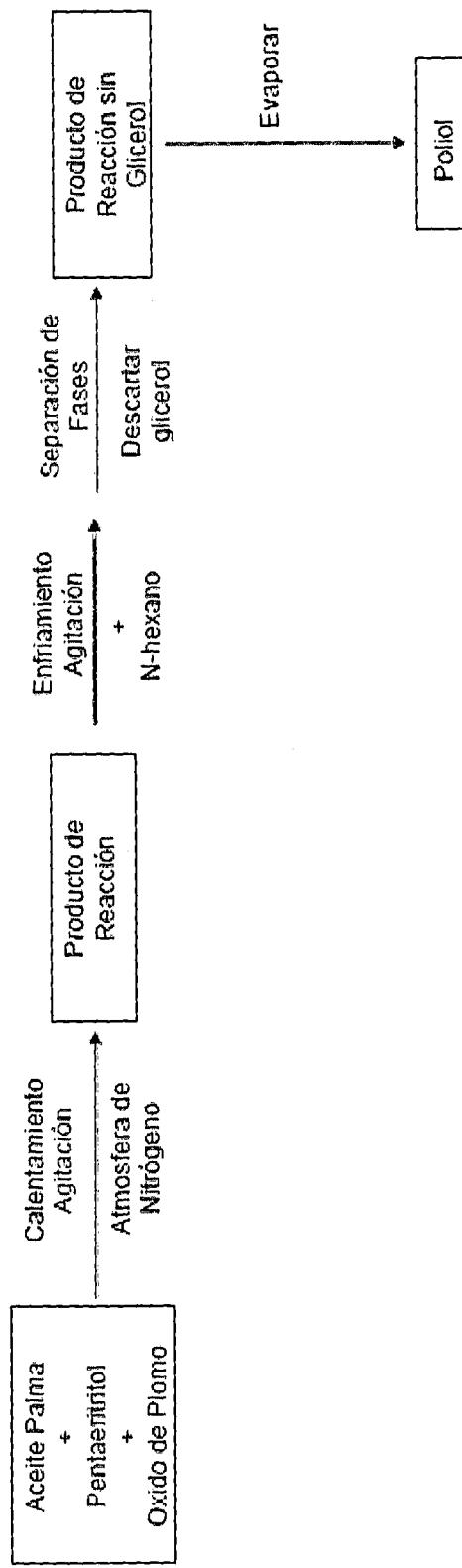


FIG. 3 – Ruta 3: Transesterificación con pentaritrito

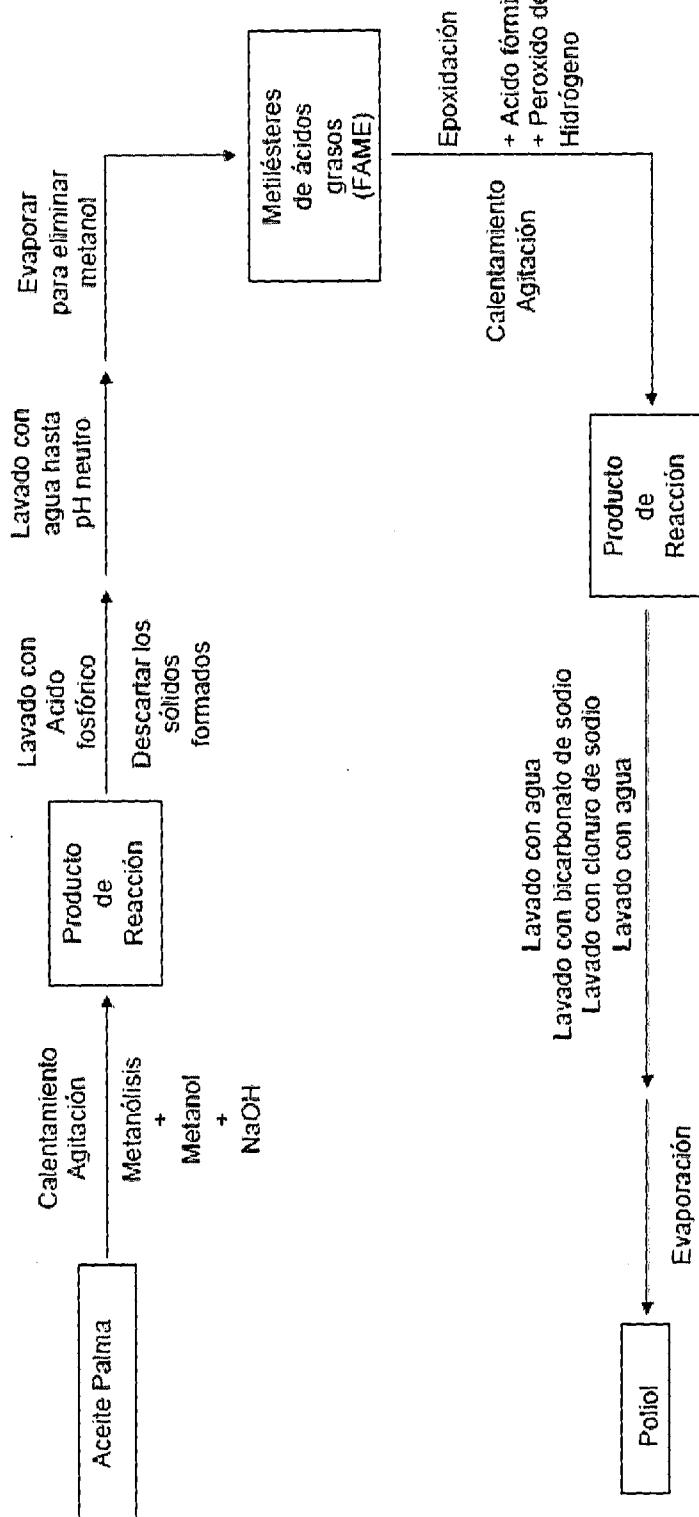


FIG. 4 – Ruta 4: Epoxidación del doble enlace

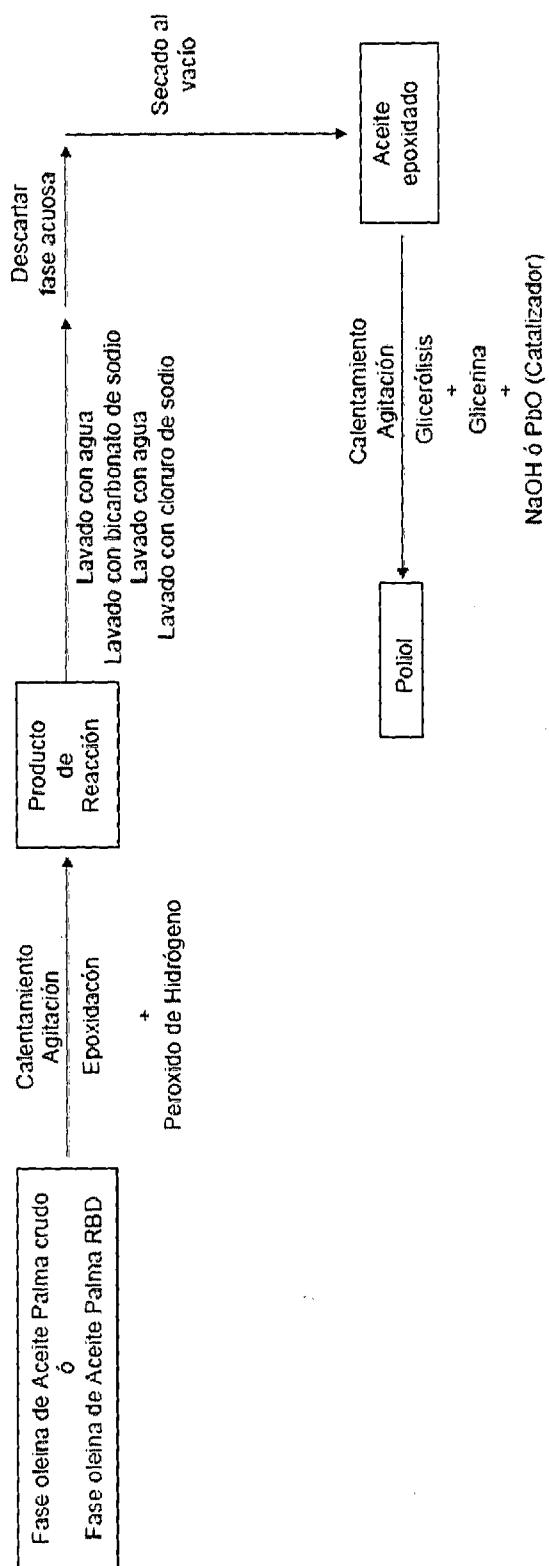


FIG. 5 – Ruta 4 + Ruta 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/IB2012/001954

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C08G18/00 (2006.01)

C07C29/00 (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C08G, C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPODOC, INVENES, WPI, NPL, XPESP, CAS.

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 9921900 A1 (CARA PLASTICS INC ET AL.) 06/05/1999. See page 10, table 1, lines 4-8; page 16, line 28 – page 19, line 27; page 21, lines 10-27; Examples 23 and 24; claims 1, 7 and 20.	1, 35-37
X	Güner, F. S. et al. "Polymer from triglycerides oils". Progress in Polymer Science, 2006, Vol. 31, pages 633-630. see Apartado 3.3.2, Scheme 14, page 635, column 1, paragraph 2.	2-13, 35-37
X	MY 142992 A (UNIV MALAYA) 14/02/2011. Abstract from DataBase WPI. Retrieved from EPOQUE.	14-17, 35-37
X	WO 2011062472 A1 (UNIV MALAYA ET AL.) 26/05/2011. See page 4, line 19 – page 5, line 32; page 8, lines 20-29; Example 1.	14-17, 35-37

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T"	later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance.		
"E" earlier document but published on or after the international filing date		
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"X"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"O" document referring to an oral disclosure use, exhibition, or other means.	"Y"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"&"	document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
18/12/2012

Date of mailing of the international search report
(17/01/2013)

Name and mailing address of the ISA/

Authorized officer

OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS
Paseo de la Castellana, 75 - 28071 Madrid (España)
Facsimile No.: 91 349 53 04

N. Martín Laso

Telephone No. 91 3493278

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/IB2012/001954

C (continuation).		DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT
Category *	Citation of documents, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2009058368 A1 (CARGILL INC ET AL.) 07/05/2009. See paragraphs 18, 25 and 26; figure 1; Example 1.	22-26, 35-37
X	US 7932409 B2 (MALASYAN PALM OIL BOARD) 26/04/2011. See figure 1; claims 5, 10, 11, 12 and 15.	27-37
X	GB 2428677 A (MALAYSIAN PALM OIL BOARD) 07/02/2007. See claim 1.	27-37
Y	WO 2010058918 A2 (S M POT CO LTD ET AL.) 27/05/2010. Abstract from DataBase WPI. Retrieved of EPOQUE	18-21
Y	Singh, A. K. et al. "Transesterification of Soybean Oil Using Heterogeneous Catalysts". Energy Fuels, 2008, Vol. 33, N. 3, pages 2067-2069. See abstract.	18-21

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/IB2012/001954

Patent document cited in the search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO9921900 A	06.05.1999	AU1191099 A US6121398 A	17.05.1999 19.09.2000
MY142992 A	14.02.2011	NONE	
WO2011062472 A	26.05.2011	US2012296014 A	22.11.2012
WO2009058368 A	07.05.2009	US2010267925 A	21.10.2010
US7932409 B	26.04.2011	US2008293913 A SG148083 A	27.11.2008 31.12.2008
GB2428677 AB	07.02.2007	DE102006036072 A SG130109 A US2007110877 A	15.02.2007 20.03.2007 17.05.2007
WO2010058918 A	27.05.2010	KR20100056370 A	27.05.2010

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/IB2012/001954

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

see annex sheet

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

ADDITIONAL SHEET - BOX III

The present invention concerns methods for preparing polyols from palm oil by means of maleinization, glycerolysis, transesterification, alcoholysis-epoxidation or epoxidation-glycerolysis processes using polyurethane foams and polyols.

The single general concept deriving from the present application is that of obtaining polyols from palm oil.

This concept is known, since it was disclosed in document WO2007/123637, which the applicants cite in the application, concerning a method for obtaining polyols from palm oil by means of an epoxidation-methanolysis process. The search carried out also revealed that this single general concept is known, since it was disclosed in documents D01 to D09, which relate to different methods for obtaining polyols from palm oil.

Since the single general concept is known, it cannot be inventive and therefore it does not meet the requirements of PCT Rule 13.1. It is also impossible to identify other technical or corresponding elements in the sense of PCT Rule 13.2, such that there is therefore a lack of unity of invention.

The International Searching Authority considers that the application contains five inventions covered by the following claims:

Invention 1: Claims 1-13, 35-37. Method of producing polyols from palm oil, based on the maleinization of the fatty acids present in the oil.

Invention 2: Claims 14-17. Method of producing polyols from palm oil by glycerolysis of said oil.

Invention 3: Claims 18-21. Method of producing polyols from palm oil based on a transesterification process.

Invention 4: Claims 22-26. Method of producing polyols from palm oil by means of alcoholysis of the oil and subsequent epoxidation.

Invention 5: Claims 27-34. Method of producing polyols from palm oil by means of epoxidation of the oil and subsequent glycerolysis.

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional nº

PCT/IB2012/001954

A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

C08G18/00 (2006.01)

C07C29/00 (2006.01)

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y CIP.

B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C08G, C07C

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

EPODOC, INVENES, WPI, NPL, XPESP, CAS.

C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones nº
X	WO 9921900 A1 (CARA PLASTICS INC ET AL.) 06/05/1999. Ver página 10, tabla 1, líneas 4-8; Página 16, línea 28 – página 19, línea 27; página 21, líneas 10-27; Ejemplos 23 y 24; reivindicaciones 1, 7 y 20.	1, 35-37
X	Güner, F. S. et al. "Polymer from triglycerides oils". Progress in Polymer Science, 2006, Vol. 31, páginas 633-630. Ver Apartado 3.3.2, Esquema 14, página 635, columna 1, párrafo 2.	2-13, 35-37
X	MY 142992 A (UNIV MALAYA) 14/02/2011. Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE.	14-17, 35-37
X	WO 2011062472 A1 (UNIV MALAYA ET AL.) 26/05/2011. Ver página 4, línea 19 – página 5, línea 32; página 8, líneas 20-29; Ejemplo 1.	14-17, 35-37

En la continuación del recuadro C se relacionan otros documentos

Los documentos de familias de patentes se indican en el anexo

* Categorías especiales de documentos citados:

"A" documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.

"E" solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.

"L" documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).

"O" documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.

"P" documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.

"T" documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.

"X" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.

"Y" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.

"&" documento que forma parte de la misma familia de patentes.

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional.
18/12/2012

Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional.
17-ENERO-2013 (17/01/2013)

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional
OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS
Paseo de la Castellana, 75 - 28071 Madrid (España)
Nº de fax: 91 349 53 04

Funcionario autorizado
N. Martín Laso
Nº de teléfono 91 3493278

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONALSolicitud internacional nº
PCT/IB2012/001954

C (Continuación).		DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES
Categoría *	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones nº
X	WO 2009058368 A1 (CARGILL INC ET AL.) 07/05/2009. Ver párrafos 18, 25 y 26; Figura 1; Ejemplo 1.	22-26, 35-37
X	US 7932409 B2 (MALASYAN PALM OIL BOARD) 26/04/2011. Ver Figura 1; reivindicaciones 5, 10, 11, 12 y 15.	27-37
X	GB 2428677 A (MALAYSIAN PALM OIL BOARD) 07/02/2007. Ver reivindicación 1.	27-37
Y	WO 2010058918 A2 (S M POT CO LTD ET AL.) 27/05/2010. Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE	18-21
Y	Singh, A. K. et al. "Transesterification of Soybean Oil Using Heterogeneous Catalysts". Energy Fuels, 2008, Vol. 33, N. 3, páginas 2067-2069. Ver resumen.	18-21

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Informaciones relativas a los miembros de familias de patentes

Solicitud internacional nº

PCT/IB2012/001954

Documento de patente citado en el informe de búsqueda	Fecha de Publicación	Miembro(s) de la familia de patentes	Fecha de Publicación
WO9921900 A	06.05.1999	AU1191099 A US6121398 A	17.05.1999 19.09.2000
MY142992 A	14.02.2011	NINGUNO	
WO2011062472 A	26.05.2011	US2012296014 A	22.11.2012
WO2009058368 A	07.05.2009	US2010267925 A	21.10.2010
US7932409 B	26.04.2011	US2008293913 A SG148083 A	27.11.2008 31.12.2008
GB2428677 AB	07.02.2007	DE102006036072 A SG130109 A US2007110877 A	15.02.2007 20.03.2007 17.05.2007
WO2010058918 A	27.05.2010	KR20100056370 A	27.05.2010

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional nº

PCT/IB2012/001954

Recuadro II Observaciones cuando se estime que algunas reivindicaciones no pueden ser objeto de búsqueda (continuación del punto 2 de la primera hoja)

Este informe de búsqueda internacional no se ha realizado en relación a ciertas reivindicaciones según el artículo 17.2.a) por los siguientes motivos:

1. Las reivindicaciones n^{os}:
se refieren a un objeto con respecto al cual esta Administración no está obligada a proceder a la búsqueda, a saber:

2. Las reivindicaciones n^{os}:
se refieren a elementos de la solicitud internacional que no cumplen con los requisitos establecidos, de tal modo que no pueda efectuarse una búsqueda provechosa, concretamente:

3. Las reivindicaciones n^{os}:
son reivindicaciones dependientes y no están redactadas de conformidad con los párrafos segundo y tercero de la regla 6.4(a).

Recuadro III Observaciones cuando falta unidad de invención (continuación del punto 3 de la primera hoja)

La Administración encargada de la Búsqueda Internacional ha detectado varias invenciones en la presente solicitud internacional, a saber:

Ver hoja adicional.

1. Dado que todas las tasas adicionales requeridas han sido satisfechas por el solicitante dentro del plazo, el presente informe de búsqueda de tipo internacional comprende todas las reivindicaciones que pueden ser objeto de búsqueda.
2. Dado que todas las reivindicaciones que pueden ser objeto de búsqueda podrían serlo sin realizar un esfuerzo que justifique tasas adicionales, esta Administración no requirió el pago de tasas adicionales.
3. Dado que tan sólo una parte de las tasas adicionales requeridas ha sido satisfecha dentro del plazo por el solicitante, el presente informe de búsqueda de tipo internacional comprende solamente aquellas reivindicaciones respecto de las cuales han sido satisfechas las tasas, concretamente las reivindicaciones n^{os}:
4. Ninguna de las tasas adicionales requeridas ha sido satisfecha por el solicitante dentro de plazo. En consecuencia, el presente informe de búsqueda de tipo internacional se limita a la invención mencionada en primer término en las reivindicaciones, cubierta por las reivindicaciones n^{os}:

Indicación en cuanto a la protesta

- Se acompañó a las tasas adicionales la protesta del solicitante y, en su caso, el pago de una tasa de protesta.
- Se acompañó a las tasas adicionales la protesta del solicitante, pero la tasa de protesta aplicable no se pagó en el plazo establecido para ello.
- El pago de las tasas adicionales no ha sido acompañado de ninguna protesta.

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional nº

PCT/IB2012/001954

HOJA ADICIONAL DE RECUADRO III

La presente invención se refiere a métodos de preparación de polioles a partir de aceite de palma mediante procesos de maleinización, glicerólisis, transesterificación, alcoholisis-epoxidación o epoxidación-glicerólisis, a polioles y espumas de poliuretano.

El concepto único general que deriva de la presente solicitud consiste en la obtención de polioles a partir de aceites de palma.

Dicho concepto es conocido dado que ya ha sido divulgado en el documento WO2007/123637 que cita el solicitante en la solicitud, relativo a un método de obtención de polioles a partir de aceite de palma mediante un proceso de epoxidación-metanolisis e igualmente la búsqueda realizada ha revelado que dicho concepto único general es conocido, habiendo sido divulgado en cualquiera de los documentos D01-D09 relativos a distintos métodos de obtención de polioles a partir de aceite de palma.

Dado que el concepto único general es conocido, no puede ser inventivo y, por tanto, incumple los requisitos establecidos en la regla 13.1 del PCT. Asimismo, no es posible identificar otros elementos técnicos o correspondientes en el sentido de la regla 13.2 PCT y existe, por lo tanto, una falta de unidad de invención.

La administración encargada de la búsqueda internacional considera que existen 5 invenciones cubiertas por las siguientes reivindicaciones:

- > Invención 1: Reivindicaciones 1-13, 35-37. Método de producción de polioles a partir de aceite de palma basado en la maleinización de los ácidos grasos contenidos en el aceite.
- > Invención 2: Reivindicaciones 14-17. Método de producción de polioles a partir de aceite de palma mediante glicerólisis de dicho aceite.
- > Invención 3: Reivindicaciones 18-21. Método de producción de polioles a partir de aceite de palma basado en un proceso de transesterificación.
- > Invención 4: Reivindicaciones 22-26. Método de producción de polioles a partir de aceite de palma mediante alcoholisis del aceite y posterior epoxidación.
- > Invención 5: Reivindicaciones 27-34. Método de producción de polioles a partir de aceite de palma mediante epoxidación del aceite y posterior glicerólisis.