

cm

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 14-023080-00000-0000

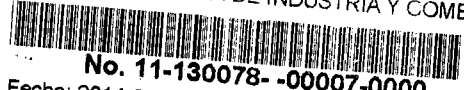
Fecha: 2014-02-04 16:37:19 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 411 PRESENTACION Folios: 58



Industria

SUPERINTENDENCIA

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 11-130078-00007-0000

Fecha: 2014-02-04 16:37:19 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 851 DIVISIONAL Folios: 58

DELEGATURA DE PROPIEDAD INDUSTRIAL

División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD
PATENTE DE INVENCION

21. EXPEDIENTE No. _____

54. TÍTULO _____
PROCESO DE OBTENCION DE POLIURETANOS A PARTIR DE
ACEITE DE PALMA Y POLIURETANOS OBTENIDOS

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL _____

71. SOLICITANTE INDUPALMA LTDA

DOMICILIO BOGOTA, D.C., COLOMBIA

74. APODERADO LUZ CLEMENCIA DE PAEZ
C.C. 35.456.344 de Usaquén

22. BOGOTÁ, D.C., _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO  No. 11-130078- -00007-0000 Fecha: 2014-02-04 16:37:19 Dep. 2020 DIR.NUEVASCOR Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO Act. 851 DIVISIONAL Folios: 58	SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO6  No. 14-023080- -00000-0000 Fecha: 2014-02-04 16:37:19 Dep. 2020 DIR.NUEVASCOR Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO Act. 411 PRESENTACION Folios: 58
---	---

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES

CONVERSIÓN, DIVISIÓN Y FUSIÓN DE SOLICITUDES

1. Identificación del Trámite

☐ Conversión

☒ División

☐ Fusión

☒ Patente de Invención

☐ Patente de Modelo de Utilidad

☐ Registro de Diseño Industrial

☐ Esquema de Trazado de Circuitos Integrados

2. Datos del solicitante

Persona Natural ☐

Persona Jurídica ☒

INDUPALMA LTDA.

Nombre o denominación / Nombre o razón social completa

Nombre representante legal

Tipo de empresa Micro ☐ Pequeña ☐ Mediana ☐ Otra ☐

Documento de identificación: ☐ C.C. ☐ C.E. ☐ NIT ☐ Otro Número _____

Nacionalidad/País de constitución	Dirección y domicilio del titular	Ciudad
Colombia	Calle 67 No. 7-94, Bogotá, Colombia	Bogotá
Dirección electrónica		No. Fax
clientes@cavelier.com		2 11 86 50
		Número telefónico
		3 47 36 11

☐ Autorizo expresamente a la Superintendencia de Industria y Comercio para que todas las comunicaciones sean enviadas a través de la dirección de correo electrónico

3. Datos del apoderado:

Apellidos y Nombre

Documento de identificación

Tarjeta profesional

De Páez Luz Clemencia

C.C. 35.456.344

T.P.A. 23.555

Dirección y domicilio		Ciudad
Carrera 4ª No. 72 -35		Bogotá
Dirección electrónica	No. Fax	Número telefónico
cavelier@cavelier.com	2 11 86 50	3 47 36 11

En caso de haber presentado poder general para asuntos que se adelanten ante la Delegatura de Propiedad Industrial, sírvase indicar el número de su radicación o protocolo de poder general

4.

Datos del trámite

CONVERSION

Expediente _____

De: _____
A: _____

DIVISION

Expediente : **11.130.078**
De: _____
A: _____

FUSION

Expediente _____

De: _____
A: _____

5.

Comprobante de Pago No 14-008914

Fecha 2014/01/27

Comprobante de Pago No 14-0012756

Fecha 2014/02/04

6.

Anexos

☒

Comprobante de pago de la tasa de presentación solicitud por \$464.000.

☒

Comprobante de pago por 7 reivindicaciones adicionales después de la décima reivindicación por \$217.000

☒

Poder, si fuere el caso con el que se acredita la representación

☒

Documento que contiene la conversión, división o fusión de la solicitud

☐

Copia de la solicitud y sus anexos en formato magnético

7. Firma	
Nombre y apellidos	Firma
LUZ CLEMENCIA DE PAEZ	
C.C. 35.456.344 DE Usaquén	Tarjeta Profesional 23.555

NOTA: Esta es una solicitud de división de la materia contenida originalmente en la solicitud de patente No. **11.130.078**. La solicitud de división de la materia se hace como consecuencia de las observaciones hechas por ese Despacho y que fueron dadas a conocer al solicitante por medio del oficio No. 17788 notificado por fijación en lista del 24 de septiembre de 2013. Por lo tanto pido que esta solicitud de división de materia sea tratada con el beneficio de presentación de la solicitud original, esto es 03 de octubre de 2011.

Nota: La copia básica original se encuentra en el expediente No. **11.130.078**.

PROCESO DE OBTENCIÓN DE POLIURETANOS A PARTIR DE ACEITE DE PALMA Y POLIURETANOS OBTENIDOS

CAMPO DE LA INVENCION

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 INVENCION

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 epoxidado 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 epoxidado 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 hexametildiisocianato. 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, higuierilla 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 INVENCION

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 perfoómico *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 ejemplificando la producción de un poliol a partir de aceite de palma mediante la Ruta 1.

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

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

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

La figura 5 muestra un esquema ejemplificando 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 INVENCION

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 metanólisis del aceite de palma. Dicha metanólisis 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 polioli.

EJEMPLO 2 – Obtención de polioli 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.

Aparte, 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 se 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 se 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 se 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 rotoevaporación 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 rotoevaporación 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 polioli obtenido con la ruta 1 por el primer método

Se procede a la formación del pre-polímero tomando 30 g de polioli, 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 enfría 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 (triethylamina) 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 polioli obtenido con la ruta 1 por el segundo método

Se procede a la formación del pre-polímero adicionando 12 g de polioli, 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 enfría 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 polioli obtenido con la ruta 2

Se toman 13 g de polioli 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 (dibutylin 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 polioli 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 poliols y de los productos obtenidos a partir de éstos, en vista de los anteriores ejemplos ha arrojado los siguientes rangos de propiedades:

Poliols 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
	30
3	3
	7
	11
	15
	19
	23
	27
	31
4	4
	8
	12
	16
	20
	24
	28
	32

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 polirol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
1 - Método 1	1	Aceite de palma	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	0,23 mgKOH/g muestra	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.	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 torna de color café claro. Apariencia opaca. Su apariencia es la de una dispersión (se observan burbujas).	
		Anhídrido maleico.						
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. Monoglicérido Bloqueado: T=90 °C, t=3,5 h, 200 rpm. 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.		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.	Color café claro, presenta separación de fases cuando se deja en reposo. Apariencia opaca.	
		Anhídrido maleico.			HDI			
		Glicerina (99,5% pureza)			MEKO			
		Hidróxido de sodio.			TEA			
		Cloruro de Sodio						
		Ácido sulfúrico (99,5% pureza)						
		Metil éstil cetona (MEK)						
		Ácido toluen sulfónico.						
		Tolueno						
		Anhídrido maleico.						
		Toluen diisocianato (TDI)						
		Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza).						
		Etanol.						

23

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
1 - Método 1	1	Aceite de palma	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.	
		Anhídrido maleico.						
1 - Método 1	2	Aceite de palma	Maleinización: T= 200 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	1,32 mgKOH/g muestra	N.A	N.A	N.A	N.A.
		Anhídrido maleico.						
1 - Método 1	3	Aceite de palma	Maleinización: T= 200 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	1,43 mgKOH/g muestra	N.A	N.A	N.A	N.A.
		Anhídrido maleico.						
1 - Método 2	1	Aceite de palma	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	2,41 mgKOH/g muestra	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.	Barniz de consistencia homogénea. Color Beige. Viscosidad media. Olor fuerte.	
		Anhídrido maleico.			TDI			
		Glicerina (99,5% pureza)			Meko,			
		Hidróxido de sodio.			TEA			
		Cloruro de Sodio						
		Ácido sulfúrico (99,5% pureza)						
		Metil éstil cetona (MEK)						
		Ácido toluen sulfónico.						
		Tolueno						
		Anhídrido maleico.						
		Toluen diisocianato (TDI)						
		Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza).						
		Etanol.						

25/05

Ruta	No. Experimento	Preparación de polirol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
1 - Método 2	2	Aceite de palma	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	27,13 mgKOH/g muestra	N.A.	N.A.	N.A.	
		Anhídrido maleico.						
		Glicerina (99,5% pureza)						
		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 etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza).						
		Etanol.						
1 - Método 2	3	Aceite de palma	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	15,03 mgKOH/g muestra	N.A.	N.A.	N.A.	
		Anhídrido maleico.						
		Glicerina (99,5% pureza)						
		Hidróxido de sodio.						
		Cloruro de Sodio						
		Ácido sulfúrico (99,5% pureza)						
		Metil éstil cetona (MEK)						
		Ácido toluen sulfónico.						
		Tolueno						
		Anhídrido maleico.						
		Toluen diisocianato (TDI)						

28

Ruta	No. Experimento	Preparación de polirol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza). Etanol.						
6	1	Aceite de palma Glicerol Hidróxido de Sodio Terbutanol. (20 ml) Ácido Clorhídrico n-Hexano. (40 ml)	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.	19,33 mgKOH/g muestra	Dietilenglicol TDI Surfactante. Dibutyltin Dilaureate (DBTDL). Agua	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Color amarillo. Aspecto sólido, se observa grasoso. No se observa poroso, no formó una espuma.	
6	2	Aceite de palma Glicerol Hidróxido de Sodio Terbutanol. (20 ml) Ácido Clorhídrico n-Hexano. (40 ml)	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Polietilenglicol TDI Surfactante. Dibutyltin Dilaureate (DBTDL). Agua	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Al reaccionar quedó de consistencia arenosa y al meterlo en el molde se tornaba blando al tocarlo, con los días se endureció. Su color es amarillo claro.	
20	1	Aceite de palma. Metanol Hidróxido de Sodio Acido fosfórico (H3PO4) Peróxido de Hidrógeno (H2O2) Benceno Dietilenglicol (DEG). Acido Fórmico Cloruro de Sodio	Metanólisis: Temperatura: 70 °C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. 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.		Poliol de palma Dietilenglicol Surfactante catalizador agua IPDI	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Espuma porosa. Inicialmente su color fue blanco, pero se oxidó y se tomó un color amarillo claro. Es sólida pero aparece líquido sobre la superficie, parece exceso de un reactivo, posiblemente es isocianato. Al tocarse se siente rígida.	

Ruta	No. Experimento	Preparación de polioli			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
20	2	Aceite de palma.	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. 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.		Poliol de palma	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Es una espuma de color blanco, se le observan poros. Se observa mojada, un poco grasoso. Es un sólido consistente.	
		Metanol			Surfactante			
		Hidróxido de Sodio			catalizador			
		Acido fosfórico (H3PO4)			agua			
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)			IPDI			
		Benceno						
		Dietilenglicol (DEG).						
		Acido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
2	1	Aceite de palma.	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Dietilenglicol	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Color Naranja. Homogéneo. Se toca más rígido que los demás. Inicialmente parece una masa pastosa. Tarda un poco de tiempo en volverse sólido.	
		Glicerol.			HDI			
		Hidróxido de Sodio			Surfactante.			
		Terbutanol. (20 ml)			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
		Ácido Clorhídrico.			Agua			
		n-Hexano. (40 ml)						
2	2	Aceite de palma.	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Polietilenglicol	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	La mezcla es arenosa. Color Amarillo oscuro. No formó espuma.	
		Glicerol.			HDI			
		Hidróxido de Sodio			Surfactante.			
		Terbutanol. (20 ml)			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
		Ácido Clorhídrico.			Agua			
		n-Hexano. (40 ml)						

Ruta	No. Experimento	Preparación de polioli			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
2	3	Aceite de palma.	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Polietilenglicol	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	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.	
		Glicerol.			HDI			
		Hidróxido de Sodio			Surfactante.			
		Terbutanol. (20 ml)			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
		Ácido Clorhídrico.			Agua			
		n-Hexano. (40 ml)						
2	4	Aceite de palma.	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.	23,13 mgKOH/g muestra	Polietilenglicol	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	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.	
		Glicerol.			HDI			
		Hidróxido de Sodio			Surfactante.			
		Terbutanol. (20 ml)			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
		Ácido Clorhídrico.			Agua			
		n-Hexano. (40 ml)						
2	5	Aceite de palma.	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Polietilenglicol	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Se elaboró con un índice de 1. 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.	
		Glicerol.			HDI			
		Hidróxido de Sodio			Surfactante.			
		Terbutanol. (20 ml)			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
		Ácido Clorhídrico.			Agua			
		n-Hexano. (40 ml)						
2	6	Aceite de palma.	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Polietilenglicol	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.	
		Glicerol.			HDI			
		Hidróxido de Sodio			Surfactante.			
		Terbutanol. (20 ml)			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)			
		Ácido Clorhídrico.			Agua			
		n-Hexano. (40 ml)						

Ruta	No. Experimento	Preparación de polioli			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
2	7	Aceite 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	N.A	N.A.
2	8	Aceite de palma. Glicerol. óxido de plomo Terbutanol. (20 ml) Ácido Clorhídrico. n-Hexano. (40 ml)	Glicerólisis: T= 215°C, t= 1 h. Roto evaporación a 60 ° C, t= 5 h.					
4	1	Aceite de palma. Metanol Hidróxido de Sodio Acido fosfórico (H3PO4) Peróxido de Hidrógeno (H2O2) Benceno Dietilenglicol (DEG). Acido Fórmico Cloruro de Sodio	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=2,5 h, Agitación: 1000 rpm. 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.		Poliol de palma Dietilenglicol Surfactante catalizador agua HDI	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Color blanco. Es un sólido que presenta buena homogeneidad. Se observa un poco grasoso, un poco de líquido en la superficie.	
4	2	Aceite de palma. Metanol Hidróxido de Sodio Acido fosfórico (H3PO4) Peróxido de Hidrógeno (H2O2) Benceno Dietilenglicol (DEG). Acido Fórmico Cloruro de Sodio	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. 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.		Poliol de palma Dietilenglicol Surfactante catalizador agua HDI	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Color amarillo claro La mezcla presentó una buena homogeneidad. Sólido consistente. Es cremoso al tacto.	

Ruta	No. Experimento	Preparación de polioli			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
4	3	Aceite de palma.	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. 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.	2,21 mgKOH/g muestra	N.A.	N.A.	N.A.	
		Metanol						
		Hidróxido de Sodio						
		Acido fosfórico (H3PO4)						
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)						
		Benceno						
		Dietilenglicol (DEG).						
		Acido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
4	4	Aceite de palma.	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. 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.		N.A.	N.A.	N.A.	
		Metanol						
		Hidróxido de Sodio						
		Acido fosfórico (H3PO4)						
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)						
		Benceno						
		Dietilenglicol (DEG).						
		Acido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
3	1	Aceite de palma.	Reacción con pentaeritritol: T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.		Poliol de palma	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Polímero de consistencia pastosa y quebradiza. Color crema. Permite vaciado molde	
		PbO			Dietilenglicol			
		Pentaeritritol			Surfactante			
		Terbutanol. (20 ml)			catalizador			
		Ácido Clorhídrico.			agua			
		n-Hexano. (40 ml)			MDI			
3	2	Aceite de palma.	Reacción con pentaeritritol: T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.	11,86 mgKOH/g muestra	N.A	N.A	N.A.	
		PbO						
		Pentaeritritol						

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
		Terbutanol. (20 ml)						
		Ácido Clorhídrico.						
		n-Hexano. (40 ml)						
3	3	Aceite de palma.	Reacción con pentaeritritol: T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.		N.A	N.A	N.A.	
		PbO						
		Pentaeritritol						
		Terbutanol. (20 ml)						
		Ácido Clorhídrico.						
		n-Hexano. (40 ml)						
5 - Método 1	1	Aceite de palma	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h		Prepolímero	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.			MeKO, HDI, TEA			
5 - Método 2	1	Aceite de palma	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h		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.	En este barniz se observa separación de fases.	
		Anhídrido maleico.			MDI			
		Glicerina (99,5% pureza)			Meko,			
		Hidróxido de sodio.			TEA			
		Cloruro de Sodio						
		Ácido sulfúrico (99,5% pureza)						
		Metil éstil cetona (MEK)						
		Ácido toluen sulfónico.						
		Tolueno						
		Anhídrido maleico.						
		Toluen diisocianato (TDI)						
		Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza).						
		Etanol.						

27
31

Ruta	No. Experimento	Preparación de polioli			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
7	1	Aceite de palma.	Reacción con pentaeritritol: T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.		Poliol de palma	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Espuma con aspecto grasoso. Es muy pegajoso. Color amarillo. Se le dificulta un secado completo.	
		PbO			Dietilenglicol			
		Pentaeritritol			Surfactante			
		Terbutanol. (20 ml)			catalizador			
		Ácido Clorhídrico.			agua			
		n-Hexano. (40 ml)			TDI			
7	2	Aceite de palma.	Reacción con pentaeritritol: T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.		Poliol de palma	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Este producto es una modificación de la ruta planteada inicialmente, porque el Polioli utilizado es solamente Polioli 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 esta ruta donde el Polioli se combinó con el DEG.	
		PbO			Surfactante			
		Pentaeritritol			catalizador			
		Terbutanol. (20 ml)			agua			
		Ácido Clorhídrico.						
		n-Hexano. (40 ml)			TDI			
8	1	Aceite de palma.	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. 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.		Poliol de palma	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Es una espuma de color blanco, se observa un poco porosa. Es consistente, pero se ve quebradiza.	
		Metanol			Dietilenglicol			
		Hidróxido de Sodio			Surfactante			
		Acido fosfórico (H3PO4)			catalizador			
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)			agua			
		Benceno			MDI			
		Dietilenglicol (DEG).						
		Acido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
8	2	Aceite de palma.	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm.		Poliol de palma	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Es una espuma de color blanco. Su aspecto es similar al yeso.	
		Metanol			Surfactante			

Ruta	No. Experimento	Preparación de polioli			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Hidróxido de Sodio	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		Es muy quebradiza.	
		Acido fosfórico (H3PO4)			agua			
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)			TDI			
		Benceno						
		Dietilenglicol (DEG).						
		Acido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
9	1	Aceite de palma	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.	Barniz color café. 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.	
		Anhídrido maleico.						
9 - Método 2	1	Aceite de palma	Maleinización: T= 180 ° C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h		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. Es una pasta sólida color café.	
		Anhídrido maleico.			TDI			
		Glicerina (99,5% pureza)			Meko			
		Hidróxido de sodio.			TEA			
		Cloruro de Sodio						
		Ácido sulfúrico (99,5% pureza)						
		Metil éstil cetona (MEK)						
		Ácido toluen sulfónico.						
		Tolueno						
		Anhídrido maleico.						
		Toluen diisocianato (TDI)						

33

Ruta	No. Experimento	Preparación de polioli			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza). Etanol.						
5	1. Polioli de aceite de palma crudo usando PbO	Aceite de palma crudo	Epoxidación:	# OH = 105,52 mg KOH/g muestra	Polioli de palma	Agitación vigorosa	Rápido crecimiento de la espuma que solidificó instantáneamente. Espuma rígida que no es grasosa al tacto.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	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					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
6	1. Polioli de aceite de palma crudo NaOH.	Aceite de palma crudo	Epoxidación:	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra	Polioli de palma	Agitación vigorosa	Reacción con continuo burbujeo y liberación de calor, luego de media hora aún no ha solidificado el producto, se nota un exceso de isocianato.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	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					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
7	1. Polioli de aceite de palma RBD NaOH.	Aceite de palma RBD	Epoxidación:	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	Polioli de palma	Agitación vigorosa	Poliuretano semirrígido, color amarillento y que solidificó rápidamente.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato			

Ruta	No. Experimento	Preparación de polioli			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
					(MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
8	1. Polioli de aceite de palma RBD PbO.	Aceite de palma RBD	Epoxidación:	# OH = 81,59 mg KOH/g muestra	Polioli de palma	Agitación vigorosa	El producto es de consistencia pastosa y no hubo evidencia de reacción como por ejemplo liberación de calor.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	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					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
Combinada 2 y 4	1	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 105,52 mg KOH/g muestra	Polioli de palma	Agitación vigorosa	La mezcla comienza a subir instantáneamente formando una espuma de baja densidad, se evidencia un tamaño de poro muy grande y de baja consistencia. Este producto no permite el vaciado, ni el desmolde.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	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					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
	2	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra	Polioli de palma	Agitación vigorosa	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.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Silicona 193C			

Ruta	No. Experimento	Preparación de polioli			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Metilen diisocianato (MDI)			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Agua			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	3	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Espuma quebradiza que crece rápidamente y cuyo interior es poco compacto.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Agua	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					
	4	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 105,52 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	No se evidencia la reacción, se hace el vaciado al molde de un líquido viscoso color amarillo cremoso.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Agua	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					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
	5	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 81,59 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Se obtuvo un producto compacto pero es muy frágil al	

Ruta	No. Experimento	Preparación de polioli			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Agua	Temperatura ambiente	contacto.	
		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					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
	6	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Material rígido al tacto, de secado rápido, no es grasoso, es de menor tamaño de poro que las espumas obtenidas anteriormente, es de densidad media. Se observa un exceso de isocianato.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	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					
	7	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	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		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					

Ruta	No. Experimento	Preparación de polirol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	8	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 105,52 mg KOH/g muestra	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		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
	9	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 81,59 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Espuma rígida, de densidad media 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		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
	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 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			

Ruta	No. Experimento	Preparación de polioli			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	11	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Se obtuvo un poliuretano rígido de color blanco, muy duro. No permite la agitación porque la reacción es muy rápida.	
		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					
	12	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Polímero 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).			
		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					

Ruta	No. Experimento	Preparación de polirol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
	13	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Se obtuvo una espuma de color blanco de densidad alta, con poro en forma ovalada, de consistencia rígida.	
		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					
	14	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 32,84 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Se agitó manualmente, sin embargo no se evidenciaron características típicas de la reacción (cambios en temperatura, burbujeo y crecimiento de la espuma), por el contrario quedo de aspecto líquido.	
		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:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	15	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 88,97 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	No se evidenció la formación de la espuma.	
		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 polirol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		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.		Agua			
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	16	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 88,97 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Se observó burbujeo, incremento de la temperatura y un crecimiento en la espuma que se notaba sin solidificar totalmente	
		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.		Agua			
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	17	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 401,4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Poliuretano rígido de buena consistencia aunque el tamaño del poro es grande	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		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					

Ruta	No. Experimento	Preparación de polirol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
	18	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 401,4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Polímero con un tamaño de poro pequeño y buenas propiedades de rigidez.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		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					
	19	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 437,66 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Polímero con un tamaño de poro pequeño y buenas propiedades de rigidez. Se escoge para el rango de caracterización de PU rígido.	Módulo de Young = 33,3293 Mpa Esfuerzo máximo = 3,1673 Mpa
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		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 = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	20	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 433.08 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Presenta homogeneidad, buen tamaño de poro, presenta buena rigidez.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato			

24

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
					(MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 180°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 650 rpm					
	21	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Presenta homogeneidad, buen tamaño de poro y en general buen aspecto físico.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		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 Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	22	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 79.97 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Se encontró que parte del poliol no reaccionó y quedó en la parte inferior, encontrándose una espuma blanca en la parte superior. La velocidad de reacción fue lenta.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		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 Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	23	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Este poliuretano presenta buenas características, sin embargo comparado con el del	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol	Temperatura ambiente		

Ruta	No. Experimento	Preparación de polirol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
					(BDO)		mismo número de hidroxilo, pero con DEG es menor su rigidez.	
		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 Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	24	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Este poliuretano presenta buenas características, es un producto semirrígido.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		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 Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	25	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Presenta buena reproducibilidad y se envía para prueba de caracterización por densidad.	Densidad = 0,133 g/cm ³
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		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.					

44

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
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	26	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Presenta buena reproducibilidad y se envía para prueba de caracterización por compresión	Módulo de Young = 1,32276 Mpa Esfuerzo máximo = 0,08760 Mpa
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		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 Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	27	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 437,66 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Polímero con un tamaño de poro pequeño y buenas propiedades de rigidez. Se escoge para el rango de caracterización de PU rígido por densidad.	Densidad = 0,450 g/cm ³
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		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 = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma **CARACTERIZADO PORQUE** consta de 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
- r) Al poliol obtenido del paso q), se le adiciona surfactante y metil etil cetona y hacer reaccionar la mezcla a una temperatura de 50°C durante un período de treinta minutos
- s) Adicionar toluen diisocianato con agitación mecánica a una temperatura de 70°C
- t) Enfriar a 50°C
- u) Adicionar metil etil cetóxima hasta bloquear los grupos NCO libres
- v) Adicionar trietilamina en un reactor agitado

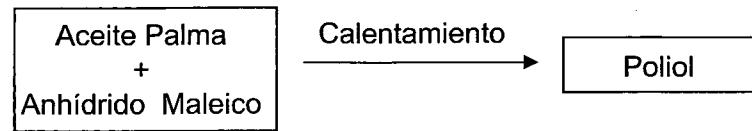
- w) Adicionar agua, gota a gota, para formar una emulsión en una cantidad de 50% en peso.
2. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** el poliol del paso q tiene un peso molecular entre 374 y 3366 con un número de hidroxilo entre 50 y 450 mgKOH/g muestra.
 3. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** 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. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** el paso de lavado e) se realiza hasta que el pH esté entre 6 y 8.
 5. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** la fase orgánica del paso f) se calienta a una temperatura entre 75°C y 85°C.
 6. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** 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. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** 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. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** el paso de lavado h) se realiza hasta que el pH esté entre 6 y 8.
 9. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** 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. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** 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. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** el enfriamiento del paso l) se realiza hasta que la mezcla adquiere una temperatura de 100°C, con agitación permanente.
12. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** en el paso n) el tiempo de reacción varía entre 50 y 70 minutos.
13. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** 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. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma **CARACTERIZADO PORQUE** el catalizador del paso g) puede ser acetato de plomo, acetato de calcio, óxido de plomo, ricinoleato de litio, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido sulfónico o hidróxido de sodio.
15. Poliuretano **CARACTERIZADO PORQUE** se obtiene por el proceso de la reivindicación 1.
16. Poliuretano de la reivindicación 15 **CARACTERIZADO 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.
17. Poliuretano de la reivindicación 15 **CARACTERIZADO 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.

RESUMEN DE LA INVENCION

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 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

Método 1:



Método 2:

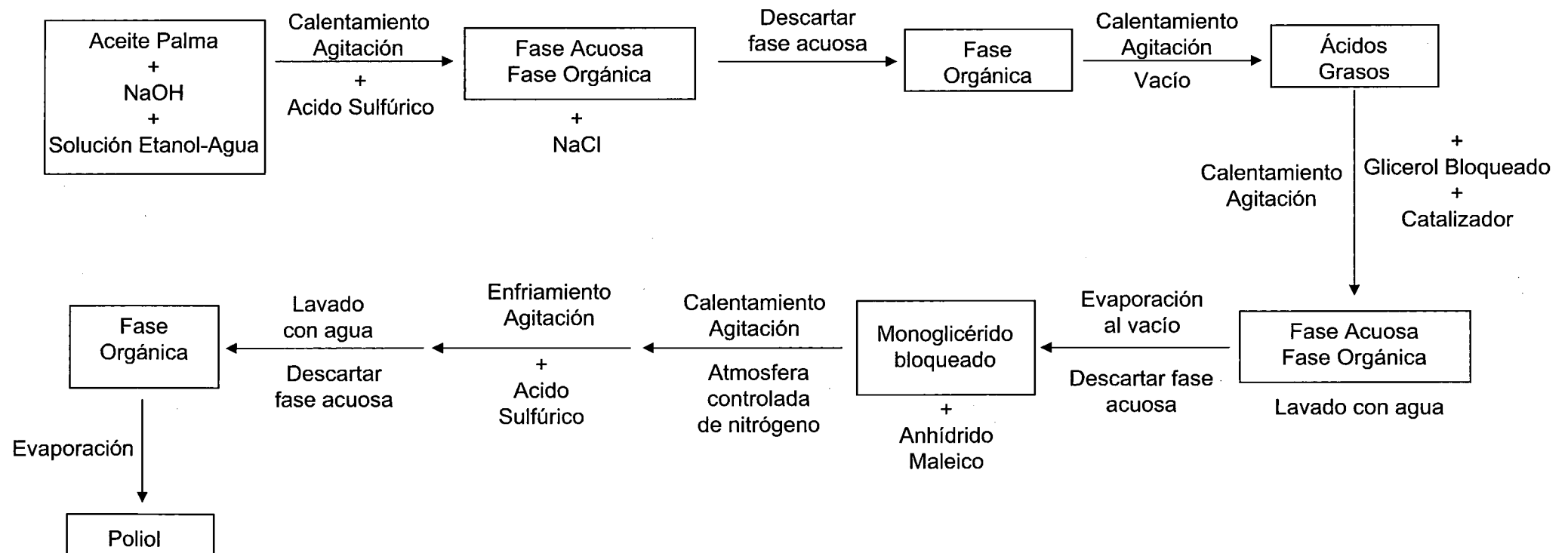


FIG. 1 – Ruta 1: Maleinización del aceite de palma y Maleinización de los ácidos grasos

50

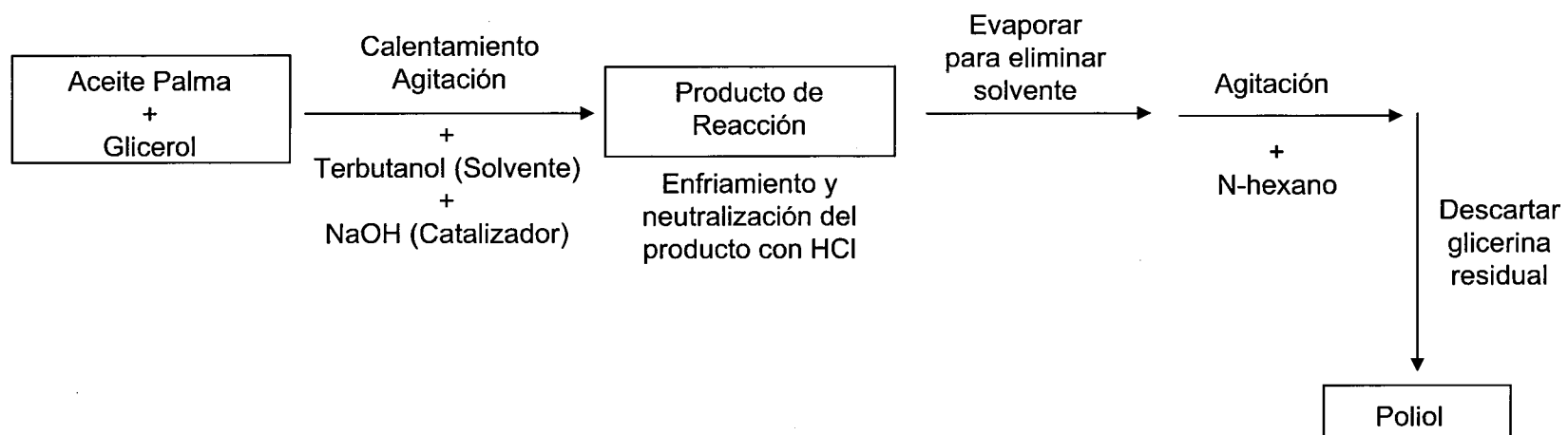


FIG. 2 – Ruta 2: Glicerólisis de aceite de palma

FS/

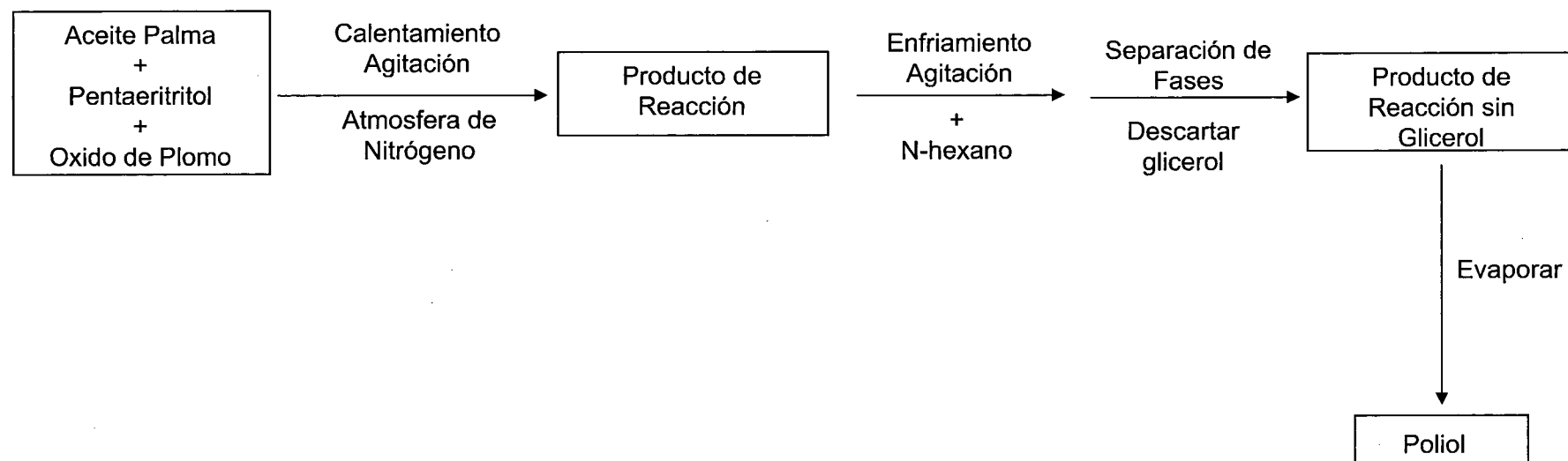


FIG. 3 — Ruta 3: Transesterificación con pentaritritol

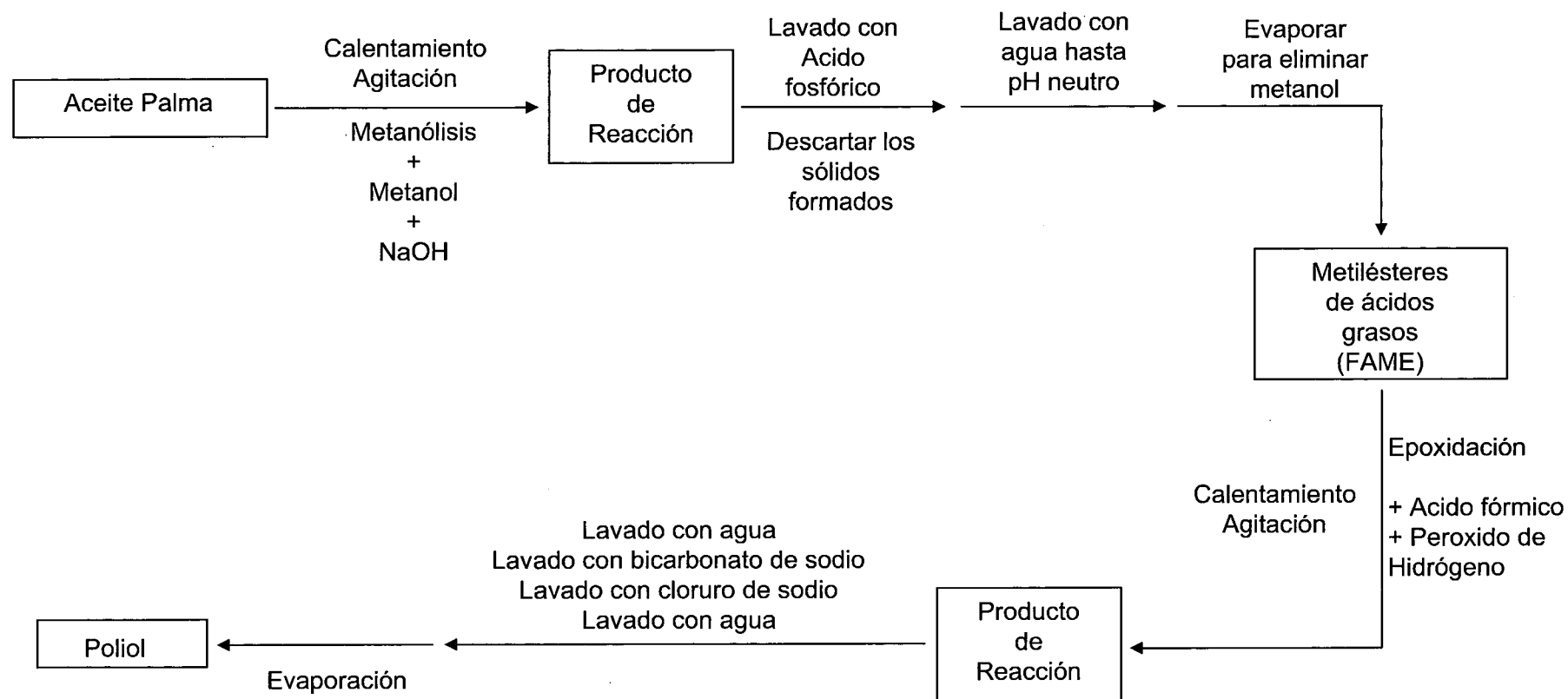


FIG. 4 — Ruta 4: Epoxidación del doble enlace

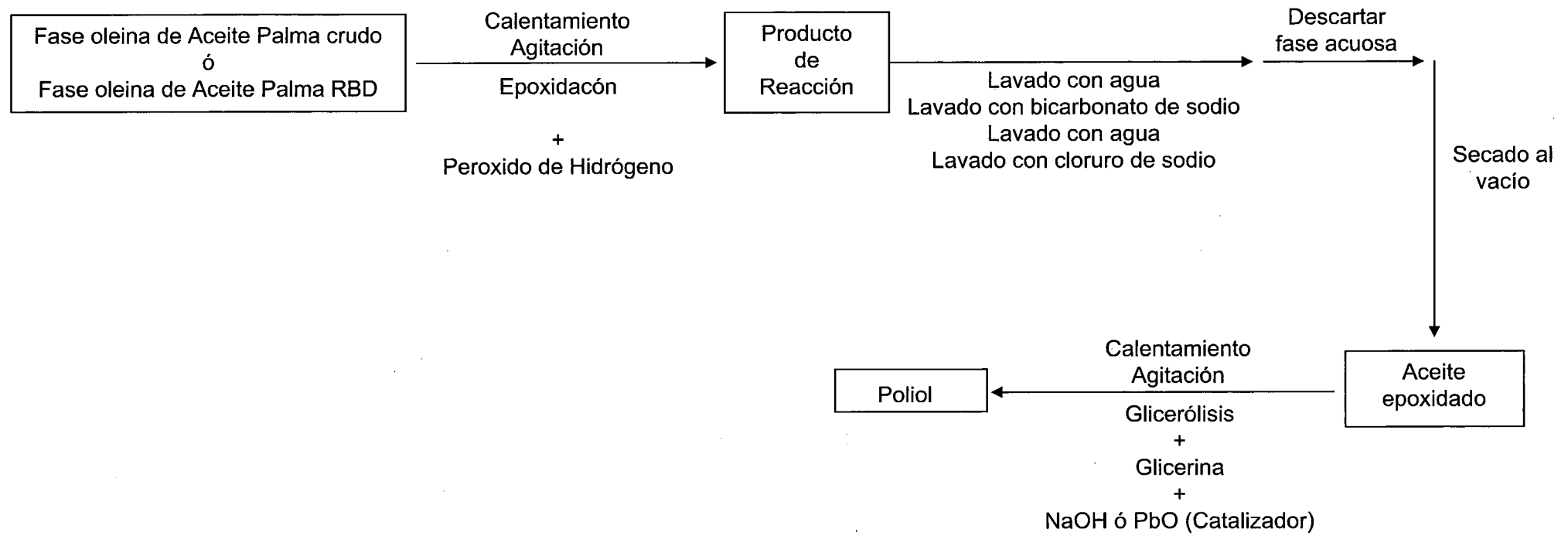


FIG. 5 – Ruta 4 + Ruta 2

Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	Espacio reservado para el adhesivo de radicación
--	--

DELEGATURA PARA LA PROPIEDAD INDUSTRIAL
FORMULARIO PARA OTORGAR PODER A ABOGADO
EN LOS TRÁMITES DE PROPIEDAD INDUSTRIAL

1. Datos del otorgante

☐ Persona Natural ☒ Persona Jurídica

INDUSTRIAL AGRARIA LA PALMA LTDA. (INDUPALMA)

Nombre o denominación/Razón Social completa (En caso de que haya más de un solicitante, relaciónese en hoja adjunta)

Nombre del Representante: RUBEN DARIO LIZARRAL DE MONTOYA

Nacionalidad/País de constitución	Dirección del otorgante	
Colombia	Calle 67 No. 7-94 Piso 8, Bogotá, Colombia	
Dirección Electrónica	No. Fax	Número Telefónico
clientes@cavelier.com	2118650	3473611

2. Datos del Apoderado

Principal	35.456.344	23.555
Luz Clemencia Suárez de Páez		
Primer Suplente		
Jorge Chávarro Aristizabal	16.209.330	40.119
Segundo Suplente		
Oscar Correa Barbosa	79.524.634	71.027
Tercer Suplente		
Edna Dammaly Sarmiento Charry	52.006.265	65.794

Apellidos y Nombre Documento de Identificación T.P. (sólo abogados Profesionales)

Nacionalidad/País de constitución	Dirección del Apoderado	
Colombiana	Carrera 4 No. 72-35, Bogotá, Colombia	
Dirección Electrónica	No. Fax	Número Telefónico
cavelier@cavelier.com	2118650	3473611

Autorizo expresamente a la Superintendencia de Industria y Comercio para que todas las comunicaciones sean enviadas a través de la dirección de correo electrónico.

© CAVELIER ABOGADOS

Mediante el presente documento, la persona indicada en el punto 1 de este documento nombra a las personas que se identifican en el punto 2 como sus apoderados en los términos del artículo 66 del Código de Procedimiento Civil, para las actuaciones que se relacionan a continuación.

3. Actuaciones en cuestión:

Este poder concierne:

- ☒ Todas las solicitudes y/o registros actuales y futuros del otorgante.
- ☐ La(s) siguiente(s) solicitud(es) y/o registro(s):

NOMBRE	NUMERO DE SOLICITUD O REGISTRO

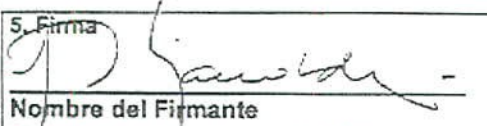
Nota: Si el espacio anterior no es suficiente, por favor relacione las actuaciones en hoja anexa.

4. Alcance del poder:

☒ Confiero expresamente al (los) apoderado(s) todas las facultades legales para que represente mi(s) interés(es) en la(s) actuación(es) señalada(s) en el punto 3 de este documento, incluyendo:

- ☒ Desistir de la(s) solicitud(es) y de la demás actuaciones
- ☒ Renunciar a los derechos del registro de signos distintivos o de nuevas creaciones
- ☒ Transigir
- ☒ Recibir
- ☒ Conciliar
- ☒ Ratificar los actos de agentes oficiosos

5. Firma


Nombre del Firmante
RUGEN DARIO LIZARRAL DE MONTOYA
C.C. 14.873.062

Fecha (Date)

, 2013


LUZ CLEMENCIA DE PAEZ
Firma del Apoderado

TP No. 23.555

Tarjeta Profesional

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800.176.089-2

-/-

57

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

RECIBO DE CAJA

No. 14 - 008914

Bogotá D.C., Enero 27 de 2014 - 13:58:36

RECIBIDO DE : CAVELIER ABOGADOS

NI 860.041.367

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	651470783	27/01/2014	17.581.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNIDITARIO	Vr. CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	2205 DIVISIONAL SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION CONT. DERE	464.000.00	464.000.00
				\$464.000.00

SON: **CUATROCIENTOS SESENTA Y CUATRO MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: _____

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 11-130078- -00007-0000

Fecha: 2014-02-04 16:37:19 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 851 DIVISIONAL Folios: 58

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 14-023080- -00000-0000

Fecha: 2014-02-04 16:37:19 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 411 PRESENTACION Folios: 58

0010/8331-801002-G

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia

Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

Enero 27 de 2014 - 13:58:40

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800.176.089-2

-/-

50

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

RECIBO DE CAJA

No. 14 - 0012756

Bogotá D.C., Febrero 04 de 2014 - 12:27:04

RECIBIDO DE : CAVELIER ABOGADOS

NI 860.041.367

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	651483895	04/02/2014	22.509.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNDITARIO	Vr. CONCEPTO
7	50005-01-01 SOLICITUDES	1607 REIVINDICACION PATENTE UNITARIA ADICIONAL A LAS 10 INIC	31.000.00	217.000.00
				\$217.000.00

SON: **DOSCIENOS DIECISIETE MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: _____

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 11-130078- -00007-0000

Fecha: 2014-02-04 16:37:19 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 851 DIVISIONAL Folios: 58

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 14-023080- -00000-0000

Fecha: 2014-02-04 16:37:19 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 411 PRESENTACION Folios: 58

Código: 18332-802-002-5

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C. - Colombia

Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

, Febrero 4 de 2014 - 12:27:08