



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 363 092**

51 Int. Cl.:
C07D 311/72 (2006.01)
B01D 3/14 (2006.01)
F25J 3/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05779332 .5**
96 Fecha de presentación : **13.08.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1778664**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.05.2007**

54 Título: **Proceso para la rectificación de acetato de vitamina E.**

30 Prioridad: **19.08.2004 CH 1365/04**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
20.07.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
20.07.2011

73 Titular/es: **DSM IP ASSETS B.V.**
Het Overloon 1
6411 TE Heerlen, NL

72 Inventor/es: **Herguijuela, Juan;**
Pietzonka, Werner;
Wildermann, Angela y
Wolf, Thomas

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 363 092 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso para la rectificación de acetato de vitamina E

5 La invención se refiere a un proceso para la rectificación de mezclas de acetato de tocoferol - al que se hace referencia también como acetato de vitamina E (VEA) - para separación de impurezas de punto de ebullición inferior y punto de ebullición superior del producto útil.

10 El VEA obtenido por esterificación de vitamina E con anhídrido acético, al que se hace referencia también en lo sucesivo como VEA bruto, puede liberarse de los residuos sustanciales de ácido acético y anhídrido acético y otras impurezas, por ejemplo, por pasos de destilación multietápicos en evaporadores de película descendente, evaporadores de película fina, etc. Usualmente, una mezcla de reacción de este tipo contiene luego aproximadamente 94% en peso de VEA, 1-2% en peso de sustancias de punto de ebullición bajo (principalmente fitadienos), aproximadamente 2-3% en peso de isómeros no especificados del producto útil (VEA) y 1-2% en peso de componentes secundarios de punto de ebullición alto.

15 En la purificación industrial de una corriente de producto que contiene VEA, por ejemplo, se utilizan cascadas de evaporadores de recorrido corto. Una separación lo más completa posible de las sustancias de punto de ebullición bajo de la corriente de producto que fluye a la cascada de evaporadores de recorrido corto es decisiva para el dimensionamiento y la operación de los evaporadores de recorrido corto y el sistema de vacío a las presiones muy bajas requeridas. Un evaporador de película fina que opera por lo general a aproximadamente 1 mbar y que tiene por objeto la eliminación de los componentes que hierven a temperatura baja se conecta para ello aguas arriba de la cascada de evaporadores de recorrido corto. La corriente de vapores producida en el evaporador de película fina contiene sustancialmente fitadienos, acetato de vitamina E y residuos de ácido acético y anhídrido acético, y se condensa virtualmente por completo en un sistema de condensadores situado aguas abajo. A causa del alto contenido de componentes que hierven a temperatura baja, el condensado obtenido no puede utilizarse ulteriormente y se desecha. Debido a la posición del equilibrio de fases, la proporción de VEA en esta corriente de vapores es aproximadamente 13% en peso y la pérdida de VEA es aproximadamente 2,7%, basado en la cantidad de VEA de entrada. Una fracción de sustancias de punto de ebullición bajo de, usualmente, aprox. 2% en peso queda en el producto útil (producto de fondo del evaporador de película fina). El producto de fondo del evaporador de película fina se alimenta a la cascada de evaporadores de recorrido corto, en los cuales el VEA se enriquece ulteriormente por evaporación y condensación repetidas.

20 El proceso arriba descrito y destinado a la obtención de VEA tiene las desventajas siguientes. Como ya se ha mencionado, una parte del producto útil (VEA) sale del evaporador de película fina en la fase gaseosa pasando al sistema de condensación situado aguas abajo y se pierde finalmente. Además, sólo partes de las sustancias que hierven a temperatura baja se separan en el evaporador de película fina, que es por sí un aparato relativamente complicado y costoso, y el resto queda el producto útil y tiene que separarse más tarde por un procedimiento complicado. Al mismo tiempo, debido a la separación incompleta del producto principal de los subproductos en los pasos de purificación respectivos, este proceso incluye también corrientes recicladas que tienen que devolverse al proceso por un procedimiento relativamente complicado.

25 Dado que VEA está siendo utilizado en proporción creciente para nutrición humana o profilaxis en atención sanitaria, la pureza de este producto tiene que cumplir requisitos cada vez mayores. La calidad del VEA requerido para estos usos propuestos, a la que se hace referencia también más adelante como calidad de "grado farma" (PG), se define como sigue:

- Pureza \geq 97,5% en peso
- Incoloro a ligeramente amarillo verdoso

30 El VEA obtenido por el proceso arriba descrito tiene una pureza de $<$ 97% en peso. Con una pureza $>$ 92% en peso, el producto satisface la condición que se ha establecido para la denominada calidad de "grado técnico" (TG) del producto útil, pero no los requisitos de una calidad PG. Para uso como aditivo alimentario o para aplicaciones médicas, el mismo tiene que someterse por tanto a pasos de purificación ulteriores.

35 Es sabido que, en el tratamiento de las mezclas de productos por destilación, los resultados óptimos se obtienen generalmente cuando se utiliza la denominada destilación en contracorriente (a la que se hace referencia también como rectificación), es decir un proceso de destilación especial con paso en contracorriente del reflujo descendente y el vapor ascendente en columnas de rectificación. Es usual utilizar columnas en las cuales la mezcla a separar se introduce en la parte media de la columna, el vapor se enriquece con componentes más fácilmente volátiles en su camino a través de la columna de abajo arriba y el reflujo se enriquece con vapores más difícilmente volátiles en su camino de arriba abajo. El transporte de material y calor se intensifica mediante elementos instalados en la columna, tales como platos de columna, rellenos aleatorios o rellenos estructurados, que aseguran un tiempo de contacto suficiente de las fases y un límite de fase suficientemente amplio.

Es sabido además que, para la separación de mezclas de punto de ebullición alto y termosensibles de sustancias que requieren una alta eficiencia de separación, lo cual incluye también la mezcla presente en este caso (VEA bruto), es preferible utilizar columnas de rectificación que tengan rellenos constituidos sistemáticamente por una geometría regular y que tengan regiones de paso definidas para las fases en contracorriente. Este es el caso en particular debido a que, comparados con los rellenos aleatorios, los rellenos estructurados regularmente se distinguen por una mayor capacidad de carga y un mejor efecto de separación, tienen una caída de presión específica más pequeña y requieren un menor volumen de rellenos, por lo que permiten también una menor altura para transmisión de masa y calor. Por esta razón se utilizan rellenos estructurados en todas las rectificaciones a vacío, en las cuales, debido a la sensibilidad térmica de la mezcla a separar, es particularmente importante una limitación de la caída de presión en la columna. Los rellenos de columna conocidos para este uso propuesto son rellenos de tela metálica del tipo BX y CY de Sulzer, rellenos de metal expandido del tipo Optiflow o Mellapak y de tipo Rhombopak de Sulzer y Kühni, respectivamente, y rellenos de tela metálica de eficacia similar de otras compañías, tales como Montz GmbH.

La rectificación de una mezcla que contiene VEA se describe, por ejemplo, en WO 97/02880. Sin embargo, la rectificación generalmente ventajosa para la purificación de productos en escala industrial presenta problemas importantes en este caso debido al alto punto de ebullición de VEA y su susceptibilidad de descomposición a temperaturas más altas. Sustancialmente destilación a alto vacío o incluso destilaciones moleculares se llevan a cabo por tanto a fin de poder destilar VEA a temperaturas lo más bajas posibles.

A pesar del uso de alto vacío, por regla general únicamente se alcanzan puridades de 97,3% (DE-A 27 43 920), 98% (DE-A 42 08 477 y JP-B-58 011 869), 98,5% (US-A 3.459.773) o 98,5 a 99% (DE-A 2160103), de acuerdo con la técnica anterior. Las puridades superiores a 99% se alcanzaron únicamente por destilación molecular, a saber puridades de 99,3% de acuerdo con JP-A 51/14671 y 99,5% de acuerdo con JP-A-62/226976, siendo necesario señalar que, en la investigación por los métodos más precisos de análisis utilizados actualmente y con el uso de sustancias de comparación más puras, se alcanzarían presumiblemente valores de pureza inferiores. Además, los rendimientos de destilación alcanzables de este modo son en todos los casos muy bajos, y tanto los costes de capital como los costes operativos crecientes de dichas plantas son por tanto muy altos debido a la extrema complejidad.

Es el objeto de la invención proporcionar un proceso para tratamiento de una corriente de producto que contiene VEA, proceso que no presenta las desventajas arriba mencionadas y que permite un método económico, que es sencillo en términos de ingeniería de proceso, para separar el producto útil con alta pureza y alto rendimiento. Adicionalmente, el proceso debe permitir también el uso de aparatos de separación que sean sencillos en términos de ingeniería de proceso y debe hacer posible la preparación de dos productos finales en proporciones diferentes y opcionalmente variables, productos que difieren en su pureza. Se considera también ventajoso desarrollar un proceso sin reciclo para el tratamiento de los productos en condiciones más suaves.

Este objeto se consigue por un proceso que tiene las características de la reivindicación de Patente 1.

Realizaciones ventajosas de la invención son el objeto de las reivindicaciones subordinadas.

La reivindicación 1 propone un proceso para el tratamiento de acetato de vitamina E, caracterizado porque, en una primera etapa de purificación, la corriente de producto se alimenta a una columna de rectificación (1), retirándose los productos de punto de ebullición bajo y los isómeros no especificados de acetato de vitamina E por el extremo superior (1a) de esta columna, retirándose una corriente que contiene el acetato de vitamina E en forma purificada por la extracción lateral (15) y/o por el fondo (1b) de la columna (1) y siendo así que la pérdida de producto útil en la primera etapa de purificación es menor que 5%, basado en la cantidad de VEA en la alimentación que se añade a la etapa de purificación por unidad de tiempo y porque, en una segunda etapa de purificación, la extracción lateral de acetato de vitamina E y/o la extracción por el fondo de la primera columna se alimenta a una segunda columna de rectificación y el acetato de vitamina E se retira en una corriente con una pureza > 97% en peso y una corriente ulterior con una pureza > 92% en peso, y caracterizado adicionalmente porque la extracción lateral o la extracción por el fondo de la primera columna de rectificación (1) se alimenta en la segunda etapa de purificación a una segunda columna de rectificación (19), y porque el acetato de vitamina E se retira de la segunda columna (19) como una extracción lateral con una pureza > 97% en peso y como una mezcla constituida por la extracción superior y el destilado de la extracción por el fondo con una pureza > 92% en peso.

De acuerdo con la invención, se desarrolló un concepto totalmente nuevo para la purificación de VEA. Únicamente se forman corrientes residuales puras (componentes de punto de ebullición bajo, es decir corrientes de sustancias de punto de ebullición bajo/corrientes que comprenden isómeros no especificados del producto útil/corrientes de subproductos de punto de ebullición alto, conteniendo en cada caso un contenido muy bajo de VEA) y corrientes del producto puro. Así pues, no se produce corriente alguna que requiera tratamiento ulterior, lo cual permite también la eliminación de un reciclaje desventajoso.

De acuerdo con la invención, las dos columnas de rectificación tienen rellenos estructurados que tienen una ratio de eficiencia de separación a caída de presión de, preferiblemente, > 15 platos teóricos por mbar de caída de presión (base: factor $F = 1 \text{ Pa}^{0,5}$, diámetro de columna 1 metro, mezcla de test cis-/trans-decalina). Un relleno estructural

particularmente adecuado es el relleno OPTIFLOW de Sulzer AG. De acuerdo con la invención, al menos la extracción lateral se efectúa en la segunda columna por condensación parcial de tal manera que el producto a separar sale de la columna como condensado y no como corriente de producto en forma de vapor. Para este propósito, las columnas incorporan detalles de diseño importantes que tienen trascendencia para el proceso de condensación.

- 5 Las ventajas de los procesos preferidos de acuerdo con la invención son las siguientes:
- Se consigue una separación neta en una sola columna, Usualmente, se requiere una pluralidad de columnas para este propósito.
 - 10 - En particular, la primera columna tiene una alta eficiencia de separación en combinación con una pequeña caída de presión.
 - Las pérdidas de productos son muy pequeñas.
 - 15 - La pureza del producto de grado farma es muy alta, con un contenido de VEA $\geq 97\%$ en peso.
 - El proceso muy flexible con relación a las cantidades de producto a producir en calidad PG o TG.

20 En una realización preferida adicional de la invención, antes de alimentar el VEA bruto a la primera columna, la corriente de producto se hace pasar para desgasificación a través de un evaporador de película descendente en el cual se separan en particular las sustancias de producto de ebullición bajo, tales como, por ejemplo, residuos de disolventes, y cualesquiera trazas restantes de ácido acético y anhídrido acético. El evaporador de película descendente puede estar diseñado también de tal modo que el mismo sirve para reducir el contenido total de cloro en el VEA bruto, con objeto en este caso de evitar cualquier corrosión desventajosa en las etapas siguientes. En la primera columna, las sustancias de punto de ebullición bajo remanentes y los isómeros no especificados del producto útil se separan por el extremo superior, y el VEA se retira como una extracción lateral en forma de vapor con un contenido $> 96\%$. Para la preparación de la calidad de "grado farma", la corriente de extracción lateral de la primera columna se rectifica de nuevo en la segunda columna. De acuerdo con la invención, la calidad "grado farma" se retira como una extracción lateral. El producto de fondo de la primera columna se concentra en un evaporador de recorrido corto y da el VEA-TG como un destilado junto con el producto de cabezas de la segunda columna.

La invención se explica con mayor detalle a continuación con referencia a los dibujos.

35 En los dibujos,
la Figura 1 muestra un diagrama esquemático del proceso de acuerdo con la invención, diseñado para el acabado de VEA,
la Figura 2 muestra un método alternativo de realización del proceso de acuerdo con la Figura 1.

40 El procedimiento que se muestra en la Figura 1 para la preparación de VEA tiene la organización siguiente. El VEA bruto que procede de la etapa de acetilación 5 (conversión de vitamina E en VEA, incluyendo la separación de la porción principal de ácido acético y anhídrido acético) se alimenta al desgasificador 3 (evaporador de película descendente). En éste, los componentes de punto de ebullición bajo remanentes, tales como, por ejemplo, ácido acético o anhídrido acético, se retiran por la línea 2. El VEA bruto desgasificado obtenido por el fondo del desgasificador 3 se añade como alimentación aproximadamente en el centro de la columna de rectificación 1. En el extremo superior 1a de la columna 1, los componentes de punto de ebullición inferior y los isómeros no especificados del producto útil se retiran por la línea 9 virtualmente sin pérdida de producto útil. La extracción de fondo obtenida en el fondo 1b de la columna 1 se alimenta por la línea 11 al evaporador de recorrido corto 13. La pérdida del producto útil VEA por la extracción superior de la primera columna de rectificación 1 es $< 5\%$, preferiblemente $< 1\%$ e idealmente $< 0,5\%$, basado en la cantidad de VEA en la alimentación que se añade a la columna por unidad de tiempo.

55 La columna 1 tiene adicionalmente una extracción lateral 15 que está presente por debajo de la alimentación a la columna. La extracción lateral de la columna 1 está conectada por la línea 17 a una segunda columna de rectificación 19, en la cual la alimentación está situada asimismo aproximadamente en el centro de la columna. La extracción de fondo producida en el fondo 19b de la columna 19 se alimenta al evaporador de recorrido corto 13 por la línea 23 junto con la extracción del fondo de la columna 1 por la línea 11. En la destilación de recorrido corto, se obtienen una corriente residual 4 y una corriente de destilado 25. La corriente de destilado 25 se mezcla con la extracción superior obtenida en el extremo superior 19a de la columna 19.

60 De acuerdo con la invención, la columna 19 tiene también una extracción lateral 27, como se describe con mayor detalle más adelante. Adicionalmente, ambas columnas 1 y 19 tienen cada una un condensador dispuesto en el extremo superior 1a y 19a, respectivamente, y un evaporador provisto en el fondo 1b y 19b, respectivamente. Estos componentes, que como tales son convencionales y habituales para columnas de rectificación, son conocidos generalmente por una persona experta en la técnica y por tanto no se describen en detalle ni se representan en el dibujo.

De acuerdo con la invención, las dos columnas de rectificación están llenas con rellenos estructurales, cuya ratio de eficiencia de separación a caída de presión es mayor que 15 platos teóricos por milibar de caída de presión (base: factor $F = 1 \text{ Pa}^{0.5}$, diámetro de columna 1 metro, mezcla de test cis-/trans-decalina). El principio del proceso de acuerdo con la Figura 1 se distingue por el hecho de que las trazas remanentes de componentes de punto de ebullición bajo, tales como, por ejemplo, ácido acético, anhídrido acético o residuos de disolventes de la corriente de producto que llega procedente de la acetilación, se separan del VEA bruto en el desgasificador de aguas arriba 3 y se retiran por la línea 2.

En la primera columna 1, los componentes de punto de ebullición bajo restantes así como los isómeros no especificados del producto útil se separan luego por el extremo superior 1a, y un VEA que tiene un contenido de > 96% en peso se retira por el punto de la extracción lateral 15 por condensación parcial.

De acuerdo con la invención, la columna 1 opera como sigue:

- 15 - La extracción lateral comprende aproximadamente 75% en peso, basado en la corriente de alimentación añadida, teniendo ésta un contenido de VEA lo más alto posible con una pequeña cantidad de isómeros no especificados del producto útil y componentes de punto de ebullición alto.
- 20 - La extracción superior comprende aproximadamente 2 a 5% en peso, basado en la corriente de alimentación.
- El condensador superior dispuesto en el extremo superior 105a condensa virtualmente por completo la corriente de vapores de entrada para dar un reflujo y una extracción superior.
- 25 - La presión en el extremo superior de la columna es con preferencia aproximadamente 0,5 a 1 mbar y se mantiene lo más constante posible, y las temperaturas de la columna están comprendidas entre 190 y 280°C, dependiendo de la carga de la columna.

En el mantenimiento de estos parámetros de guía, y dependiendo de la ratio de reflujo establecida de la columna 1, la última puede operar de tal manera que el contenido de VEA en la extracción lateral es muy superior a 95% en peso y que en la extracción superior es sustancialmente inferior a 20% en peso.

La extracción lateral de la primera columna 1 se alimenta por la línea 17 a la segunda columna 19 a fin de preparar VEA-PG. La extracción de esta calidad se efectúa a su vez como una extracción lateral por condensación parcial en la posición 27 y se retira de la planta por la línea de producto 29.

El producto de fondo que emerge por el fondo 1b de la primera columna 1 se concentra junto con el producto de fondo de la segunda columna 19 en el evaporador de recorrido corto 13 y proporciona un destilado que, junto con el producto de la segunda columna 19, que emerge por el extremo superior 19a de la segunda columna 19, forma el VEA-TG.

En el método alternativo de realización del proceso para la preparación o purificación de los productos VEA, que se muestra en la Figura 2, no existe ninguna extracción lateral de la primera columna 1. En lugar de ello, el producto de fondo de la columna 1 es transportado por la línea de corriente de producto 11 directa y completamente a la segunda columna 19. Como resultado de esto, la alimentación al evaporador de recorrido corto está constituida únicamente por la extracción de fondo de la columna 19, y en este caso el VEA-TG está formado exclusivamente por la mezcla del producto superior y el destilado del producto de fondo de la segunda columna 19.

Debe indicarse aquí que el proceso descrito con referencia a las Figuras 1 y 2 representa solamente un ejemplo práctico de la invención y que en particular el diseño de la planta que sirve para realizar el proceso pueden variar en diferentes aspectos dentro del alcance de protección definido por la reivindicación 1. Así, el proceso de acuerdo con la invención y la extracción lateral pueden utilizarse también para la proliferación de vitamina E (VE) y por supuesto también para el acabado o la purificación de otras sustancias que, como VE y VEA, tienen punto de ebullición alto y son termosensibles y se purifican usualmente por medio de columnas de rectificación.

Los procesos arriba descritos con referencia a las Figuras 1 y 2 se describirán a continuación en detalle por medio de dos ejemplos específicos.

Ejemplo 1 (con referencia a la Figura 1)

Un VEA bruto preparado por síntesis que tiene un contenido de aproximadamente 90 a 92% de VEA, aproximadamente 2-3% de componentes de punto de ebullición bajo (principalmente fitadienos), aproximadamente 2-3% de isómeros no especificados del producto útil (VEA) y aproximadamente 3-4% de componentes de punto de ebullición alto se desgasifica en un evaporador de película descendente a 185°C y aproximadamente 3 milibares. El VEA bruto desgasificado se introduce a una temperatura comprendida entre 180 y 250°C aproximadamente en el centro de la

columna de rectificación 1 con una altura de relleno de 6 a 8 m del tipo Sulzer Optiflow C36. La presión en el extremo superior de la columna es aproximadamente 0,5 a 1 milibar. En el extremo superior de la columna 1, se retira aproximadamente 4% en peso de la corriente de alimentación como una extracción superior con un contenido de aproximadamente 3% de VEA. La columna 1 opera a una ratio de reflujo de aproximadamente 10 a 20. El punto de extracción lateral se encuentra aproximadamente de 2 a 3 m de altura de relleno por debajo del producto de entrada de la alimentación. Aproximadamente 75% de la corriente de alimentación que tiene un contenido de VEA de aproximadamente 96-97% se retira por la extracción lateral. El caudal deseado se ajusta por regulación de la temperatura de flujo directo del condensador parcial. El producto obtenido en el fondo de la columna 1 a una temperatura de 260 a 270°C contiene todavía aproximadamente 80-82% de VEA.

La extracción lateral de la columna 1 que tiene un contenido de VEA de aproximadamente 96 a 97% se añade luego a una temperatura comprendida entre 180 y 250°C como alimentación, aproximadamente en el centro de la columna de rectificación 19 que tiene una altura de relleno de 6 a 8 m del tipo Sulzer Optiflow C36. La presión en el extremo superior de la columna 19 es aproximadamente 0,5 a 1 milibar. En el extremo superior de la columna 19, se retira aproximadamente 5 a 15% en peso de la corriente de alimentación como una extracción superior que tiene un contenido de aproximadamente 92 a 95% de VEA. La columna 19 opera con una ratio de reflujo de aproximadamente 15 a 30. El punto de la extracción lateral se halla aproximadamente a 2 a 3 m de la altura de relleno por debajo del punto de entrada de la alimentación. En la extracción lateral, dependiendo de la cantidad deseada de PG, se retira entre 50 y 78% (el último valor corresponde a 60% del VEA utilizado en la forma de PG) de la corriente de alimentación con un contenido de VEA mayor que 97%. El caudal deseado se establece por regulación de la temperatura de flujo directo del condensador parcial. El producto obtenido en el fondo de la columna 19 a una temperatura de 260 a 270°C contiene todavía aproximadamente 90-95% de VEA, dependiendo de la ratio de separación fijada.

Los productos de fondo de las columnas 1 y 19 se alimentan ahora al evaporador de recorrido corto 13, que opera a una presión de aproximadamente 0,1 a 0,2 mbar. El residuo contiene todavía aproximadamente 2-5% de VEA, mientras que el contenido de VEA en el destilado es aproximadamente 92%. El destilado se mezcla con la extracción superior de la columna 19 para dar VEA-TG.

Ejemplo 2 (con referencia a la Figura 2)

VEA bruto preparado por síntesis que tiene un contenido de aproximadamente 90 a 92% de VEA, aproximadamente 2-3% de componentes de punto de ebullición bajo (principalmente fitadienos), aproximadamente 2-3% de isómeros no especificados del producto útil (VEA) y aproximadamente 3-4% de componentes de punto de ebullición elevado se desgasifica en un evaporador de película descendente a 185°C y aproximadamente 3 milibar. El VEA bruto desgasificado se introduce a una temperatura comprendida entre 180 y 250°C aproximadamente en el centro de la columna de rectificación 1 con una altura de relleno de 6 a 8 m del tipo Sulzer Optiflow C36. La presión en el extremo superior de la columna es aproximadamente 0,5 a 1 milibar. En el extremo superior de la columna 1, se retira aproximadamente 4% en peso de la corriente de alimentación como una extracción superior con un contenido de aproximadamente 3% de VEA. La columna 1 opera con una ratio de reflujo de aproximadamente 10 a 20. El producto obtenido en el fondo de la columna 1 a una temperatura de 260 a 270°C contiene aproximadamente 93-95% de VEA.

La extracción de fondo de la columna 1 que tiene un contenido de VEA de aproximadamente 93 a 95% se añade luego a una temperatura comprendida entre 180 y 250°C como alimentación aproximadamente en el centro de la columna de rectificación 19 que tiene una altura de relleno de 6 a 8 m del tipo Sulzer Optiflow C36. La presión en el extremo superior de la columna 19 es aproximadamente 0,5 a 1 milibar. En el extremo superior de la columna 19, aproximadamente 5 a 15% en peso de la corriente de alimentación se retira como una extracción superior que tiene un contenido de aproximadamente 92 a 95% de VEA. La columna 19 opera a una ratio de reflujo de aproximadamente 15 a 30. El punto de la extracción lateral está situado aproximadamente a 2 a 3 m de altura de relleno por debajo del punto de entrada de la alimentación. En la extracción lateral, dependiendo de la cantidad de PG deseada, se retira entre 40 y 60% (el último valor corresponde a 60% del VEA utilizado en la forma de PG) de la corriente de alimentación con un contenido de VEA mayor que 97%. El caudal deseado se establece por regulación de la temperatura de flujo directo del condensador parcial. El producto obtenido en el fondo de la columna 19 a una temperatura de 260 a 270°C contiene todavía aproximadamente 82-87% de VEA, dependiendo de la ratio de separación fijada.

El producto de fondo de la columna 19 se alimenta ahora al evaporador de recorrido corto 13, que opera a una presión de aproximadamente 0,1 a 0,2 milibar. El residuo contiene todavía aproximadamente 2-5% de VEA, mientras que el contenido de VEA en el destilado es aproximadamente 92 a 95%, dependiendo de la separación. El destilado se mezcla junto con la extracción superior de la columna 19 para dar VEA TG.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Proceso para el acabado de acetato de vitamina E, caracterizado porque, en una primera etapa de purificación, la corriente de producto se alimenta a una columna de rectificación (1), retirándose los productos de punto de ebullición bajo y los isómeros no especificados de acetato de vitamina E por el extremo superior (1a) de esta columna, retirándose una corriente que contiene el acetato de vitamina E en forma purificada por la extracción lateral (15) y/o por el fondo (1b) de la columna (1) y siendo así que la pérdida de producto útil en la primera etapa de purificación es menor que 5%, basado en la cantidad de VEA en la alimentación que se añade a la etapa de purificación por unidad de tiempo y porque, en una segunda etapa de purificación, la extracción lateral de acetato de vitamina E y/o la extracción por el fondo de la primera columna se alimenta a una segunda columna de rectificación y el acetato de vitamina E se retira en una corriente con una pureza > 97% en peso y una corriente ulterior con una pureza > 92% en peso, y caracterizado adicionalmente porque
- 10
- 15 la extracción lateral o la extracción por el fondo de la primera columna de rectificación (1) se alimenta en la segunda etapa de purificación a una segunda columna de rectificación (19), y porque el acetato de vitamina E se retira de la segunda columna (19) como una extracción lateral con una pureza > 97% en peso y como una mixtura constituida por la extracción superior y el destilado de la extracción por el fondo con una pureza > 92% en peso.
- 20 2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la corriente de producto se desgasifica en un evaporador de película descendente (3) antes de añadirla a la primera columna (1).
3. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, en el que la extracción lateral de la primera columna (1) se hace pasar a la columna (19), caracterizado porque las extracciones de fondo de ambas columnas (1, 19) se mezclan una con otra y se destilan y, junto con la extracción superior de la segunda columna, forman el acetato de vitamina E que tiene una pureza > 92% en peso.
- 25
4. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la destilación se efectúa en un evaporador de recorrido corto (13).
- 30
5. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la extracción lateral se efectúa por condensación parcial de la fase vapor que asciende en la columna (1, 19) y la corriente de producto que emerge lateralmente se retira como condensado de vapor procedente de la columna.
- 35 6. Proceso de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado porque el condensado de vapor tiene una pureza > 97% en peso.

Fig. 1



