

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 374 274**

51 Int. Cl.:
C07D 301/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **04773359 .7**
96 Fecha de presentación: **15.09.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1671959**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.06.2006**

54 Título: **PROCEDIMIENTO DE PURIFICAR ÓXIDO DE PROPILENO.**

30 Prioridad:
18.09.2003 JP 2003325741

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
15.02.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
15.02.2012

73 Titular/es:
SUMITOMO CHEMICAL COMPANY LIMITED
27-1, SHINKAWA 2-CHOME
CHUO-KU, TOKYO 104-8260, JP y
KOJI SHINOHARA

72 Inventor/es:
SHINOHARA, Koji y
NAKAYAMA, Toshio

74 Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 374 274 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

Procedimiento de purificar óxido de propileno

5 Campo de la técnica

La presente invención se refiere a un procedimiento para purificar óxido de propileno. Más particularmente, la presente invención se refiere a un procedimiento para purificar óxido que separa de un modo eficiente los aldehídos hidrosolubles del óxido de propileno que contiene los aldehídos.

10

Técnica anterior

Como procedimiento productor de óxido de propileno se conoce un procedimiento en el que un peróxido orgánico se hace reaccionar con propileno en presencia de un catalizador de epoxidación.

15

En una mezcla de reacción líquida obtenida mediante la reacción están contenidos además del óxido de propileno como producto diana agua, hidrocarburos y compuestos que contienen oxígeno, tales como metanol, formaldehído, propionaldehído, acetona y metilformiato, como impurezas. Por tanto, se hacen necesarias etapas de purificación de múltiples fases para separar y recuperar el óxido de propileno de pureza elevada de la mezcla de reacción líquida.

20

En la purificación del óxido de propileno, es públicamente conocida para el sujeto la destilación por extracción usando un hidrocarburo como extractante. Por ejemplo, la patente de EE.UU. 3.843.488 divulga que un alcano, tal como octano, es eficaz en la eliminación de las impurezas del hidrocarburo que tienen 6 átomos de carbono. Además, el documento JP 50-007571 B divulga que un alcano, tal como octano, es eficaz para eliminar el agua. Además, la patente de EE.UU. 5.133.839 divulga que un hidrocarburo, tal como octano, es eficaz para eliminar las impurezas, tales como metanol, propionaldehído y acetona.

25

No obstante, de acuerdo con los estudios de los presentes inventores, en el procedimiento descrito anteriormente, la separación eficaz de aldehídos contenidos en el óxido de propileno era difícil.

30

En un procedimiento adicional para la preparación de óxido de propileno, a partir de la patente de EE.UU. 3.312.719 se conoce la absorción de todos los productos hidrosolubles en agua y la posterior destilación de la fase acuosa. En la patente de EE.UU. 4.140.588 se describe una destilación por extracción para la purificación de óxido de propileno con agua como extractante.

35

Divulgación de la invención

Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para purificar óxido que separa de un modo eficiente los aldehídos hidrosolubles del óxido de propileno que contiene los aldehídos como impurezas contenidas en óxido de propileno.

40

Es decir, la presente invención se refiere a un procedimiento para purificar óxido de propileno, que comprende

lavar el óxido de propileno que contiene aldehídos hidrosolubles con agua;

45

después, separar en una fase oleosa y una fase acuosa dejando reposar, en las que la mayoría del óxido de propileno está presente en la fase oleosa y parte del óxido de propileno además de los aldehídos están disueltos en la fase acuosa; y

50

posteriormente, poner en contacto la fase acuosa obtenida con un extractante, en el que el extractante es un hidrocarburo que tiene de 3 a 10 átomos de carbono.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

En la presente invención, el óxido de propileno que contiene aldehídos hidrosolubles se lava con agua. El procedimiento de lavar con agua no está particularmente restringido, normalmente se lleva a cabo mezclando óxido de propileno que contiene aldehídos con agua, después separar en una fase oleosa y una fase acuosa. En el presente documento, los aldehídos quieren decir aldehídos hidrosolubles, tales como formaldehído, acetaldehído y propionaldehído. En el mezclado se lleva a cabo suficiente agitación, después, se lleva a cabo una separación de fases en una fase oleosa y una fase acuosa dejando en reposo o similar. Como equipo de mezclado para mezclar el óxido de propileno que contiene aldehídos con agua, se pueden usar equipos de mezclado habituales disponibles comercialmente, tal como un agitador, un mezclador estático, un mezclador en línea y un orificio. Cuando contienen impurezas hidrosolubles, tales como alcoholes (p. ej., metanol, propilenglicol), ésteres hidrosolubles (p. ej., formiato de metilo, acetato de metilo) y ácidos orgánicos (p. ej., ácido fórmico, ácido acético) además de los aldehídos, éstas también se disuelven en la fase acuosa. No obstante, una parte de óxido de propileno también se disuelve simultáneamente en la fase acuosa.

65

- Después de mezclar, la mezcla se somete a separación de fases en una fase acuosa y una fase oleosa mediante reposo. Como equipo de separación de aceite-agua, aunque se puede usar un tambor normal o una membrana de separación, no está particularmente restringido si es un equipo que puede dejar suficientemente en reposo una mezcla y separar en un aceite y agua. El número de lavados pueden realizarse en una etapa o en múltiples etapas.
- 5 Cuando el lavado se realiza en múltiples etapas, una fase acuosa en la última etapa se puede reciclar en una fase oleosa en la etapa precedente. Una temperatura de mezclado es de 5 a 100 °C y, aunque se puede determinar adecuadamente una cantidad de agua que se vaya a suministrar teniendo en cuenta el contenido de impurezas hidrosolubles, normalmente la cantidad es de 0,001 a 10 veces el peso del óxido de propileno que se va a suministrar.
- 10 Cuando la temperatura es demasiado alta, la pérdida de óxido de propileno causada por la degradación térmica pasa a ser grande y, cuando es demasiado baja, el rendimiento de la separación de aceite-agua pasa a ser menor. Además, cuando el agua suministrada es demasiado poca, la eficiencia de la eliminación de impurezas disminuye, y cuando es demasiado elevada, la cantidad de agua residual pasa a ser mayor y los costes del tratamiento del agua residual aumentan con la cantidad de agua residual, por tanto, se prefiere el intervalo descrito anteriormente.
- 15 Adicionalmente, es eficaz para recuperar el óxido de propileno contenido en el agua para suministrar agua que contiene óxido de propileno como agua que se va a suministrar.
- 20 Después de la separación del aceite-agua, la mayoría del óxido de propileno se encuentra en la fase oleosa y los aldehídos se transfieren a la fase acuosa.
- Una parte del óxido de propileno, además de los aldehídos, se disuelve en la fase acuosa obtenida. En la presente invención, el óxido de propileno en la fase acuosa se transfiere de forma selectiva a un lado de extractante, es decir un lado de fase oleosa poniendo en contacto la fase acuosa con el extractante. Los aldehídos en óxido de propileno se separan de este modo. Un procedimiento de contacto no está especialmente restringido si es un procedimiento en el que el óxido de propileno se transfiere al lado extractante. Como ejemplo preferible se ilustra un procedimiento en el que se mezclan la fase acuosa y el extractante, y, después, la mezcla resultante se separa en una fase acuosa y una fase oleosa. Como equipo de mezclado se pueden usar los equipos de mezclado disponibles comercialmente mencionados en lo que antecede, tal como un agitador, un mezclador estático, un mezclador en línea y o similar. Además, como equipo de separación de aceite-agua usado tras la agitación, aunque se puede usar un tambor normal o una membrana de separación, no está particularmente restringido si es un equipo que puede dejar suficientemente en reposo y separar en un aceite y agua.
- 25 Además, se puede realizar una operación para la cual se mezclan una fase acuosa separada y un extractante, y la mezcla se somete a separación de aceite-agua.
- 30 El número de lavados pueden realizarse en una etapa o en múltiples etapas. Cuando el lavado se realiza en múltiples etapas, una fase acuosa en la última etapa se puede reciclar en una fase oleosa en la etapa precedente. Una temperatura de mezclado es de 5 a 100 °C y una cantidad del extractante que se va a suministrar normalmente es de 0,001 a 10 veces el peso del óxido de propileno contenido en la fase acuosa.
- 35 Cuando la temperatura es demasiado alta, la pérdida de óxido de propileno causada por la degradación térmica pasa a ser grande y, cuando es demasiado baja, el rendimiento de la separación de aceite-agua pasa a ser menor. Además, cuando el extractante suministrado es demasiado pequeño, La eficiencia para separar de la fase acuosa el óxido de propileno disminuye, por otro lado, cuando es demasiado alto, los costes se elevan debido al incremento de la cantidad del extractante.
- 40 El extractante usado incluye hidrocarburos alifáticos que tienen de 3 a 10 átomos de carbono, tal como propileno, butano, pentano, hexano y octano, hidrocarburos aromáticos, tales como etilbenceno, cumeno, tolueno, xileno y benceno, en el que los hidrocarburos tienen una cantidad de agua saturada a 20 °C de 5000 ppm en peso o menos.
- 45 Se prefieren los hidrocarburos que tienen de 3 a 10 átomos de carbono, ya que la cantidad de agua saturada también es pequeña.
- 50 En la presente invención, es preferentemente adecuado un material líquido bruto que se va a someter a separación puede ser óxido de propileno que contiene aldehídos, por ejemplo una mezcla de reacción después de obtener óxido de propileno haciendo reaccionar un peróxido orgánico con propileno en presencia de un catalizador conocido para el público, que contiene al menos aldehídos como impurezas. Además, la presente invención también se puede aplicar a óxido de propileno que contiene hidrocarburos, tales como propileno, butano, pentano y hexano; agua, alcoholes tales como metanol y propilenglicol; ácidos orgánicos, cetonas tales como acetona; y ésteres, tales como formiato de metilo y acetato de metilo, además de aldehídos, obtenido haciendo reaccionar un hidroperóxido orgánico con propileno. No obstante, en este caso es preferible usar un líquido obtenido tras separación aproximada usando una columna de destilación antes de lavar con agua porque la eficiencia del lavado aumenta y se pueden reducir las pérdidas de componentes eficaces, tales como óxido de propileno y propileno,
- 55 60 65

5 Es más, en la presente invención se puede obtener óxido de propileno purificado sometiendo, después de transferir el óxido de propileno contenido en una fase acuosa a un lado de un extractante (fase oleosa), a dicho extractante para destilación. Además, es posible obtener con eficacia óxido de propileno purificado sometiendo una mezcla en la que se ha mezclado dicho extractante con la fase oleosa descrita anteriormente obtenida mediante lavado con agua, a destilación.

Ejemplo

10 La presente invención se ilustrará con detalle en referencia a los Ejemplos siguientes.

Ejemplo 1

15 Se obtuvo una fase acuosa que tiene la composición siguiente lavando el óxido de propileno que contiene aldehídos con agua a 20 °C. Composición de la fase acuosa

Óxido de propileno	19 % en peso
Acetaldehído	1,0 % en peso
Metanol	0,3 % en peso
Formaldehído	0,1 % en peso

20 Cuando, después de mezclar 11 ton/h de n-heptano como extractante con 1,0 ton/h de la fase acuosa, se llevó a cabo la separación de aceite-agua con un orificio, los contenidos de acetaldehído y formaldehído en una fase oleosa fueron inferiores a 5 ppm e inferiores a 10 ppm, respectivamente. Además, un contenido de óxido de propileno en la fase oleosa fue 3 % en peso.

Aplicabilidad industrial

25 La presente invención es un procedimiento para purificar óxido de propileno, que comprende lavar el óxido de propileno que contienen aldehídos hidrosolubles con agua y poner en contacto una fase acuosa obtenida con un extractante, y, de acuerdo con la invención, los aldehídos se pueden eliminar con eficacia.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de para purificar óxido de propileno, que comprende:

- 5 lavar el óxido de propileno que contiene aldehídos hidrosolubles con agua; después, separar en una fase oleosa y una fase acuosa dejando reposar, en las que la mayoría del óxido propileno está presente en la fase oleosa y parte del óxido de propileno además de los aldehídos están disueltos en la fase acuosa;
- y
- 10 posteriormente, poner en contacto la fase acuosa obtenida con un extractante, en el que el extractante es un hidrocarburo que tiene de 3 a 10 átomos de carbono.

2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, el procedimiento comprende además separar el óxido de propileno mediante destilación a partir del extractante obtenido después de poner en contacto.