

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 423 895**

51 Int. Cl.:

C07C 319/08 (2006.01)

C07C 319/02 (2006.01)

C07C 323/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.10.2007 E 07119408 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.06.2013 EP 1923384**

54 Título: **Procedimiento para la obtención de 2-mercaptoetanol**

30 Prioridad:

09.11.2006 EP 06123754

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.09.2013

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**REHFINGER, ALWIN;
BÖHLING, RALF;
SCHIMPF, AXEL;
MRZENA, FRANK y
SAGER, WILFRIED**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 423 895 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).

DESCRIPCION

Procedimiento para la obtención de 2-mercaptoetanol

5 Para la síntesis de la especie de la invención, en la parte introductoria de la reivindicación 1 se parte de un procedimiento conocido en el sentido de la CH-PS 533 092, según el cual, hasta la fecha, se obtuvo 2-mercaptoetanol mediante tratamiento de óxido de etileno con sulfuro de hidrógeno en presencia de un catalizador, o bien disolvente. La síntesis se lleva a cabo en fase homogénea líquida a temperaturas elevadas y bajo presión elevada, calentándose previamente una mezcla de sulfuro de hidrógeno y catalizador, así como el óxido de etileno, y alimentándose por separado a una zona de reacción tubular. En la zona de reacción se ajustan presión y temperatura de modo que no se forme una fase gaseosa. De este modo, referido a óxido de etileno, transformado, se puede alcanzar un rendimiento de 2-mercaptoetanol de un 90 %.

10 Para la consecución de un rendimiento más elevado en 2-mercaptoetanol, por la DE 31 22 285 se conoce la puesta en contacto de sulfuro de hidrógeno en estado gaseoso con óxido de etileno líquido, y el ajuste de la presión de modo que se disuelva la cantidad máxima de sulfuro de hidrógeno en el óxido de etileno. Aunque en este caso es desfavorable el largo tiempo de reacción, que requiere a su vez una zona de reacción de dimensiones correspondientemente grandes. Con ello, también los costes de reactor y el mantenimiento de reservas de óxido de etileno y sulfuro de hidrógeno, son correspondientemente elevados.

15 Con la invención se pondrá a disposición un procedimiento para la obtención de 2-mercaptoetanol, con el cual se pueda realizar el potencial de velocidades de reacción lo más elevadas posible en el caso de mantenimiento de una reacción altamente selectiva de óxido de etileno con sulfuro de hidrógeno, con requisitos técnicos de seguridad mínimos.

20 Este problema se soluciona mediante las medidas contenidas en la característica de la reivindicación 1.

De las sub-reivindicaciones 2 a 6 resultan perfeccionamientos convenientes del procedimiento según la invención.

25 Según el nuevo procedimiento se hacen reaccionar óxido de etileno y sulfuro de hidrógeno en presencia de un catalizador y/o disolventes en una zona de reacción microestructurada. En el sentido de la invención, se entiende por una zona de reacción microestructurada zonas de un reactor con canales paralelos con diámetros de canal hidráulicos de menos de 2 mm, en especial menos de 1 mm, y una superficie específica interna de un total de más de 2000, preferentemente más de 4000 m²/m³. En general se forma tal zona de reacción a partir de componentes de composición modular, teniendo los componentes aislados, en puntos coincidentes en cada caso, perforaciones o acanaladuras que forman en posición de empleo canales para la conducción de substancia, control de reacción y conducción de calor. Los reactores microestructurados se distinguen por una descarga de calor muy conveniente, vinculada a un transporte de substancia muy rápido.

30 Según la invención, el óxido de etileno, el sulfuro de hidrógeno y el catalizador, o bien el disolvente, se mezclan entre sí, y la mezcla de componentes se transporta a la zona de reacción en fase homogénea líquida. La distribución homogénea de las substancias de empleo se efectúa, a modo de ejemplo, en un depósito de mezcla estacionario, con un mecanismo agitador en forma de palas o discos, en una bomba de mezclado o un mezclador estático, a una temperatura por debajo de la temperatura de reacción y una presión que es más elevada que la presión de vapor de sulfuro de hidrógeno, de modo que durante la alimentación de la mezcla de componentes a la zona de reacción no se forma una fase gaseosa. El mezclado pre-conectado de componentes se lleva a cabo, mediante ajuste de temperatura, tiempo de residencia y superficie de intercambio de calor, de modo que no se produce una reacción incontrolada de la mezcla, que es indeseable.

35 En el caso de mezclado en dos etapas de los componentes, en primer lugar se obtiene una mezcla de catalizador, o bien disolvente y sulfuro de hidrógeno, y a continuación se añade con mezclado óxido de etileno.

La proporción molar de óxido de etileno y sulfuro de hidrógeno asciende aproximadamente a 1 : 1 hasta 1 : 2.

40 Como catalizador, o bien disolvente, se emplea tiodiglicol. Ventajosamente se emplea óxido de etileno y tiodiglicol en proporción molar de 1 : 0,001 a 1 : 10. Una fracción elevada de tiodiglicol no es crítica. También es posible introducir tiodiglicol adicionalmente como segunda corriente líquida en la zona de reacción.

45 Según una forma de ejecución preferente, el tiodiglicol formado durante el procedimiento como producto secundario se reutiliza como catalizador y/o disolvente tras separación parcial de 2-mercaptoetanol sin purificación adicional. El tiodiglicol se puede alimentar directamente de nuevo a la zona de reacción como corriente de reflujo procedente de la elaboración post-conectada.

Según la invención, la mezcla de componentes se transporta en fase homogénea líquida bajo una presión de 4 a 250 bar, preferentemente 20 a 150 bar, de modo especialmente preferente 90 a 110 bar, a la zona de reacción microestructurada, se divide en corrientes parciales, y se calienta a la temperatura de reacción. La reacción de óxido de etileno con sulfuro de hidrógeno se efectúa a una temperatura de 40 a 200°C, preferentemente 70 a 180°C, en especial aproximadamente 110°C, en el intervalo de 0,1 a 15 min, convenientemente en el intervalo de 0,5 a 1,5 min. De este modo se puede alcanzar un rendimiento espacio-tiempo en 2-mercaptoetanol de hasta 30 t/hm³. Las corrientes parciales se reúnen de nuevo al final de la zona de reacción, y el producto de reacción se descarga y se elabora mediante destilación fraccionada.

En la reacción se puede llegar a una formación limitada de una fase gaseosa de sulfuro de hidrógeno en la zona de reacción, que no influye negativamente en este caso. Mediante la denominada corriente de cadenas de burbujeo producida en este caso, se puede mejorar más bien el desacoplamiento de calor en la mezcla de componentes, así como suprimir el remezclado de los componentes, que, por lo demás, actúa reduciendo la selectividad y la velocidad de reacción en el caso de circulación laminar. En el caso de calentamiento demasiado intenso de la mezcla de componentes, su tiempo de residencia en la zona de reacción se reduce correspondientemente, y la conversión desciende.

El procedimiento de la invención se puede llevar a cabo continuamente de modo especialmente ventajoso, mezclándose ininterrumpidamente en un depósito de mezclado óxido de etileno, sulfuro de hidrógeno y catalizador, o bien disolvente, y transportándose la mezcla en fase líquida a la zona microestructurada, mientras que simultáneamente se descarga producto en el extremo de la zona de reacción. No obstante, también es posible alimentar discontinuamente la mezcla de componentes de la zona de reacción, y extraer el producto de reacción de la misma a intervalos de tiempo cortos.

Frente al estado de la técnica, conforme al procedimiento según la invención se pueden alcanzar rendimientos espacio-tiempo elevados, así como una selectividad elevada, de hasta un 97 %, referido a óxido de etileno transformado. La zona de reacción microestructurada no es propensa a averías, y se puede realizar en dimensiones especialmente reducidas. No son necesarias medidas adicionales para la distribución uniforme de la mezcla de componentes en los canales aislados.

El 2-mercaptoetanol es apropiado para numerosas aplicaciones, a modo de ejemplo para la obtención de estabilizadores de PVC, como regulador para reacciones de polimerización, como productos químicos de proceso en procedimientos fotográficos, como componente de síntesis para la obtención de productos químicos agrarios, como agente desinfectante para semillas y en la industria del cuero.

El procedimiento de la invención se explica más detalladamente mediante los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

En un depósito de agitación con un volumen de 20 ml se mezclaron cada hora 31,6 g de óxido de etileno (EO), 32,8 g de sulfuro de hidrógeno (H₂S), y 39,3 g de tiodiglicol (TDG) a temperatura ambiente y una presión de 92 bar, y la mezcla de componentes homogeneizada se introduce con dosificación continuamente en una zona de reacción microestructurada constituida por cuatro canales paralelos y dispuestos simétricamente entre sí, de una longitud de 1,3 m y una anchura de luz de 0,8 mm. La mezcla de componentes se calentó en los canales con ayuda de un baño termostatzado y se transportó a la zona de reacción a una presión de 92 bar. Ya tras una longitud sumergida de 5 cm, la temperatura de la pared de canal sumergida en el baño termostatzado se acercaba en 10 K a la temperatura de baño circundante. El tiempo de residencia de la mezcla de componentes en la zona de reacción se sitúa en 1,2 min. En el extremo de la zona de reacción se descomprimió el producto de reacción a 1 bar, se enfrió a 20°C, y se introdujo en un evaporador de capa fina con escobillas giratorias. En el evaporador de capa fina se separó completamente, a aproximadamente 40°C, EO no transformado y H₂S mediante rectificación con nitrógeno y sin pérdidas de mercaptoetanol. En este ajuste de ensayo se transformó óxido de etileno en un 100 %. La corriente de descarga líquida del evaporador de capa fina contenía 54,2 g/h de mercaptoetanol. Esto corresponde a un rendimiento, o bien selectividad, referido a óxido de etileno, de un 96,5 % en moles.

Ejemplo 2

Como se describe en el ejemplo 1 se hicieron reaccionar 107 g/h de una mezcla de componentes de EO, H₂S y TDG con una proporción molar de 1 : 1,37 : 0,44 en una zona de reacción microestructurada con 4 canales de una longitud de 1,3 m y una anchura de luz de 0,8 mm, a una presión de 92 bar. La temperatura del baño termostatzado ascendía a 131°C. El tiempo de residencia de la mezcla de componentes en la zona de reacción se situaba en 1,2 min. El óxido de etileno se transformó en un 90,5 %. Como en el ejemplo 1, la selectividad para dar mercaptoetanol ascendía a un 96,5 % en moles, referido a óxido de etileno transformado.

Ejemplo 3

5 Como se describe en el ejemplo 1 se hicieron reaccionar 103 g/h de una mezcla de componentes de EO, H₂S y TDG con una proporción molar de 1 : 1,33 : 0,43 en una zona de reacción microestructurada con 4 canales de una longitud de 1,7 m y una anchura de luz de 0,8 mm, a una presión de 60 bar. La temperatura del baño termostatzado ascendía a 141°C. El óxido de etileno se transformó en un 91,5 %. Como en el ejemplo 1, la selectividad para dar mercaptoetanol ascendía a un 96,5 % en moles, referido a óxido de etileno transformado.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para la obtención de 2-mercaptoetanol mediante reacción de óxido de etileno con sulfuro de hidrógeno en presencia de un catalizador y/o disolvente a temperaturas elevadas y bajo presión elevada, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo en una zona de reacción microestructurada con canales paralelos de una superficie específica interna de un total de más de $2000 \text{ m}^2/\text{m}^3$, mezclándose entre sí el óxido de etileno, el sulfuro de hidrógeno y el catalizador, o bien el disolvente, y transportándose a la zona de reacción en fase homogénea líquida bajo una presión de 4 a 250 bar, y haciéndose reaccionar a una temperatura de 40 a 200°C en el intervalo de 0,1 a 15 min, y descargándose el producto de reacción.
- 10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplea óxido de etileno y sulfuro de hidrógeno en proporción molar de aproximadamente 1 : 1 a 1 : 2.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplea óxido de etileno y catalizador y/o disolvente en proporción molar de 1 : 0,001 a 1 : 10.
- 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplea tiodiglicol como catalizador y/o disolvente.
- 15 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el tiodiglicol formado durante el procedimiento como producto secundario se reutiliza como catalizador y/o disolvente tras separación parcial de 2-mercaptoetanol sin purificación adicional.
- 6.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la obtención de 2-mercaptoetanol se lleva a cabo continuamente.