

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 569 938**

51 Int. Cl.:

C07C 68/08 (2006.01)

C07C 69/96 (2006.01)

B01D 3/14 (2006.01)

C07C 68/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.11.2008 E 08019730 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.02.2016 EP 2062868**

54 Título: **Procedimiento para la purificación de carbonatos de diarilo**

30 Prioridad:

20.11.2007 DE 102007055266

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

13.05.2016

73 Titular/es:

**COVESTRO DEUTSCHLAND AG (100.0%)
Kaiser-Wilhelm-Allee 60
51373 Leverkusen, DE**

72 Inventor/es:

**OOMS, PIETER, DR.;
RECHNER, JOHANN, DR.;
BÖHM, MATTHIAS;
DÜX, ANDRE;
HALLENBERGER, KASPAR;
RONGE, GEORG, DR. y
VANDEN EYNDE, JOHAN**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 569 938 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 para la purificación de carbonatos de diarilo

El objeto de la presente invención es un procedimiento especial para la purificación de carbonatos de diarilo.

5 La purificación de carbonato de diarilo tiene gran importancia debido a las altas exigencias de su pureza para la preparación de policarbonatos de gran calidad cualitativamente por medio de transesterificación en masa fundida. Los carbonatos de diarilo preparados a partir de transesterificación de un compuesto de hidroxilo aromático con un carbonato de alquilo pueden contener como impurezas tanto componentes secundarios de alto punto de ebullición como componentes secundarios de punto de ebullición medio así como restos de catalizador. Los componentes de alto punto de ebullición (con frecuencia designados también como compuestos de alto punto de ebullición) en el sentido de este procedimiento de preparación son aquéllos cuyo punto de ebullición se encuentra por encima del punto de ebullición del carbonato de diarilo. Los componentes de punto de ebullición medio (con frecuencia designados también compuestos de punto de ebullición intermedio) en el sentido de este procedimiento de preparación son aquéllos cuyo punto de ebullición se encuentra entre el del carbonato de diarilo y el del carbonato de alquilarilo formado durante la preparación del carbonato de diarilo como producto secundario. Todas estas impurezas conducen a una alteración cualitativa considerable de los policarbonatos que van a prepararse y deben eliminarse antes del procesamiento posterior de los carbonatos de diarilo mediante la correspondiente purificación.

20 En el documento WO-A 2004/113264 se describe un procedimiento para la recuperación de un flujo de producto procedente de un flujo de residuo en la preparación de carbonato de diarilo. A este respecto se describe también un procesamiento del carbonato de diarilo, que se preparó en una reacción que está constituida por tres columnas de reacción, que se realiza en tres etapas constituidas por separación del catalizador, separación de compuestos de bajo punto de ebullición y de compuestos de alto punto de ebullición. Tanto en la primera como en la última etapa mencionada se separa el carbonato de diarilo como producto de cabeza. El procedimiento descrito no es sólo sumamente costoso de manera mecánica, sino también es energéticamente desfavorable debido a la separación del carbonato de diarilo tanto en la primera como en la tercera etapa como producto de cabeza. Además es la calidad del carbonato de diarilo así preparado con el 99,5 % en peso muy mala y no es adecuada para la preparación de policarbonato cualitativamente de alta calidad.

30 En el documento EP-A 1 760 069 se describe un procedimiento para la preparación de carbonatos de diarilo, en el que tras la transesterificación de un compuesto de hidroxilo aromático con un carbonato de alquilo se obtiene una mezcla que contiene además de carbonato de diarilo entre otras cosas también un carbonatoéter aromático como impureza. Este último se separa en una etapa siguiente para obtener un carbonato de diarilo altamente puro. Sin embargo no se menciona la separación claramente más costosa de componentes secundarios de alto punto de ebullición, que conducirían a una alteración cualitativa de los productos objetivo (policarbonatos).

35 En los documentos EP 1 783 112 A1, EP 1 787 977 A1, EP 1 801 095 A1 y EP 1 787 976 A1 se describe un procedimiento que está constituido por al menos dos etapas para la purificación de carbonato de diarilo, en particular carbonato de difenilo, en el que tras la reacción se separan en primer lugar los componentes de alto punto de ebullición y el catalizador. El destilado producido en esta separación de alto punto de ebullición se separa en una segunda columna de destilación en tres fracciones, extrayéndose carbonato de diarilo en el flujo lateral. Es desventajoso en este procedimiento, sin embargo, que la separación de los componentes de alto punto de ebullición se realice en la primera etapa, dado que esto es energéticamente desfavorable.

40 En el documento EP-A 784 048 se describe un procedimiento para la purificación de carbonatos de diarilo, en el que se realiza una destilación a una temperatura de fondo superior a 150 °C y la extracción del producto del carbonato de diarilo purificado se realiza en el flujo lateral de la columna. La preparación de los carbonatos de diarilo que van a purificarse puede realizarse o bien mediante reacción de haluros de carbonilo con compuestos de hidroxilo aromáticos o mediante transesterificación de compuestos de hidroxilo aromáticos con carbonato de dimetilo. Si bien se permite mediante el procedimiento descrito liberar los carbonatos de diarilo en gran parte de los compuestos de alto punto de ebullición, como por ejemplo salicilato de fenilo, sin embargo no se habla en ningún punto de la presencia de restos de catalizadores perturbadores o compuestos de punto de ebullición intermedio o una posibilidad de su eliminación. En particular, la presencia de cantidades notables de restos de catalizador puede influir claramente sin embargo en una purificación destilativa en su resultado, dado que mediante esto se acelera la reacción secundaria de carbonato de diarilo para dar el salicilato de fenilo y con ello se fomenta su enriquecimiento en el fondo de la columna. Por tanto, el procedimiento descrito en el documento EP-A 784 048 no es adecuado sin más para una purificación de este tipo en presencia de restos de catalizador y/o compuestos de punto de ebullición intermedio.

55 Según esto existía además la necesidad de un procedimiento para la purificación de carbonatos de diarilo, en el que pudieran eliminarse como impurezas, con realización mecánica a ser posible sencilla y energética favorable, restos de catalizador y componentes secundarios de alto punto de ebullición así como eventualmente también componentes secundarios de punto de ebullición medio.

El objetivo en el que se basaba la presente invención consistía en proporcionar un procedimiento de este tipo.

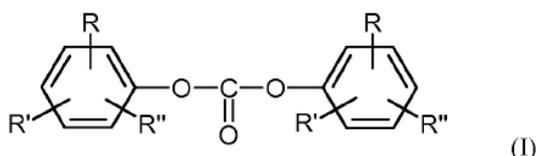
Sorprendentemente se encontró ahora que la purificación destilativa de carbonatos de diarilo puede realizarse también con bajo gasto mecánico y energético cuando los carbonatos de diarilo que van a purificarse contienen como impurezas restos de catalizador y componentes secundarios de alto punto de ebullición así como eventualmente también componentes secundarios de punto de ebullición medio. A este respecto puede

Es objeto de la presente invención un procedimiento para la purificación de carbonatos de diarilo en al menos una columna de destilación que contiene al menos una parte de concentración en la parte superior de la columna y al menos una parte de agotamiento en la parte inferior de la columna, en el que

- el carbonato de diarilo que va a purificarse se preparó mediante transesterificación de al menos un carbonato de dialquilo y al menos un compuesto de hidroxilo aromático en presencia al menos de un catalizador de transesterificación y contiene como impureza catalizador procedente de la preparación del carbonato de diarilo y
- el carbonato de diarilo purificado se extrae en el flujo lateral de la primera columna de destilación;

caracterizado porque en el caso de la primera columna de destilación se trata de una columna de pared separadora.

En el contexto de la invención, los carbonatos de diarilo que van a purificarse son preferentemente aquellos de fórmula general (I)



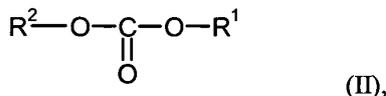
en la que R, R' y R'' representan independientemente entre sí H, alquilo C₁-C₃₄ lineal o ramificado, eventualmente sustituido, preferentemente alquilo C₁-C₆, de manera especialmente preferente alquilo C₁-C₄, alcoxilo C₁-C₃₄, preferentemente alcoxilo C₁-C₆, de manera especialmente preferente alcoxilo C₁-C₄, cicloalquilo C₅-C₃₄, alquilarilo C₇-C₃₄, arilo C₆-C₃₄ o un resto halógeno, preferentemente un resto cloro y R, R' y R'' pueden ser iguales o distintos en los dos lados de la fórmula (I). R puede significar también -COO-R''', pudiendo ser R''' H, alquilo C₁-C₃₄ eventualmente ramificado, preferentemente alquilo C₁-C₆, de manera especialmente preferente alquilo C₁-C₄, alcoxilo C₁-C₃₄, preferentemente alcoxilo C₁-C₆, de manera especialmente preferente alcoxilo C₁-C₄, cicloalquilo C₅-C₃₄, alquilarilo C₇-C₃₄ o arilo C₆-C₃₄. Preferentemente, R, R' y R'' son iguales en los dos lados de fórmula (I). De manera muy especialmente preferente R, R' y R'' representan H.

Los carbonatos de diarilo de fórmula general (I) son por ejemplo: carbonato de difenilo, carbonatos de metilfenilfenilo y carbonatos de di-(metilfenilo), también como mezcla, pudiendo ser arbitraria la posición del grupo metilo en los anillos de fenilo, así como carbonatos de dimetilfenil-fenilo y carbonatos de di-(dimetilfenilo), también como mezcla, pudiendo ser arbitraria la posición de los grupos metilo en los anillos de fenilo, carbonatos de clorofenil-fenilo y carbonatos de di-(clorofenilo), pudiendo ser arbitraria la posición del grupo metilo en los anillos de fenilo, carbonato de 4-etilfenil-fenilo, carbonato de di-(4-etilfenilo), carbonato de 4-n-propilfenil-fenilo, carbonato de di-(4-n-propilfenilo), carbonato de 4-iso-propilfenil-fenilo, carbonato de di-(4-iso-propilfenilo), carbonato de 4-n-butilfenil-fenilo, carbonato de di-(4-n-butilfenilo), carbonato de 4-iso-butilfenil-fenilo, carbonato de di-(4-iso-butilfenilo), carbonato de 4-terc-butilfenil-fenilo, carbonato de di-(4-terc-butilfenilo), carbonato de 4-n-pentilfenil-fenilo, carbonato de di-(4-n-pentilfenilo), carbonato de 4-n-hexilfenil-fenilo, carbonato de di-(4-n-hexilfenilo), carbonato de 4-iso-octilfenil-fenilo, carbonato de di-(4-iso-octilfenilo), carbonato de 4-n-nonilfenil-fenilo, carbonato de di-(4-n-nonilfenilo), carbonato de 4-ciclohexilfenil-fenilo, carbonato de di-(4-ciclohexilfenilo), carbonato de 4-(1-metil-1-feniletíl)-fenil-fenilo, carbonato de di-[4-(1-metil-1-feniletíl)-fenilo], carbonato de bifenil-4-il-fenilo, carbonato de di-(bifenil-4-ilo), carbonato de (1-naftil)-fenilo, carbonato de (2-naftil)-fenilo, carbonato de di-(1-naftilo), carbonato de di-(2-naftilo), carbonato de 4-(1-naftil)-fenil-fenilo, carbonato de 4-(2-naftil)-fenil-fenilo, carbonato de di-[4-(1-naftil)fenilo], carbonato de di-[4-(2-naftil)fenilo], carbonato de 4-fenoxifenil-fenilo, carbonato de di-(4-fenoxifenilo), carbonato de 3-pentadecilfenil-fenilo, carbonato de di-(3-pentadecilfenilo), carbonato de 4-tritilfenilfenilo, carbonato de di-(4-tritilfenilo), carbonato de metilsalicilato-fenilo, carbonato de di-(metilsalicilato), carbonato de etilsalicilato-fenilo, carbonato de di-(etilsalicilato), carbonato de n-propilsalicilato-fenilo, carbonato de di-(n-propilsalicilato), carbonato de iso-propilsalicilato-fenilo, carbonato de di-(iso-propilsalicilato), carbonato de n-butilsalicilato-fenilo, carbonato de di-(n-butilsalicilato), carbonato de iso-butilsalicilato-fenilo, carbonato de di-(iso-butilsalicilato), carbonato de terc-butilsalicilato-fenilo, carbonato de di-(terc-butilsalicilato), carbonato de di-(fenilsalicilato) y carbonato de di-(bencilsalicilato).

Los carbonatos de diarilo preferentes son: carbonato de difenilo, carbonato de 4-terc-butilfenil-fenilo, carbonato de di-(4-terc-butilfenilo), carbonato de bifenil-4-il-fenilo, carbonato de di-(bifenil-4-ilo), carbonato de 4-(1-metil-1-feniletíl)-fenil-fenilo y carbonato de di-[4-(1-metil-1-feniletíl)-fenilo].

Se prefiere especialmente carbonato de difenilo.

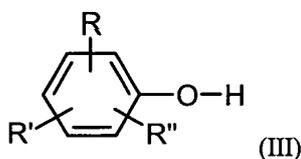
Los carbonatos de dialquilo en el contexto de la invención son aquéllos de fórmula (II)



en la que R¹ y R² independientemente entre sí representan alquilo C₁-C₃₄ lineal o ramificado, eventualmente sustituido, preferentemente representan alquilo C₁-C₆, de manera especialmente preferente representan alquilo C₁-C₄. A este respecto, R¹ y R² pueden ser iguales o distintos. Preferentemente, R¹ y R¹ son iguales.

Los carbonatos de dialquilo preferentes son carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, carbonato de di(n-propilo), carbonato de di(iso-propilo), carbonato de di(n-butilo), carbonato de di(sec-butilo), carbonato de di(terc-butilo) o carbonato de dihexilo. Se prefieren especialmente carbonato de dimetilo o carbonato de dietilo. Se prefiere muy especialmente carbonato de dimetilo.

Los compuestos de hidroxilo aromáticos en el contexto de la invención son preferentemente aquéllos de fórmula general (III)



en la que R, R' y R'' independientemente entre sí pueden tener el significado mencionado para la fórmula general (I).

Tales compuestos de hidroxilo aromáticos son por ejemplo: fenol, o-, m- o p-cresol, también como mezcla de cresoles, dimetilfenol, también como mezcla, pudiendo ser arbitraria la posición de los grupos metilo en el anillo de fenol, por ejemplo 2,4-, 2,6-, o 3,4-dimetilfenol, o-, m o p-clorofenol, o-, m- o p-etilfenol, o-, m- o p-n-propilfenol, 4-iso-propilfenol, 4-n-butilfenol, 4-iso-butilfenol, 4-terc-butilfenol, 4-n-pentilfenol, 4-n-hexilfenol, 4-iso-octilfenol, 4-n-nonilfenol, o-, m- o p-metoxifenol, 4-ciclohexilfenol, 4-(1-metil-1-feniletil)-fenol, bifenil-4-ol, 1-naftol, 2-1-naftol, 4-(1-naftil)fenol, 4-(2-naftil)-fenol, 4-fenoxifenol, 3-pentadecilfenol, 4-tritilfenol, ácido metilsalicílico, ácido etilsalicílico, ácido n-propilsalicílico, ácido iso-propilsalicílico, ácido n-butilsalicílico, ácido iso-butilsalicílico, ácido terc-butilsalicílico, ácido fenilsalicílico y ácido bencilsalicílico.

Los compuestos de hidroxilo aromáticos preferentes son fenol, 4-terc-butilfenol, bifenil-4-ol y 4-(1-metil-1-feniletil)-fenol.

Se prefiere especialmente fenol.

Tanto los carbonatos de dialquilo mencionados anteriormente como también los compuestos de hidroxilo aromáticos los conoce el experto y pueden obtenerse comercialmente o pueden prepararse según procedimientos igualmente conocidos para el experto.

Alquilo C₁-C₄ representa en el contexto de la invención representa por ejemplo metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, sec-butilo, terc-butilo, **alquilo C₁-C₆** representa además por ejemplo n-pentilo, 1-metilbutilo, 2-metilbutilo, 3-metilbutilo, neo-pentilo, 1-etilpropilo, n-hexilo, 1,1-dimetilpropilo, 1,2-dimetilpropilo, 1-metilpentilo, 2-metilpentilo, 3-metilpentilo, 4-metilpentilo, 1,1-dimetilbutilo, 1,2-dimetilbutilo, 1,3-dimetilbutilo, 2,2-dimetilbutilo, 2,3-dimetilbutilo, 3,3-dimetilbutilo, 1-etilbutilo, 2-etilbutilo, 1,1,2-trimetilpropilo, 1,2,2-trimetilpropilo, 1-etil-1-metilpropilo o 1-etil-2-metilpropilo, **alquilo C₁-C₃₄** representa además por ejemplo n-heptilo y n-octilo, n-nonilo, n-decilo, n-dodecilo, n-tridecilo, n-tetradecilo, n-hexadecilo o n-octadecilo. Lo mismo se aplica para el correspondiente resto alquilo por ejemplo en restos aralquilo o restos alquilarilo. Los restos alquilenos en los correspondientes restos hidroxialquilo o aralquilo o alquilarilo representan por ejemplo los restos alquilenos correspondientes a los restos alquilo anteriores.

Arilo representa un resto aromático carbocíclico con 6 a 34 átomos de carbono de estructura principal. Lo mismo se aplica para la parte aromática de un resto arilalquilo, también denominado resto aralquilo, así como para componentes arilo de grupos más complejos, tales como por ejemplo restos arilcarbonilo.

Arialquilo o **aralquilo** significa respectivamente de manera independiente un resto alquilo de cadena lineal, ramificado o no ramificado según la definición anterior, que puede estar sustituido una vez, varias veces o completamente con restos arilo de acuerdo con la definición anterior.

La enumeración anterior ha de entenderse a modo de ejemplo y no como limitación.

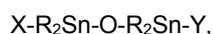
Los catalizadores de transesterificación para la preparación de los carbonatos de diarilo que van a purificarse y que han de eliminarse como impurezas de éstos pueden ser catalizadores de transesterificación conocidos por la bibliografía para la transesterificación de carbonato de dialquilo-fenol, tal como por ejemplo hidruros, óxidos, hidróxidos, alcoholatos, amidas u otras sales de metales alcalinos, tales como litio, sodio, potasio, rubidio, cesio,

magnesio y calcio, preferentemente litio, sodio, potasio, magnesio y calcio y de manera especialmente preferente litio, sodio y potasio (véanse por ejemplo los documentos US 3 642 858, US 3 803 201 o EP-A 1082). Las sales de los metales alcalinos y alcalinotérreos pueden ser también aquéllas de ácidos orgánicos o inorgánicos, tales como de ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido benzoico, ácido esteárico, ácido carbónico (carbonatos o hidrogenocarbonatos), ácido fosfórico, ácido cianhídrico, ácido tiociánico, ácido bórico, ácido estánnico, ácido estannoico C₁-C₄ o ácido antimónico. Preferentemente se tienen en cuenta como compuestos de los metales alcalinos y alcalinotérreos los óxidos, hidróxidos, alcoholatos, acetatos, propionatos, benzoatos, carbonatos e hidrogenocarbonatos, de manera especialmente preferente se usan hidróxidos, alcoholatos, acetatos, benzoatos o carbonatos. Los compuestos de metales alcalinos o alcalinotérreos mencionados se usan preferentemente en cantidades del 0,001 % al 2 % en peso, preferentemente del 0,005 % al 0,9 % en peso y de manera especialmente preferente del 0,01 % al 0,5 % en peso, con respecto al peso de la mezcla de reacción que va a reaccionar.

Otros catalizadores que pueden usarse de acuerdo con la invención son compuestos metálicos tales como AlX₃, TiX₃, UX₄, TiX₄, VOX₃, VX₅, ZnX₂, FeX₃, PbX₂ y SnX₄, en los que X representa restos halógeno, acetoxilo, alcoxilo o ariloxilo (documento DE-OS 2 58 412). Los catalizadores que pueden usarse de acuerdo con la invención especialmente preferentes son compuestos metálicos tales como AlX₃, TiX₄, PbX₂ y SnX₄, tales como por ejemplo tetracloruro de titanio, tetrametóxido de titanio, tetrafenóxido de titanio, tetraetóxido de titanio, tetraisopropilato de titanio, tetradodecilato de titanio, tetraisooctilato de estaño y triisopropilato de aluminio. Se prefieren muy especialmente compuestos metálicos TiX₄. Los compuestos metálicos mencionados se usan preferentemente en cantidades del 0,001 % al 5 % en peso, preferentemente del 0,005 % al 5 % en peso y de manera especialmente preferente del 0,01 % al 5 % en peso, con respecto al peso de la mezcla de reacción que va a reaccionar.

Halógeno significa en el contexto de la invención flúor, cloro o bromo, preferentemente flúor o cloro, de manera especialmente preferente cloro.

Otros catalizadores que pueden usarse de acuerdo con la invención son compuestos de organoestaño de fórmula general (R¹¹)_{4-x}-Sn(Y)_x, en la que Y representa un resto OCOR¹², OH o OR, significando R¹² alquilo C₁-C₁₂, arilo C₆-C₁₂ o alquilarilo C₇-C₁₃, R¹¹ independientemente de R¹² tiene el significado de R¹² y x significa un número entero de 1 a 3, compuestos de dialquilestaño con 1 a 12 átomos de C en el resto alquilo o compuestos de bis-(trialquilestaño), por ejemplo acetato de trimetilestaño, benzoato de trietilestaño, acetato de tributilestaño, acetato de trifenilestaño, diacetato de dibutilestaño, dilaurato de dibutilestaño, dilaurato de dioctilestaño, adipinato de dibutilestaño, dibutildimetoxiestaño, glicolato de dimetilestaño, dibutildietoxiestaño, hidróxido de trietilestaño, hexaetilestannoxano, hexabutilestannoxano, óxido de dibutilestaño, óxido de dioctilestaño, triisooctilato de butilestaño, triisooctilato de octilestaño, ácido butilestannoico y ácido octilestannoico en cantidades del 0,001 % al 20 % en peso (véanse los documentos EP 879, EP 880, EP 39 452, DE-OS 34 45 555, JP 79/63023), compuestos de estaño poliméricos de fórmula -[RR¹¹Sn-O]-, en la que R y R¹¹ independientemente entre sí tienen el significado mencionado anteriormente para R¹², por ejemplo poli[oxi(dibutilestannileno)], poli[oxi(dioctilestannileno)], poli[oxi(butilfenilestannileno)] y poli[oxi(difenilestannileno)] (documento DE-OS 34 45 552), hidroxiestannoxanos poliméricos de fórmula -[RSn(OH)-O]-, por ejemplo poli(etilhidroxiestannoxano), poli(butilhidroxiestannoxano), poli(octilhidroxiestannoxano), poli(undecilhidroxiestannoxano) y poli(dodecilhidroxiestannoxanos) en cantidades del 0,001 % al 20 % en peso, preferentemente del 0,005 % al 5 % en peso, con respecto a carbonato de dialquilo (documento DE-OS 40 06 520). Otros compuestos de estaño que pueden usarse de acuerdo con la invención son óxidos de Sn(II) de fórmula general



en la que X e Y independientemente entre sí deben significar OH, SCN, OR¹³, OCOR¹³ o halógeno y R alquilo, arilo, teniendo R¹³ el significado mencionado anteriormente para R¹² (documento EP 0 338 760).

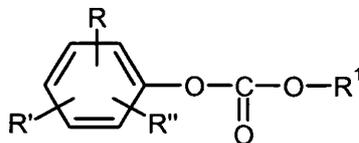
Como otros catalizadores que pueden usarse de acuerdo con la invención se tienen en cuenta compuestos de plomo, eventualmente junto con triorganofosfanos, un compuesto quelato o un haluro de metal alcalino, por ejemplo Pb(OH)₂-2PbCO₃, Pb(OCO-CH₃)₂, Pb(OCO-CH₃)₂ · 2LiCl, Pb(OCO-CH₃)₂ · 2PPh₃ en cantidades de 0,001 mol a 1 mol, preferentemente de 0,005 mol a 0,25 mol por mol de carbonato de dialquilo (documentos JP 57/176932, JP 01/093580), así como otros compuestos de plomo(II) y plomo(IV), tales como PbO, PbO₂, tetróxido de plomo, plumbito y plumbato (documento JP 01/093560), acetato de hierro(III) (documento JP 61/1 72 852), además sales de cobre y/o complejos metálicos, por ejemplo de álcali, zinc, titanio y hierro (documento JP 89/005588).

Los catalizadores preferentes para el procedimiento de acuerdo con la invención son los compuestos metálicos mencionados anteriormente AlX₃, TiX₃, UX₄, TiX₄, VOX₃, VX₅, ZnX₂, FeX₃, PbX₂ y SnX₄. Se prefieren especialmente AlX₃, TiX₄, PbX₂ y SnX₄, de los cuales se mencionan a modo de ejemplo tetracloruro de titanio, tetrametóxido de titanio, tetrafenóxido de titanio, tetraetóxido de titanio, tetraisopropilato de titanio, tetradodecilato de titanio, tetraisooctilato de estaño y triisopropilato de aluminio. Se prefieren muy especialmente compuestos metálicos TiX₄. Se prefieren en particular tetrametóxido de titanio, tetrafenóxido de titanio y tetraetóxido de titanio.

En formas de realización preferentes, el carbonato de diarilo que va a purificarse contiene como impureza compuestos con un punto de ebullición entre el del carbonato de diarilo y el del carbonato de alquilarilo formado durante la preparación del carbonato de diarilo como producto intermedio, que se extraen en otro flujo lateral de la

primera columna de destilación. Esta otra extracción de flujo lateral se realiza en la primera columna de destilación preferentemente por encima de la extracción de flujo lateral para el carbonato de diarilo.

Los carbonatos de alquilarilo formados durante la preparación del carbonato de diarilo como producto intermedio en el contexto de la invención son preferentemente aquéllos de fórmula general (IV)



en la que R, R' y R'' pueden tener el significado mencionado para la fórmula general (I) y R¹ puede tener el significado mencionado para la fórmula general (II).

Los carbonatos de alquilarilo preferentes son carbonato de metil-fenilo, carbonato de etil-fenilo, carbonato de propil-fenilo, carbonato de butilfenilo y carbonato de hexil-fenilo, carbonato de metil-(o-cresilo), carbonato de metil-(p-cresilo), carbonato de etil-(o-cresilo), carbonato de etil-(p-cresilo), carbonato de metil- o etil-(p-clorofenilo). Los carbonatos de alquilarilo especialmente preferentes son carbonato de metil-fenilo y carbonato de etil-fenilo. Se prefiere muy especialmente carbonato de metil-fenilo.

Preferentemente, el carbonato de diarilo que va a purificarse (también designado como carbonato de diarilo bruto) contiene del 10 % al 90 % en peso, de manera especialmente preferente del 20 % al 80 % en peso y de manera muy especialmente preferente del 40 % al 80 % en peso de carbonato de diarilo así como del 5 % al 90 % en peso, de manera especialmente preferente del 5 % al 60 % en peso y de manera muy especialmente preferente del 5 % al 40 % en peso de carbonato de alquilarilo, del 1 % al 90 % en peso, de manera especialmente preferente del 1 % al 50 % en peso y de manera muy especialmente preferente del 1 % al 30 % en peso de compuesto de hidroxilo aromático, del 0 % al 5 % en peso, de manera especialmente preferente del 0 % al 2 % en peso y de manera muy especialmente preferente del 0 % al 0,5 % en peso de componentes secundarios de alto punto de ebullición, del 0 % al 5 % en peso, de manera especialmente preferente del 0,0001 % al 2 % en peso y de manera muy especialmente preferente del 0,0001 % al 1 % en peso de componentes secundarios de punto de ebullición medio y del 0,01 % al 10 % en peso, de manera especialmente preferente del 0,1 % al 5 % en peso y de manera muy especialmente preferente del 1 % al 5 % en peso de catalizador, dando como resultado la suma de todos los componentes mencionados anteriormente en el carbonato de diarilo que va a purificarse el 100 % en peso. Los datos de % en peso son respectivamente con respecto al peso total del carbonato de diarilo bruto que va a purificarse.

Los componentes secundarios de alto punto de ebullición (con frecuencia también designados como compuestos de alto punto de ebullición) son en el contexto de la invención aquéllos cuyo punto de ebullición se encuentra por encima del punto de ebullición del carbonato de diarilo. Los componentes de punto de ebullición medio (con frecuencia también designados como compuestos de punto de ebullición intermedio) son en el contexto de la invención aquéllos cuyo punto de ebullición se encuentra entre el del carbonato de diarilo y el del carbonato de alquilarilo formado durante la preparación del carbonato de diarilo como producto intermedio.

Con el procedimiento de acuerdo con la invención pueden obtenerse preferentemente carbonatos de diarilo con una pureza de, es decir un contenido de carbonato de diarilo puro del 99 % al 100 % en peso, de manera especialmente preferente del 99,5 % al 100 % en peso y de manera muy especialmente preferente del 99,9 % al 100 % en peso, con respecto al peso total del carbonato de diarilo purificado.

El carbonato de diarilo extraído en el flujo lateral de la primera columna de destilación puede extraerse de manera líquida o en forma de vapor de la primera columna de destilación. Preferentemente, el carbonato de diarilo extraído en el flujo lateral de la primera columna de destilación se extrae en forma de vapor de la primera columna de destilación. En formas de realización preferentes puede preferirse, sin embargo, la extracción líquida del carbonato de diarilo en el flujo lateral, en particular debido a circunstancias constructivas.

La primera columna de destilación presenta al menos dos secciones, es decir una parte de concentración en la parte superior de la columna y una parte de agotamiento en la parte inferior de la columna. Preferentemente, la parte de concentración de la primera columna de destilación puede estar subdividida en una parte de concentración inferior y una parte de concentración superior. Además preferentemente, la parte de agotamiento de la primera columna de destilación puede estar subdividida en una parte de agotamiento inferior y una parte de agotamiento superior.

En total presenta la primera columna de destilación preferentemente un rendimiento de separación total de 3 a 160, de manera especialmente preferente de 10 a 90, de manera muy especialmente preferente de 13 a 50 etapas teóricas. La parte de concentración superior presenta a este respecto preferentemente un rendimiento de separación de 0 a 40, de manera especialmente preferente de 1 a 20, de manera muy especialmente preferente de 1 a 10 etapas teóricas, la parte de concentración inferior de preferentemente 1 a 40, de manera especialmente preferente de 5 a 20, de manera muy especialmente preferente de 5 a 15 de etapas teóricas, la parte de agotamiento superior de preferentemente 1 a 40, de manera especialmente preferente de 2 a 30, de manera muy especialmente preferente de 5 a 20 etapas teóricas y la parte de agotamiento inferior de preferentemente 1 a 40, de manera

especialmente preferente de 2 a 20, de manera muy especialmente preferente de 2 a 15 etapas teóricas.

5 La evaporación se realiza preferentemente en un intervalo de temperatura de 100 °C a 300 °C, preferentemente de 150 °C a 240 °C y de manera especialmente preferente de 180 °C a 230 °C en el fondo de la columna. La condensación de los vapores en la cabeza de la columna puede realizarse en una sola etapa o en múltiples etapas, preferentemente en una sola etapa o en dos etapas, en un intervalo de temperatura de preferentemente 40 °C a 250 °C, preferentemente de 50 °C a 200 °C y de manera especialmente preferente de 60 °C a 180 °C.

10 El producto de fondo de la primera columna de destilación tiene un contenido residual de carbonato de diarilo inferior al 95 % en peso, preferentemente inferior al 90 % en peso y de manera especialmente preferente inferior al 75 % en peso. Para evitar pérdidas de catalizador puede reconducirse el producto de fondo de la primera columna de destilación preferentemente en al menos el 50 %, de manera especialmente preferente en al menos el 80 % y de manera muy especialmente preferente en al menos el 90 % de nuevo a la transesterificación de al menos un carbonato de dialquilo y al menos un compuesto de hidroxilo aromático. La parte residual del producto de fondo de la primera columna de destilación puede alimentarse a una etapa de procesamiento, a continuación designada como concentración de residuo, con el fin de concentrar el residuo y recuperar parcialmente el carbonato de diarilo aún contenido en el producto de fondo de la primera columna de destilación. El carbonato de diarilo recuperado en la concentración de residuo puede alimentarse en una forma de realización especial del procedimiento de manera líquida o en forma de vapor, preferentemente en forma de vapor, de nuevo a la primera columna de destilación. El residuo concentrado procedente de la concentración de residuo o bien puede descargarse del procedimiento o puede alimentarse a otra etapa de procesamiento con el fin de recuperar el catalizador. Debido a ello pueden evitarse tanto pérdidas de catalizadores caros como pérdidas de carbonato de diarilo deseado y con ello que se configuren los procedimientos de acuerdo con la invención adicionalmente de manera más económica.

15 La primera columna de destilación se hace funcionar preferentemente a una presión de cabeza de 0,1 a 100 kPa (absoluta), de manera especialmente preferente de 0,1 a 10 kPa (absoluta) y de manera muy especialmente preferente de 0,5 a 5 kPa (absoluta).

25 En formas de realización preferentes del procedimiento de acuerdo con la invención pueden calentarse las conducciones y unidades que conducen mezclas que presentan un punto de solidificación superior a 30 °C, preferentemente superior a 40 °C, hasta temperaturas por encima de este punto de solidificación, preferentemente hasta temperaturas superiores a 1 °C por encima de este punto de solidificación, de manera especialmente preferente hasta temperaturas superiores a 5 °C por encima de este punto de solidificación. Debido a ello se evitan precipitaciones de sólidos dentro de estas conducciones y unidades y se facilita considerablemente el restablecimiento de las correspondientes instalaciones tras paradas.

30 El procedimiento de acuerdo con la invención se describe a modo de ejemplo por medio de las figuras 1 a 5b.

La figura 1.1 describe la purificación de carbonato de diarilo en una columna de destilación.

35 La figura 1.2 describe una realización no de acuerdo con la invención de la purificación de carbonato de diarilo en una columna de destilación con una concentración de residuo adicional.

La figura 1.3 describe una realización no de acuerdo con la invención de la purificación de carbonato de diarilo en una columna de destilación con una concentración de residuo adicional en forma de un evaporador.

La figura 2.1 describe la purificación de carbonato de diarilo en una columna de destilación con columna de flujo lateral externa adicional, que está realizada únicamente como parte de concentración.

40 La figura 2.2 describe la purificación de carbonato de diarilo en una columna de destilación con columna de flujo lateral integrada adicional, que está realizada únicamente como parte de concentración.

La figura 2.3 describe la purificación de carbonato de diarilo en una columna de destilación con columna de flujo lateral externa adicional, que presenta una parte de concentración y una parte de agotamiento.

45 La figura 3.1 describe la purificación de acuerdo con la invención de carbonato de diarilo en una columna de pared separadora con extracción de flujo lateral líquida del carbonato de diarilo purificado.

La figura 3.2 describe la purificación de carbonato de diarilo en una columna de pared separadora con extracción de flujo lateral en forma de vapor del carbonato de diarilo purificado.

50 La figura 4 describe por secciones la condensación en la cabeza de una columna de destilación o columna de pared separadora en una o varias secciones de columna adicionales con un condensado enfriado en un circuito externo.

La figura 5a describe por secciones la condensación en la cabeza de una columna de destilación o columna de pared separadora, permaneciendo no modificado el diámetro de la columna en la zona de la condensación.

ES 2 569 938 T3

La figura 5b describe por secciones la condensación en la cabeza de una columna de destilación o columna de pared separadora con una reducción del diámetro de la columna en dirección de la cabeza de la columna.

Las figuras sirven para la explicación a modo de ejemplo de la invención y no han de interpretarse como limitación.

En las figuras 1.1 a 5b significan

- | | | |
|----|---|--|
| 5 | K ₃
K ₃ C _{1-N}
K ₃ E _{1-N}
K ₃ VT ₁
K ₃ VT ₂ | primera columna de destilación de carbonato de diarilo con extracción de flujo lateral
condensador de cabeza de una o varias etapas (conexión en serie y/o en paralelo)
evaporador de una o varias etapas para el producto de fondo (conexión en serie y/o en paralelo)
parte de concentración superior
parte de concentración inferior |
| 10 | K ₃ AT ₁
K ₃ AT ₂
K ₃ SC _{1-N}
K ₄
K ₄ C _{1-N} | parte de agotamiento superior
parte de agotamiento (inferior)
condensador de flujo lateral de una o varias etapas (conexión en serie y/o en paralelo)
columna de flujo lateral
condensador de cabeza de una o varias etapas de la columna de flujo lateral (conexión en serie y/o en paralelo) |
| 15 | K ₄ VT ₁
K ₄ AT ₁
K ₄ E _{1-N} | parte de concentración de la columna de flujo lateral
parte de agotamiento de la columna de flujo lateral
evaporador de una o varias etapas para el producto de fondo de la columna de flujo lateral (conexión en serie y/o en paralelo) |
| 20 | T
K ₃ TLO
K ₃ TLU
K ₃ TRU
K ₃ TRO | pared separadora
parte de concentración en el lado de alimentación de la pared separadora
parte de agotamiento en el lado de alimentación de la pared separadora
parte de concentración en el lado de extracción de la pared separadora
parte de agotamiento en el lado de extracción de la pared separadora |
| 25 | K ₃ CS _{1-N}
K ₃ W _{1-N}
K ₃ RA
K ₃ E _{N+1} | una o varias secciones de columna para la condensación en la columna de destilación o columna de pared separadora (conexión en serie y/o en paralelo)
uno o varios refrigeradores de líquido (conexión en serie y/o en paralelo)
concentración de residuo
concentración de residuo en forma de un evaporador |
| 30 | Además se mencionan en las figuras 1.1 a 5b los siguientes flujos de sustancia | |
| | 1
2
3
4 | carbonato de diarilo bruto
destilado de la columna K ₃
producto de fondo de la columna K ₃
flujo lateral adicional de K ₃ con compuestos de punto de ebullición intermedio |
| 35 | 5
6
7
8
9 | carbonato de diarilo líquido purificado
flujo lateral en forma de vapor de K ₃
vapores en la cabeza der columna de flujo lateral K ₄
reflujo de la columna de flujo lateral K ₄
productos de fondo de la columna K ₄ |
| 40 | 10
11
12
13
14 | vapores procedentes de K ₃ para la condensación en K ₃ C _{1-N}
reflujo de la columna K ₃
líquido procedente de la parte de agotamiento inferior de K ₃
mezcla de vapor/líquido de K ₃ E _{1-N}
líquido procedente de la parte de concentración tras K ₃ TLO (realización especial de K ₃ como columna de pared separadora) |
| 45 | 15
16 | líquido procedente de parte de concentración tras K ₃ TRO (realización especial de K ₃ como columna de pared separadora)
vapor procedente de la parte de agotamiento tras K ₃ TLU (realización especial de K ₃ como columna de pared separadora) |
| 50 | 17
18
19 | vapor procedente de la parte de agotamiento tras K ₃ TRU (realización especial de K ₃ como columna de pared separadora)
vapores no condensados y/o compuestos inertes tras la condensación K ₃ C _{1-N}
vapores no condensados y/o compuestos inertes tras la condensación K ₄ C _{1-N} |
| 55 | 20
21
22
23
24 | flujo que contiene carbonato de diarilo procedente de K ₃ RA
flujo parcial procedente de la sección de condensación K ₃ CS _{1-N} hacia el refrigerador K ₃ W _{1-N}
condensado enfriado del K ₃ W _{1-N} hacia la sección de condensación K ₃ CS _{1-N}
líquido procedente de la parte de agotamiento de la columna de flujo lateral K ₄
flujo que contiene catalizador hacia la transesterificación (flujo parcial procedente del fondo K ₃) |
| 60 | 25
26 | flujo parcial procedente del producto de fondo de K ₃ hacia K ₃ RA
flujo procedente de K ₃ RA hacia la descarga o recuperación del catalizador |

En una forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención se realiza la purificación del carbonato de diarilo en una columna de destilación que presenta al menos tres secciones. En el caso de estas al menos tres secciones se trata de al menos una parte de concentración y al menos una parte de agotamiento, estando dividida la parte de agotamiento en una parte de agotamiento inferior y una parte de agotamiento superior.

5 De manera especialmente preferente, la columna de destilación con una parte de concentración y una parte de agotamiento, estando dividida la parte de agotamiento en una parte de agotamiento inferior y una parte de agotamiento superior, presenta cuatro secciones, estando dividida también la parte de concentración en una parte de concentración inferior y superior.

Una variante no de acuerdo con la invención del procedimiento de acuerdo con la invención está representada a modo de ejemplo en la figura 1.1. La columna de destilación K_3 de esta forma de realización preferente presenta cuatro secciones, una parte de agotamiento inferior (K_3AT_2) y una parte de agotamiento superior (K_3AT_1) así como una parte de concentración inferior (K_3VT_2) y una parte de concentración superior (K_3VT_1). El carbonato de diarilo bruto (1) se alimenta entre la parte de concentración inferior K_3VT_2 y la parte de agotamiento superior K_3AT_1 de la columna.

15 La parte de concentración superior presenta preferentemente un rendimiento de separación de 0 a 40, de manera especialmente preferente de 1 a 20, de manera muy especialmente preferente de 1 a 10 etapas teóricas, la parte de concentración inferior de preferentemente 1 a 40, de manera especialmente preferente de 5 a 20, de manera muy especialmente preferente de 5 a 15 etapas teóricas, la parte de agotamiento superior de preferentemente 1 a 40, de manera especialmente preferente de 2 a 30, de manera muy especialmente preferente de 5 a 20 etapas teóricas y la parte de agotamiento inferior de preferentemente 1 a 40, de manera especialmente preferente de 2 a 20, de manera muy especialmente preferente de 2 a 15 etapas teóricas.

Para la obtención de este rendimiento de separación de las secciones pueden usarse cuerpos llenadores o empaquetaduras ordenadas. Los cuerpos llenadores o empaquetaduras ordenadas que van a usarse son aquéllos habituales para destilaciones, tal como se describen por ejemplo en Ullmann's Encyclopädie der Technischen Chemie, 4ª edición, volumen 2, páginas 528 y siguientes. Como ejemplos de cuerpos llenadores se mencionan anillos Raschig o Pall y Novalox, sillines Berl, Intalex o Torus, interempaquetaduras y como ejemplos de empaquetaduras ordenadas se mencionan empaquetaduras de chapa y tejido (tales como por ejemplo empaquetaduras BX, Montz Pak, Mellapak, Melladur, Kerapak y empaquetadura CY) de distintos materiales, tales como vidrio, cerámica, porcelana, acero inoxidable, plástico. Se prefieren cuerpos llenadores y empaquetaduras ordenadas que presentan una gran superficie, una buena humectación así como tiempo de permanencia suficiente de la fase líquida. Estos son por ejemplo anillos Pall y Novalox, sillines Berl, empaquetaduras BX, Montz Pak, Mellapak, Melladur, Kerapak y empaquetaduras CY. Como alternativa son adecuados también platos de columna, tales como por ejemplo platos tamizadores, de campana, de válvula, de túnel. Preferentemente se usan apilamientos de cuerpos llenadores y empaquetaduras estructuradas, de manera especialmente preferente empaquetaduras estructuradas.

25
30
35

Una sección en el contexto de la invención se caracteriza porque se encuentra por debajo y/o por encima de esta sección un sitio de alimentación y/o de extracción. Con el uso de apilamientos de cuerpos llenadores y/o empaquetaduras estructuradas puede estar subdividida una sección en varias secciones, cuando la sección presenta más de 4, preferentemente más de 10 y de manera especialmente preferente más de 15 etapas teóricas.

40 La columna de destilación presenta además un condensador de cabeza K_3C_{1-N} de una o varias etapas (de N etapas) así como un evaporador K_3E_{1-N} de una o varias etapas (de N etapas) para el producto de fondo. En la condensación o evaporación en varios aparatos (condensadores o evaporadores) son posibles tanto conexiones en paralelo y/o en serie como combinaciones de conexión en paralelo y en serie.

45 La condensación de los vapores en la cabeza de la columna de destilación puede realizarse en una sola etapa o en múltiples etapas, preferentemente en una sola etapa o en dos etapas, en un intervalo de temperatura de 40 °C a 250 °C, preferentemente de 50 °C a 200 °C y de manera especialmente preferente de 60 °C a 180 °C.

Con respecto a la condensación en el condensador de cabeza son concebibles distintas formas de realización. Como condensadores de cabeza son adecuados por ejemplo intercambiadores de calor de haz tubular o de placas. La proporción d_1/D_1 de diámetro de la conducción de vapor desde la columna hacia el condensador (d_1) con respecto al diámetro de la columna de la primera columna de destilación (D_1) se encuentra preferentemente en el intervalo de 0,2 a 1,0, de manera especialmente preferente en el intervalo de 0,5 a 1. En una forma de realización especialmente preferente puede estar integrado el condensador de cabeza en la columna de destilación, de modo que entre la columna de destilación y el condensador de cabeza no se requiere ninguna conducción de vapor. La proporción d_1/D_1 asciende en este caso a 1. A este respecto puede adaptarse la sección transversal de la columna tras la entrada en el condensador de cabeza posiblemente también al avance de la condensación. Tales formas de realización preferentes están representadas por secciones y a modo de ejemplo en las figuras 5a y 5b.

50
55

En la forma de realización representada en la figura 5a permanece no modificado el diámetro de la columna en la zona de condensación. Los vapores (10) que ascienden desde la parte de concentración, en caso de existir preferentemente la parte de concentración superior K_3VT_1 , se condensan en el o los condensadores de cabeza K_3C_1 .

N. Una parte del condensado se envía como reflujo (11) de nuevo a la sección de columna superior. La parte residual del condensado se descarga como destilado (2) de la columna. Los compuestos inertes y/o vapores no condensados (18) se extraen en la cabeza de la columna.

5 En algunas formas de condensador puede ser ventajoso configurar de manera variable la sección transversal de la columna. Si la conducción de los vapores que van a condensarse es por ejemplo de abajo arriba, entonces disminuye la cantidad de vapor hacia arriba. Mediante una reducción del diámetro de la columna hacia la cabeza de la columna se adapta la sección transversal de la columna disponible para el vapor a la cantidad de vapor que disminuye hacia arriba. Una forma de realización de este tipo está representada a modo de ejemplo en la figura 5b. A este respecto no debe realizarse forzosamente arriba la extracción de los vapores no condensados. Si por ejemplo se selecciona una construcción, en la que se introduce un haz de placas o de tubos desde arriba en la columna, entonces puede encontrarse la extracción de los vapores no condensados también lateralmente.

10 Otra forma de realización preferente de un condensador de cabeza se representa en la figura 4. A este respecto se realiza la condensación de los vapores (10) que ascienden desde la parte de concentración, en caso de existir preferentemente la parte de concentración superior K_3VT_1 , en una o varias secciones de columna adicionales (K_3CS_{1-N}) con un condensado enfriado en un circuito externo. El líquido que sale en el extremo inferior de esta sección de columna se extrae (21) a este respecto parcialmente y se alimenta a uno o varios refrigeradores externos K_3W_{1-N} , que pueden estar conectados tanto en serie como en paralelo, para la evacuación del calor de condensación producido. El líquido restante o bien se descarga como destilado (2) o se envía como reflujo (11) a la parte de concentración, en caso de existir preferentemente a la parte de concentración superior K_3VT_1 . Tras el enfriamiento se alimenta el líquido (22) por encima de la o las secciones de columna adicionales K_3CS_{1-N} de nuevo a la columna de destilación. En la condensación en la columna pueden usarse a este respecto los platos de columna, cuerpos llenadores o empaquetaduras estructuradas descritos ya anteriormente. La extracción de los vapores no condensados o compuestos inertes (18) se realiza por encima de la o de las secciones de columna K_3CS_{1-N} .

15 El líquido 12 que sale de la parte de agotamiento inferior K_3AT_2 en la representación a modo de ejemplo en la figura 1.1 se concentra en una evaporación de una o varias etapas (de N etapas), alimentándose los vapores de la mezcla de vapor/líquido (13) que se produce a este respecto de nuevo a la parte de agotamiento inferior K_3AT_2 . La evaporación se realiza preferentemente en un intervalo de temperatura de 150 °C a 300 °C, preferentemente de 160 °C a 240 °C y de manera especialmente preferente de 180 °C a 230 °C en el fondo de la columna. La temperatura en la cabeza de la columna asciende preferentemente a de 40 °C a 250 °C, preferentemente de 50 °C a 200 °C y de manera especialmente preferente de 60 °C a 180 °C. Se obtiene un producto de fondo (3) con un contenido residual de carbonato de diarilo inferior al 95 % en peso, preferentemente inferior al 90 % en peso y de manera especialmente preferente inferior al 75 % en peso.

20 A modo de ejemplo se extrae el carbonato de diarilo purificado como flujo lateral (6) en forma de vapor por encima de la parte de agotamiento inferior K_3AT_2 y a continuación se condensa en un condensador de una o varias etapas (de N etapas) K_3SC_{1-N} y se evacúa como líquido 5.

El calor de condensación que se produce durante la condensación en el o los condensadores K_3SC_{1-N} puede usarse preferentemente para la generación de vapor de calentamiento o para el calentamiento de otras secciones del procedimiento, tal como por ejemplo aquéllas en la preparación de carbonatos de diarilo.

25 La columna de destilación K_3 se hace funcionar preferentemente a una presión de cabeza de 0,1 a 100 kPa (absoluta), de manera especialmente preferente de 0,1 a 10 kPa (absoluta) y de manera muy especialmente preferente de 0,5 a 5 kPa (absoluta). La proporción de reflujo se ajusta a este respecto de modo que el contenido en carbonato de diarilo en el destilado 10 asciende preferentemente a menos del 10 % en peso, de manera especialmente preferente a menos del 5 % en peso y de manera muy especialmente preferente a menos del 1 % en peso, con respecto al peso total del destilado. Para ello se ajusta preferentemente una proporción de reflujo de 0,2 a 5, de manera especialmente preferente de 0,2 a 2 y de manera muy especialmente preferente de 0,3 a 1,6, correspondiendo la proporción de reflujo en el contexto de la invención a la proporción en peso del condensado reconducido a la columna con respecto al vapor extraído en la cabeza de la columna sin condensado reconducido.

30 Si el carbonato de diarilo bruto contiene como impureza compuestos con un punto de ebullición entre el del carbonato de diarilo y el del carbonato de alquilarilo formado durante la preparación del carbonato de diarilo como producto secundario, éstos pueden extraerse de acuerdo con la invención en otro flujo lateral 4 de la primera columna de destilación.

35 Tal como se representa en la figura 1.2 puede reconducirse el producto de fondo de la primera columna de destilación (3) para evitar pérdidas de catalizador en al menos el 50 %, preferentemente al menos el 80 % y de manera especialmente preferente al menos el 90 % de nuevo a la transesterificación de al menos un carbonato de diarilo y al menos un compuesto de hidroxilo aromático para la preparación del carbonato de diarilo (24). La parte residual (25) del producto de fondo puede alimentarse a una concentración de residuo (K_3RA) con el fin de concentrar el residuo y recuperar parcialmente el carbonato de diarilo aún contenido en el producto de fondo de la primera columna de destilación. El carbonato de diarilo (20) recuperado en la concentración de residuo puede alimentarse de manera líquida o en forma de vapor, preferentemente en forma de vapor de nuevo a la primera

columna de destilación. El residuo concentrado (26) o bien puede descargarse del procedimiento o puede alimentarse a otra etapa de procesamiento con el fin de recuperar el catalizador.

5 En una forma de realización, que está representada a modo de ejemplo en la figura 1.3, se realiza la concentración del residuo (25) por medio de un evaporador (K_3E_{N+1}). Los vapores (20) que se producen en la evaporación se conducen al fondo de la primera columna de destilación (K_3). También a este respecto, el residuo concentrado (26) o bien puede descargarse del procedimiento o puede alimentarse a otra etapa de procesamiento con el fin de recuperar el catalizador.

10 En el caso de una descarga del residuo concentrado (26) asciende la pérdida de carbonato de diarilo a menos del 2 %, preferentemente menos del 1 %, de manera especialmente preferente menos del 0,5 % con respecto a las cantidades de carbonato de diarilo purificado.

El procesamiento descrito anteriormente del producto de fondo de la primera columna de destilación puede realizarse opcionalmente también en todas las otras formas de realización planteadas a continuación.

15 En una forma de realización especialmente preferente del procedimiento de acuerdo con la invención se purifica el carbonato de diarilo extraído en el flujo lateral de la primera columna de destilación en al menos una columna de destilación, preferentemente en otra columna de destilación. Otra columna de destilación de este tipo para la purificación del carbonato de diarilo extraído en el flujo lateral de la primera columna de destilación se designa a continuación también de manera abreviada como columna de flujo lateral. En una variante especialmente preferente de esta forma de realización preferente está realizada esta otra columna de destilación (columna de flujo lateral) sin parte de agotamiento. Una forma de realización no de acuerdo con la invención está representada a modo de ejemplo en la figura 2.1.

20 En esta variante se purifica el carbonato de diarilo en una columna de destilación K_3 (tal como se ha descrito ya en relación con la figura 1.1) y una columna de flujo lateral K_4 adicional. El flujo lateral 6 en forma de vapor se alimenta a la columna de flujo lateral K_4 , preferentemente a su parte inferior. En comparación con la realización en la figura 1.1, la columna de destilación K_3 presenta una alimentación 9 adicional por encima de la parte de agotamiento inferior K_3AT_2 , a través de la cual se reconduce el producto de fondo líquido procedente de la columna de flujo lateral K_4 de nuevo a la K_3 .

La columna de flujo lateral K_4 presenta al menos una sección.

30 En particular se hace funcionar ésta, tal como se representa en la figura 2.1, como parte de concentración K_4VT_1 pura y tiene preferentemente un rendimiento de separación de 1 a 50, de manera especialmente preferente de 2 a 30 y de manera muy especialmente preferente de 5 a 20 etapas teóricas.

La columna de flujo lateral K_4 se hace funcionar a una presión de cabeza de 0,1 a 100 kPa (absoluta), de manera especialmente preferente de 0,1 a 10 kPa (absoluta) y de manera muy especialmente preferente de 0,5 a 5 kPa (absoluta). En la columna de flujo lateral se ajusta preferentemente una proporción de reflujo de 0,1 a 10, de manera especialmente preferente de 0,2 a 5 y de manera muy especialmente preferente de 0,2 a 2.

35 La condensación de los vapores (7) en la cabeza de la columna de flujo lateral K_4 puede realizarse en una sola etapa o en varias etapas en un condensador de cabeza K_4C_{1-N} . Ésta se realiza preferentemente en una sola etapa o en dos etapas en un intervalo de temperatura de 70 °C a 250 °C, de manera especialmente preferente de 90 °C a 230 °C y de manera muy especialmente preferente de 90 °C a 210 °C. El calor residual que se produce durante la condensación puede usarse preferentemente para la generación de vapor de calentamiento o para el calentamiento de otras secciones del procedimiento, tal como por ejemplo aquéllas en la preparación de carbonatos de diarilo. El condensado que se produce durante la condensación se envía parcialmente de nuevo como reflujo (8) a la columna de flujo lateral. La parte residual del condensado se extrae como destilado (5) (carbonato de diarilo purificado). Los compuestos inertes y/o los vapores no condensados (19) se descargan.

45 Con respecto a la condensación en el condensador K_4C_{1-N} son adecuadas las mismas formas de realización, tal como se han descrito ya para la condensación en la cabeza de la columna de destilación K_3 (K_3C_{1-N}). En otra variante especialmente preferente de la forma de realización especialmente preferente del procedimiento de acuerdo con la invención con el uso de otra columna de destilación (columna de flujo lateral) se realiza esta otra columna de destilación (columna de flujo lateral) tanto con al menos una parte de concentración como con al menos una parte de agotamiento. Una variante no de acuerdo con la invención de esta forma de realización está representada a modo de ejemplo en la figura 2.3.

55 La columna de flujo lateral K_4 representada en la figura 2.3 presenta tanto una parte de agotamiento K_4AT_1 como una parte de concentración K_4AT_2 . El flujo lateral 6 en forma de vapor de la primera columna de destilación K_3 puede condensarse a este respecto en primer lugar en un condensador de flujo lateral de una o varias etapas K_3SC_{1-N} y a continuación puede alimentarse a la columna de flujo lateral K_4 . La columna de flujo lateral K_4 se hace funcionar a una presión de cabeza de 0,1 a 100 kPa (absoluta), preferentemente de 0,1 a 10 kPa (absoluta) y de manera especialmente preferente de 0,5 a 5 kPa (absoluta). A este respecto resulta en el fondo una temperatura de 150 °C a 300 °C, preferentemente de 160 °C a 240 °C y de manera especialmente preferente de 180 °C a 230 °C.

5 La columna de flujo lateral K_4 de acuerdo con la figura 2.3 tiene un rendimiento de separación total de 5 a 100 etapas, preferentemente de 10 a 80 etapas, de manera especialmente preferente de 30 a 80 etapas, presentando la parte de concentración de la misma un rendimiento de separación de 1 a 99, preferentemente de 1 a 79 y de manera especialmente preferente de 2 a 79. La columna de flujo lateral K_4 se hace funcionar con una proporción de reflujo de 0,5 a 20, preferentemente de 1 a 10 y de manera especialmente preferente de 1 a 5.

10 La condensación de los vapores (7) en la cabeza de la columna de flujo lateral K_4 puede realizarse en una sola etapa o en varias etapas en un condensador de cabeza K_4C_{1-N} . Ésta se realiza preferentemente en una sola etapa o en dos etapas en un intervalo de temperatura de 70 °C a 250 °C, de manera especialmente preferente de 90 °C a 230 °C y de manera muy especialmente preferente de 90 °C a 210 °C. El calor residual que se produce durante la condensación puede usarse preferentemente para la generación de vapor de calentamiento o para el calentamiento de otras secciones de procedimiento, tales como por ejemplo aquéllas en la preparación de carbonatos de diarilo. El condensado que se produce durante la condensación se envía parcialmente de nuevo como reflujo (8) a la columna de flujo lateral. La parte residual del condensado se extrae como destilado (5) (carbonato de diarilo purificado). Los vapores no condensados (19) se descargan.

15 La evaporación del líquido (23) que sale de la parte de agotamiento K_4AT_1 de la columna de flujo lateral puede realizarse igualmente en una sola etapa o en varias etapas en un evaporador K_4E_{1-N} .

El producto de fondo (9) de la columna de flujo lateral K_4 puede descargarse a continuación total o parcialmente del procedimiento y/o puede alimentarse total o parcialmente de nuevo a la columna de destilación K_3 .

20 La forma de realización especialmente preferente descrita anteriormente del procedimiento de acuerdo con la invención con el uso de una columna de flujo lateral es adecuada en particular para la purificación de carbonatos de diarilo con requerimientos elevados con respecto a su calidad. Tales requerimientos elevados pueden encontrarse por ejemplo en una proporción reducida de componentes secundarios de alto punto de ebullición, pudiéndose reducir su proporción en el carbonato de diarilo en del 10 % al 100 % en peso, preferentemente del 20 % al 90 % en peso y de manera especialmente preferente del 25 % al 80 % en peso en comparación con el procedimiento con sólo una columna de destilación.

25 En una forma de realización especialmente preferente del procedimiento de acuerdo con la invención está integrada la otra columna de destilación en la primera columna de destilación. Para el caso de la variante especialmente preferente, en la que la otra columna de destilación está realizada sin parte de agotamiento, la parte de concentración de esta otra columna está integrada en la primera columna de destilación (K_3). Una variante de esta forma de realización está representada a modo de ejemplo en la figura 2.2. A este respecto, una parte de los vapores (6) que proceden de la parte de agotamiento inferior de la primera columna de destilación (K_3AT_2) llega a una parte de concentración integrada (K_4VT_1), para reducir el contenido en compuestos de alto punto de ebullición. Los vapores (7) que salen en la cabeza de esta columna de flujo lateral integrada se condensan en el o los condensadores externos K_4C_{1-N} y se reconducen parcialmente como reflujo (8) de nuevo a la cabeza de la columna de flujo lateral integrada. La parte residual del condensado se extrae como destilado (5) (carbonato de diarilo purificado). Los vapores no condensados (19) se descargan.

De acuerdo con la invención está realizada la primera columna de destilación como columna de pared separadora.

40 Las columnas de pared separadora son adecuadas igualmente para la separación de una mezcla en tres fracciones, es decir producto de cabeza, producto de fondo y flujo lateral con alta pureza. La columna de pared separadora dispone de una pared separadora dispuesta por regla general de manera vertical, que separa el lado de alimentación del lado de extracción para el flujo lateral uno de otro. La pared separadora preferentemente no es continua, a este respecto, por toda la longitud de la columna. En la mayoría de los casos se encuentra por encima de la pared separadora aún una parte de concentración y por debajo de la pared separadora aún una parte de agotamiento. En la zona de la pared separadora se encuentran tanto en el lado de alimentación como en el lado de extracción para el flujo lateral preferentemente al menos 2 secciones. En el lado de alimentación sirve una sección superior para la reducción de los compuestos de alto punto de ebullición contenidos en la alimentación y sirve una sección inferior para la reducción de los compuestos de bajo punto de ebullición contenidos en la alimentación. En el lado de extracción para el flujo lateral se encuentra igualmente una sección superior por encima de la extracción que sirve para la reducción de los compuestos de bajo punto de ebullición procedentes de la parte de concentración. Una sección inferior, que está dispuesta por debajo de la extracción sirve para la reducción de compuestos de alto punto de ebullición que proceden de la parte de agotamiento por debajo de la pared separadora.

La división del líquido que sale de la parte de concentración depende de los requerimientos del objetivo de separación especial y puede verse influida mediante medidas constructivas como también de regulación técnica. Lo mismo se aplica para el flujo de vapor que procede de la parte de agotamiento.

55 Las columnas de pared separadora las conoce el experto y se describen por ejemplo en el documento DE-A 33 02 525 o DE-A 199 14966.

Preferentemente, la columna de pared separadora presenta adicionalmente a al menos una parte de concentración en la parte superior de la columna y a al menos una parte de agotamiento en la parte inferior de la columna

respectivamente una sección superior e inferior en el lado de alimentación de la pared separadora y en el lado de extracción de la pared separadora, realizándose la alimentación y la extracción respectivamente entre la sección superior e inferior.

5 En formas de realización especialmente preferentes del procedimiento de acuerdo con la invención, la parte de concentración de la columna de pared separadora presenta dos secciones, es decir una parte de concentración inferior y una parte de concentración superior.

10 En formas de realización muy especialmente preferentes del procedimiento de acuerdo con la invención, la columna de pared separadora presenta al menos siete secciones, que comprenden al menos una parte de agotamiento en la parte inferior de la columna, respectivamente una sección superior e inferior en el lado de alimentación de la pared separadora y en el lado de extracción de la pared separadora así como una parte de concentración superior e inferior en la parte superior de la columna.

La pared separadora en una columna de pared separadora de este tipo está dispuesta preferentemente en dirección longitudinal de la columna. Ésta impide el intercambio de sustancias tanto en el lado de vapor como en el lado del líquido entre el lado de alimentación y extracción.

15 Una forma de realización a modo de ejemplo del procedimiento de acuerdo con la invención con una columna de pared separadora con siete secciones está representada a modo de ejemplo en la figura 3.1. La columna de pared separadora K_3 en la figura 3.1 presenta una parte de agotamiento K_3AT_1 en la parte inferior de la columna K_3 , respectivamente una sección superior K_3TLO y sección inferior K_3TLU en el lado de alimentación de la pared separadora T y una sección superior K_3TRO y sección inferior K_3TRU en el lado de extracción de la pared separadora T así como una parte de concentración superior K_3VT_1 y parte de concentración inferior K_3VT_2 en la parte superior de la columna. El carbonato de diarilo bruto (1) se alimenta entre la sección superior K_3TLO y la sección inferior K_3TLU en el lado de alimentación de la pared separadora T de la columna, el carbonato de diarilo purificado (5) se extrae entre la sección superior K_3TRO y la sección inferior K_3TRU en el lado de extracción de la pared separadora T de la columna.

25 La sección superior K_3TLO que se encuentra en el lado de alimentación de la pared separadora sirve para la separación de compuestos de alto punto de ebullición que están contenidos en la alimentación. La sección inferior K_3TLU en el lado de alimentación de la pared separadora sirve para la separación de compuestos de bajo punto de ebullición que están contenidos en el carbonato de diarilo bruto (1). La sección superior K_3TRO que se encuentra en el lado de extracción de la pared separadora sirve para la separación de compuestos de bajo punto de ebullición que están contenidos en el flujo de líquido (15) que sale de la parte de concentración K_3VT_2 en la parte superior de la columna. La sección inferior del lado de extracción K_3TRU sirve para la separación de compuestos de alto punto de ebullición que están contenidos en el flujo de vapor (17) que sale de la parte de agotamiento K_3AT_1 .

35 La extracción del carbonato de diarilo purificado en el lado de extracción de la pared separadora puede realizarse de manera líquida o en forma de vapor. En el diseño de la columna, el tipo de extracción puede influir en ocasiones claramente en la disposición de la pared separadora dentro de la columna. La pared separadora puede estar dispuesta en la columna respectivamente de manera desplazada con respecto al lado de extracción o al lado de alimentación y así puede reducir o aumentar la sección transversal del respectivo lado en comparación con el otro. En el caso de la extracción en forma de vapor del carbonato de diarilo purificado en el lado de extracción de la pared separadora es la sección transversal del lado de extracción de la columna preferentemente más grande que la sección transversal del lado de alimentación, es decir llega más vapor de la parte de agotamiento al lado de extracción. En el caso de la extracción líquida del carbonato de diarilo purificado en el lado de extracción de la pared separadora es la sección transversal del lado de alimentación de la columna preferentemente idéntica a la sección transversal del lado de extracción.

45 En el caso de la extracción líquida del carbonato de diarilo purificado que está representado a modo de ejemplo en la figura 3.1, se extraen del 10 % al 90 %, preferentemente del 20 % al 90 %, de manera especialmente preferente del 50 % al 85 % del líquido que sale de la parte de agotamiento K_3TRO del lado de extracción como flujo lateral 5. El líquido residual se alimenta a la sección inferior K_3TRU del lado de extracción. El líquido que sale de la parte de concentración K_3VT_2 se envía (14) en del 5 % al 50 %, preferentemente en del 10 % al 50 % y de manera especialmente preferente del 10 % al 40 % al lado de alimentación de la pared separadora, o sea por encima de K_3TLO . El líquido residual se envía (15) en el extremo superior al lado de extracción de la pared separadora, o sea a K_3TRO . El vapor que asciende desde la parte de agotamiento K_3AT_1 se alimenta (16) en del 5 % al 90 %, preferentemente en del 10 % al 80 % y de manera especialmente preferente en del 20 % al 75 % al lado de alimentación de la pared separadora.

55 En el caso de la extracción en forma de vapor del carbonato de diarilo purificado, que está representado a modo de ejemplo en la figura 3.2, se extraen del 10 % al 90 %, preferentemente del 20 % al 90 % de manera especialmente preferente del 50 % al 85 % del vapor que sale de la sección inferior K_3TRU del lado de extracción como flujo lateral (6). El vapor residual se alimenta a la sección superior K_3TRO del lado de extracción. El líquido que sale de la parte de concentración K_3VT_2 se envía (14) en del 5 % al 90 %, preferentemente en del 10 % al 80 % y de manera especialmente preferente del 20 % al 60 % al lado de alimentación de la pared separadora, o sea por encima de

K₃TLO. El líquido residual se envía (15) en el extremo superior al lado de extracción de la pared separadora, o sea a K₃TRO. El vapor que asciende desde la parte de agotamiento K₃AT₁ se alimenta (16) en del 5 % al 90 %, preferentemente en del 10 % al 80 % y de manera especialmente preferente en del 20 % al 60 % al lado de alimentación de la pared separadora. En el caso de la extracción en forma de vapor se condensa el flujo lateral (6) extraído en forma de vapor preferentemente en uno o varios condensadores de flujo lateral K₃SC_{1-N} y se evacúa como flujo de carbonato de diarilo líquido (5).

La parte de concentración superior de una columna de pared separadora de este tipo presenta preferentemente un rendimiento de separación de 0 a 40, de manera especialmente preferente de 1 a 20, de manera muy especialmente preferente de 1 a 10 etapas teóricas, la parte de concentración inferior de preferentemente 1 a 40, de manera especialmente preferente de 5 a 20, de manera muy especialmente preferente de 5 a 15 etapas teóricas, la parte de agotamiento de preferentemente 1 a 40, de manera especialmente preferente de 2 a 20, de manera muy especialmente preferente de 2 a 15 etapas teóricas. La sección superior K₃TLO y la sección inferior K₃TLU en el lado de alimentación de la pared separadora así como la sección superior K₃TRO y la sección inferior K₃TRU en el lado de extracción de la pared separadora presentan preferentemente en cada caso un rendimiento de separación de 1 a 40, de manera especialmente preferente de 2 a 20, de manera muy especialmente preferente de 5 a 20 etapas teóricas.

Para la obtención de este rendimiento de separación de las secciones pueden usarse cuerpos llenadores o empaquetaduras ordenadas. Los cuerpos llenadores o empaquetaduras ordenadas que van a usarse son aquéllos habituales para destilaciones, tal como se describen por ejemplo en Ullmann's Encyclopädie der Technischen Chemie, 4ª edición, volumen 2, páginas 528 y siguientes. Como ejemplos de cuerpos llenadores se mencionan anillos Raschig o Pall y Novalox, sillines Berl, Intalex o Torus, interempaquetaduras y como ejemplos de empaquetaduras ordenadas se mencionan empaquetaduras de chapa y tejido (tales como por ejemplo empaquetaduras BX, Montz Pak, Mellapak, Melladur, Kerapak y empaquetadura CY) de distintos materiales, tales como vidrio, cerámica, porcelana, acero inoxidable, plástico. Se prefieren cuerpos llenadores y empaquetaduras ordenadas que presentan una gran superficie, una buena humectación así como tiempo de permanencia suficiente de la fase líquida. Estos son por ejemplo anillos Pall y Novalox, sillines Berl, empaquetaduras BX, Montz Pak, Mellapak, Melladur, Kerapak y empaquetaduras CY. Como alternativa son adecuados también platos de columna, tales como por ejemplo platos tamizadores, de campana, de válvula, de túnel. Preferentemente se usan apilamientos de cuerpos llenadores y empaquetaduras estructuradas, de manera especialmente preferente empaquetaduras estructuradas

La columna de pared separadora presenta además un condensador de cabeza K₃C_{1-N} de una sola etapa o de varias etapas (de N etapas) así como un evaporador K₃E_{1-N} de una sola etapa o de varias etapas (de N etapas) para el producto de fondo.

La condensación de los vapores en la cabeza de la columna de pared separadora puede realizarse en una sola etapa o en múltiples etapas, preferentemente en una sola etapa o en dos etapas, en un intervalo de temperatura de 40 °C a 250 °C, preferentemente de 50 °C a 200 °C y de manera especialmente preferente de 60 °C a 180 °C. Con respecto a la condensación en el condensador de cabeza son posibles las distintas formas de realización de los condensadores, mencionadas anteriormente ya para las columnas de destilación.

El líquido (12) que sale de la parte de agotamiento K₃AT₁ se concentra en un evaporador de una sola etapa o de varias etapas (de N etapas), alimentándose los vapores de la mezcla de vapor/líquido (13) que se produce a este respecto de nuevo a la parte de agotamiento inferior K₃AT₁. La evaporación se realiza preferentemente en un intervalo de temperatura de 100 °C a 250 °C, preferentemente de 150 °C a 240 °C y de manera especialmente preferente de 180 °C a 220 °C.

La columna de pared separadora se hace funcionar a una presión de cabeza de 0,1 a 100 kPa (absoluta), de manera especialmente preferente de 0,1 a 10 kPa (absoluta) y de manera muy especialmente preferente de 0,5 a 5 kPa (absoluta). La proporción de reflujo se ajusta a este respecto de modo que el contenido en carbonato de diarilo en el destilado 10 asciende preferentemente a menos del 10 % en peso, de manera especialmente preferente a menos del 5 % en peso y de manera muy especialmente preferente a menos del 1 % en peso, con respecto al peso total del destilado. Para ello se ajusta preferentemente una proporción de reflujo de 0,2 a 5, de manera especialmente preferente de 0,2 a 2 y de manera muy especialmente preferente de 0,3 a 1,6, correspondiendo la proporción de reflujo en el contexto de la invención a la proporción en peso del condensado reconducido a la columna con respecto al vapor extraído en la cabeza de la columna sin condensado reconducido.

Si el carbonato de diarilo que va a purificarse contiene como impureza compuestos con un punto de ebullición entre el del carbonato de diarilo y el del carbonato de alquilarilo formado durante la preparación del carbonato de diarilo como producto intermedio, éstos pueden extraerse de acuerdo con la invención en otro flujo lateral 4 de la columna de pared separadora.

Los siguientes ejemplos sirven para la explicación a modo de ejemplo de la invención y no han de considerarse como limitación.

Ejemplos

A continuación se usan las siguientes abreviaturas con los correspondientes significados:

DMC:	carbonato de dimetilo
MPC:	carbonato de metilfenilo
5 DPC:	carbonato de difenilo
Ti(PhO) ₄ :	tetrafenolato de titanio
Salol:	salicilato de fenilo
DPE:	difeniléter

10 **Ejemplo 1 (ejemplo comparativo): purificación de DPC en una primera columna de destilación (destilación fina) con columna de flujo lateral de acuerdo con la figura 2.1**

De una transesterificación de dos etapas se obtienen 224,4 kg/h de un flujo que contiene DPC con el 63,8/22,7/10,3/0,4/2,7/0,08 % en peso de DPC/MPC/fenol/DMC/Ti(PhO)₄/Salol. Este flujo se procesa en un procesamiento destilativo de una primera columna de destilación (destilación fina) con extracción de flujo lateral en forma de vapor (K₃) y de una columna de flujo lateral (K₄) de acuerdo con la figura 2.1. Adicionalmente se alimentan 1,3 kg/h de una mezcla en forma de vapor precedente de una concentración de residuo con un 99,6 % en peso de DPC en el fondo de la columna K₃.

La destilación fina (K₃) está constituida por cuatro secciones, una parte de concentración superior con 2 etapas teóricas, una parte de concentración inferior con 12 etapas teóricas, una parte de agotamiento superior con 10 etapas teóricas y una parte de agotamiento inferior con 9 etapas teóricas. La condensación de los vapores que salen en la cabeza de la columna en el condensador de cabeza (K₃C₁) y la evaporación parcial del líquido que sale de la parte de agotamiento inferior (K₃AT₂) en el evaporador K₃E₁ para el producto de fondo se realiza respectivamente en una sola etapa.

La columna se hace funcionar a una presión de cabeza de 1,5 kPa y a una proporción de reflujo de 0,7.

A este respecto se obtiene como destilado (2) un flujo con el 69,9/28,3/1,2/0,5 % en peso de MPC/fenol/DMC/DPE. Por debajo de la parte de concentración superior K₃VT₁ se extraen 0,02 kg/h de líquido con el fin de descargar compuestos de punto de ebullición intermedio en el flujo lateral (4). Además se extraen por debajo de la parte de concentración superior K₃VT₁ 192,8 kg/h de un flujo lateral en forma de vapor (6) con un 99,9 % en peso de DPC. Como producto de fondo (3) se obtienen 20,8 kg/h de una mezcla con un 69,8/29,6/0,5 % en peso de DPC/Ti(PhO)₄/Salol. Un flujo parcial del producto de fondo, cuya cantidad corresponde a un 10 % con respecto a la cantidad total del producto de fondo (3), se alimenta a una concentración de residuo (K₃RA), que está constituida por un evaporador de capa fina (K₃E₂). El producto de fondo residual (24) se reconduce de nuevo a la transesterificación de dos etapas para la preparación del flujo que contiene DPC (1). Debido a ello se reduce la pérdida de catalizador en un 90 %.

El flujo lateral en forma de vapor (6) se alimenta a una columna de flujo lateral K₄. Ésta dispone únicamente de una parte de concentración K₄VT₁ con 9 etapas teóricas.

La columna de flujo lateral K₄ se hace funcionar en iguales condiciones de presión que la destilación fina en la primera columna de destilación K₃ y a una proporción de reflujo de 0,5.

Los vapores (7) que salen en la cabeza de la columna de flujo lateral K₄ se condensan en una condensación de dos etapas en los condensadores K₄C_{1-N}, usándose el calor de condensación o bien para la generación de vapor o para el calentamiento de otras secciones del procedimiento de la preparación de DPC.

A este respecto se obtiene un destilado con un 99,93 % en peso de DPC y sólo 600 ppm de Salol. El líquido 9 que sale en el fondo de la columna de flujo lateral se alimenta a la destilación fina en la primera columna de destilación K₃ por encima de la parte de agotamiento inferior K₃AT₂.

Ejemplo 2: purificación de DPC en una columna de pared separadora con extracción de flujo lateral líquida

45 Para este ejemplo se usa una columna de pared separadora de acuerdo con la figura 3.1. La columna de pared separadora K₃ está constituida por una parte de concentración con 2 secciones. La sección superior K₃VT₁ tiene un rendimiento de separación de 2, la sección que se encuentra por debajo de ésta K₃VT₂ un rendimiento de separación de 12 etapas teóricas. Por debajo de la parte de concentración superior K₃VT₁ existe la posibilidad de extraer un flujo de líquido (4) para descargar difeniléter.

50 Por debajo de la parte de concentración se divide la columna por una pared separadora T dispuesta verticalmente. En el lado de extracción y de alimentación de esta pared separadora se encuentran respectivamente al menos 2 secciones. En el lado de alimentación de la pared separadora se realiza la tarea de la alimentación (1). En el lado de extracción se realiza una extracción líquida del carbonato de difenilo purificado (5).

5 La sección superior K_3TLO que se encuentra en el lado de alimentación de la pared separadora sirve para la separación de compuestos de alto punto de ebullición, que están contenidos en la alimentación (1). La sección inferior del lado de alimentación K_3TLU sirve para la separación de compuestos de bajo punto de ebullición, que están contenidos en la alimentación (1). La sección superior K_3TRO que se encuentra en el lado de extracción de la pared separadora sirve para la separación de compuestos de bajo punto de ebullición, que están contenidos en el flujo de líquido (15) que sale de la parte de concentración. La sección inferior del lado de extracción K_3TRU sirve para la separación de compuestos de alto punto de ebullición, que están contenidos en el flujo de vapor (17) que sale de la parte de agotamiento.

10 La parte de agotamiento K_3AT_1 tiene un rendimiento de separación de 14 etapas teóricas y sirve para la concentración de compuestos de alto punto de ebullición.

El vapor (10) que sale de la parte de concentración se condensa en un condensador K_3C_{1-N} y se envía parcialmente como reflujo (11) de nuevo a la columna. El líquido (12) que sale de la parte de agotamiento se evapora parcialmente en un evaporador K_3E_{1-N} .

La columna se hace funcionar a una presión de cabeza de 1,5 kPa.

15 La cantidad de alimentación (1) para la columna K_3 asciende a 236,6 kg/h. En ésta están contenidos 62,8/24,2/9,8/0,4/0,1/0,03/2,6 % en peso de DPC/MPC/fenol/DMC/DPE/Salol/Ti(PhO)₄. Como destilado (2) se obtienen 81,8 kg/h de una mezcla con el 69,9/28,4/1,15/0,05/0,5 % en peso de MPC/fenol/DMC/DPC/DPE. Para la descarga del DPE se extraen 0,2 kg/h como flujo lateral (4) con el 61,3/33,5/0,9 % en peso de DPC/MPC/DPE de la parte de concentración. Como producto de fondo (3) se obtienen 20,6 kg/h de una mezcla constituida por el 69,7/29,8/0,41 % en peso de DPC/Ti(PhO)₄/Salol.

20 El carbonato de difenilo extraído en el flujo lateral (5) (134 kg/h) tiene una pureza del 99,97 % en peso y contiene sólo 280 ppm de Salol.

25 El líquido que sale de la parte de concentración se envía en un 25 % al lado de alimentación de la pared separadora, o sea por encima de K_3TLO , y en un 75 % al lado de extracción de la pared separadora, o sea a K_3TRO . El vapor que asciende desde la parte de agotamiento K_3AT_1 se divide en partes iguales en el lado de alimentación y de extracción de la pared separadora.

Ejemplo 3: purificación de DPC en una columna de pared separadora con extracción de flujo lateral en forma de vapor

30 Para este ejemplo se usa una columna de pared separadora de acuerdo con la figura 3.2. La columna de pared separadora K_3 está constituida por una parte de concentración con 2 secciones. La sección superior K_3VT_1 tiene un rendimiento de separación de 2 etapas teóricas, la sección que se encuentra por debajo de ésta K_3VT_2 un rendimiento de separación de 13 etapas teóricas. Por debajo de la parte de concentración superior K_3VT_1 existe la posibilidad de extraer un flujo de líquido (4) para descargar difeniléter.

35 Por debajo de la parte de concentración se divide la columna por una pared separadora T dispuesta verticalmente. En el lado de alimentación y de extracción de esta pared separadora se encuentran respectivamente al menos 2 secciones. En el lado de alimentación de la pared separadora se realiza la tarea de la alimentación (1). En el lado de extracción se realiza una extracción en forma de vapor del carbonato de difenilo purificado (6).

40 La sección superior K_3TLO que se encuentra en el lado de alimentación de la pared separadora sirve para la separación de compuestos de alto punto de ebullición, que están contenidos en la alimentación 1. La sección inferior del lado de alimentación K_3TLU sirve para la separación de compuestos de bajo punto de ebullición, que están contenidos en la alimentación 1. La sección superior K_3TRO que se encuentra en el lado de extracción de la pared separadora sirve para la separación de compuestos de bajo punto de ebullición, que están contenidos en el flujo de líquido 15 que sale de la parte de concentración. La sección inferior del lado de extracción K_3TRU sirve para la separación de compuestos de alto punto de ebullición, que están contenidos en el flujo de vapor (17) que sale de la parte de agotamiento.

45 La parte de agotamiento K_3AT_1 tiene un rendimiento de separación de 14 etapas teóricas y sirve para la concentración de compuestos de alto punto de ebullición.

50 El vapor (10) que sale de la parte de concentración se condensa en un condensador K_3C_{1-N} y se envía parcialmente como reflujo (11) de nuevo a la columna. El líquido (12) que sale de la parte de agotamiento se evapora parcialmente en un evaporador K_3E_{1-N} .

La columna se hace funcionar a una presión de cabeza de 1,5 kPa.

A la columna K_3 se alimentan 236,6 kg/h con el 62,8/24,2/9,8/0,4/0,1/0,03/2,6 % en peso de DPC/MPC/fenol/DMC/DPE/Salol/Ti(PhO)₄ como alimentación (1). Como destilado (2) se obtienen 81,8 kg/h con el 69,8/28,4/1,16/0,1/0,5 % en peso de MPC/fenol/DMC/DPC/DPE. Para la descarga del DPE se extraen 0,2 kg/h como

ES 2 569 938 T3

flujo lateral (4) con el 68,3/27,1/0,7 % en peso de DPC/MPC/DPE de la parte de concentración. Como producto de fondo 3 se obtienen 20,6 kg/h de una mezcla constituida por el 69,7/29,8/0,41 % en peso de DPC/Ti(PhO)₄/Salol.

El carbonato de difenilo (5) extraído en el flujo lateral y a continuación condensado tiene una pureza del 99,97 % en peso y contiene sólo 290 ppm de Salol.

- 5 El líquido que sale de la parte de concentración se envía en un 25 % al lado de alimentación de la pared separadora, o sea por encima de K₃TLO, y en un 75 % al lado de extracción de la pared separadora, o sea a K₃TRO. El vapor que asciende desde la parte de agotamiento K₃AT₁ se divide en un 25 % en la lado de alimentación y en un 75 % en el lado de extracción de la pared separadora.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la purificación de carbonatos de diarilo en al menos una columna de destilación que contiene al menos una parte de concentración en la parte superior de la columna y al menos una parte de agotamiento en la parte inferior de la columna, en el que
- 5 • el carbonato de diarilo que va a purificarse se preparó mediante transesterificación de al menos un carbonato de dialquilo y al menos un compuesto de hidroxilo aromático en presencia al menos de un catalizador de transesterificación y contiene como impureza catalizador procedente de la preparación del carbonato de diarilo,
 • el carbonato de diarilo purificado se extrae en el flujo lateral de la primera columna de destilación,
caracterizado porque en el caso de la primera columna de destilación se trata de una columna de pared
 10 separadora.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el carbonato de diarilo extraído en el flujo lateral de la primera columna de destilación se purifica en al menos una columna de destilación, preferentemente una adicional.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, **caracterizado porque** la columna de destilación adicional está realizada
 15 sin parte de agotamiento.
4. Procedimiento según las reivindicaciones 2 o 3, **caracterizado porque** la columna de destilación adicional está integrada en la primera columna de destilación.
5. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** el carbonato de diarilo extraído en el flujo lateral de la primera columna de destilación se extrae de manera líquida o en forma de vapor de
 20 la primera columna de destilación.
6. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** el carbonato de diarilo que va a purificarse contiene como impureza compuestos con un punto de ebullición entre el del carbonato de diarilo y el del carbonato de alquilarilo formado durante la preparación del carbonato de diarilo como producto secundario, que se extraen en otro flujo lateral de la primera columna de destilación.
7. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado porque** los compuestos con un punto de ebullición entre
 25 el del carbonato de diarilo y el del carbonato de alquilarilo formado durante la preparación del carbonato de diarilo como producto secundario se extraen en un flujo lateral por encima de la extracción de flujo lateral para el carbonato de diarilo de la primera columna de destilación.
8. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** la parte de agotamiento de la primera columna de destilación está subdividida en una parte de agotamiento inferior y una parte de agotamiento superior.
 30
9. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** la parte de concentración de la primera columna de destilación está subdividida en una parte de concentración inferior y una parte de concentración superior.
10. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** la columna de pared
 35 separadora presenta adicionalmente a al menos una parte de concentración en la parte superior de la columna y a al menos una parte de agotamiento en la parte inferior de la columna respectivamente unas secciones superior e inferior en el lado de alimentación de la pared separadora y en el lado de extracción de la pared separadora, realizándose la alimentación y la extracción respectivamente entre las secciones superior e inferior.
11. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado porque** la primera columna de
 40 destilación presenta uno o varios condensadores de cabeza que están integrados en la primera columna de destilación, encontrándose la proporción d_1/D_1 de diámetro de la conducción de vapor desde la primera columna de destilación hacia el o los condensadores de cabeza (d_1) con respecto al diámetro de la columna de la primera columna de destilación (D_1) en el intervalo de 0,2 a 1.
12. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 2 a 11, **caracterizado porque** al menos otra columna
 45 de destilación presenta uno o varios condensadores de cabeza que están integrados en la otra columna de destilación, encontrándose la proporción d_2/D_2 de diámetro de la conducción de vapor desde la otra columna de destilación hacia el o los condensadores de cabeza (d_2) con respecto al diámetro de la columna de la otra columna de destilación (D_2) en el intervalo de 0,2 a 1.
13. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado porque** el producto de fondo
 50 obtenido en el fondo de la primera columna de destilación se reconduce en al menos un 50 % de nuevo a la transesterificación de al menos un carbonato de dialquilo y al menos un compuesto de hidroxilo aromático y el producto de fondo no reconducido se alimenta a una concentración de residuo.
14. Procedimiento según la reivindicación 13, **caracterizado porque** el residuo que se produce en la concentración

de residuo se alimenta a otra etapa para la recuperación del catalizador.

15. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 14, **caracterizado porque** las conducciones y las unidades que conducen mezclas que presentan un punto de solidificación superior a 30 °C, se calientan hasta temperaturas por encima de este punto de solidificación.

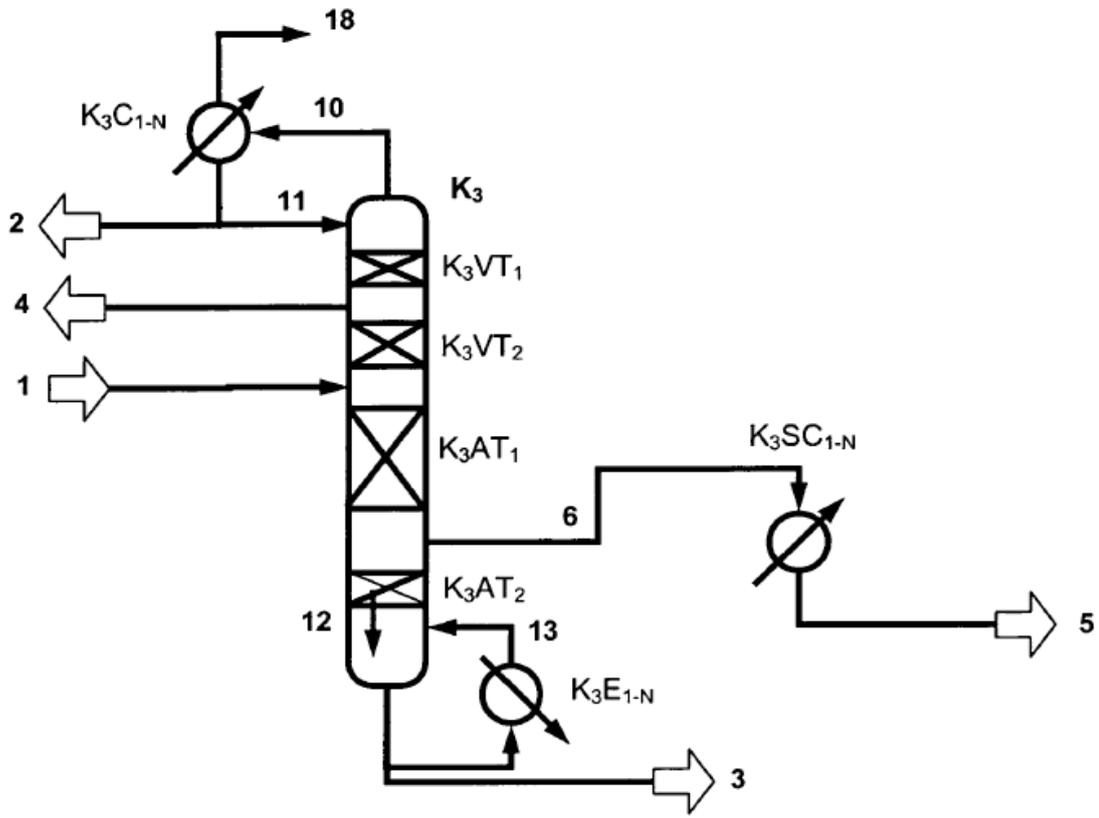


Fig. 1.1

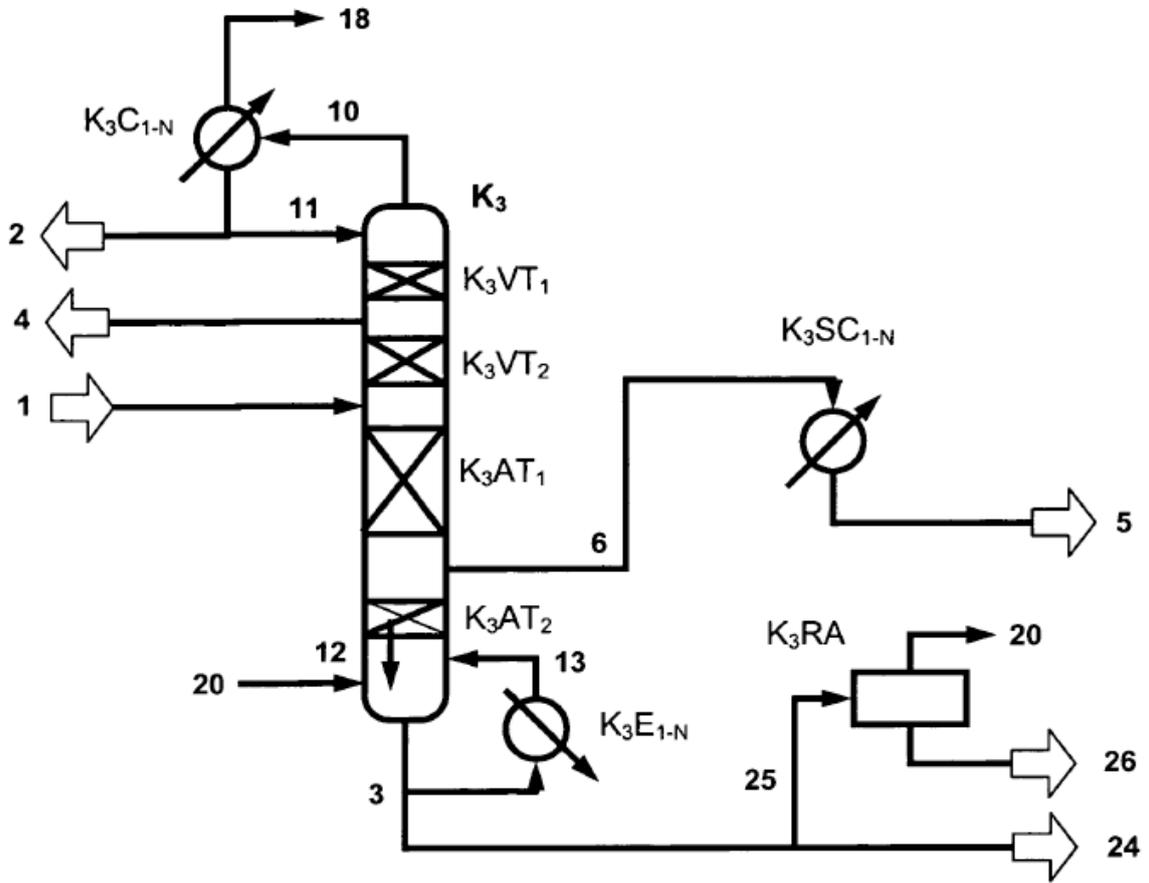


Fig. 1.2

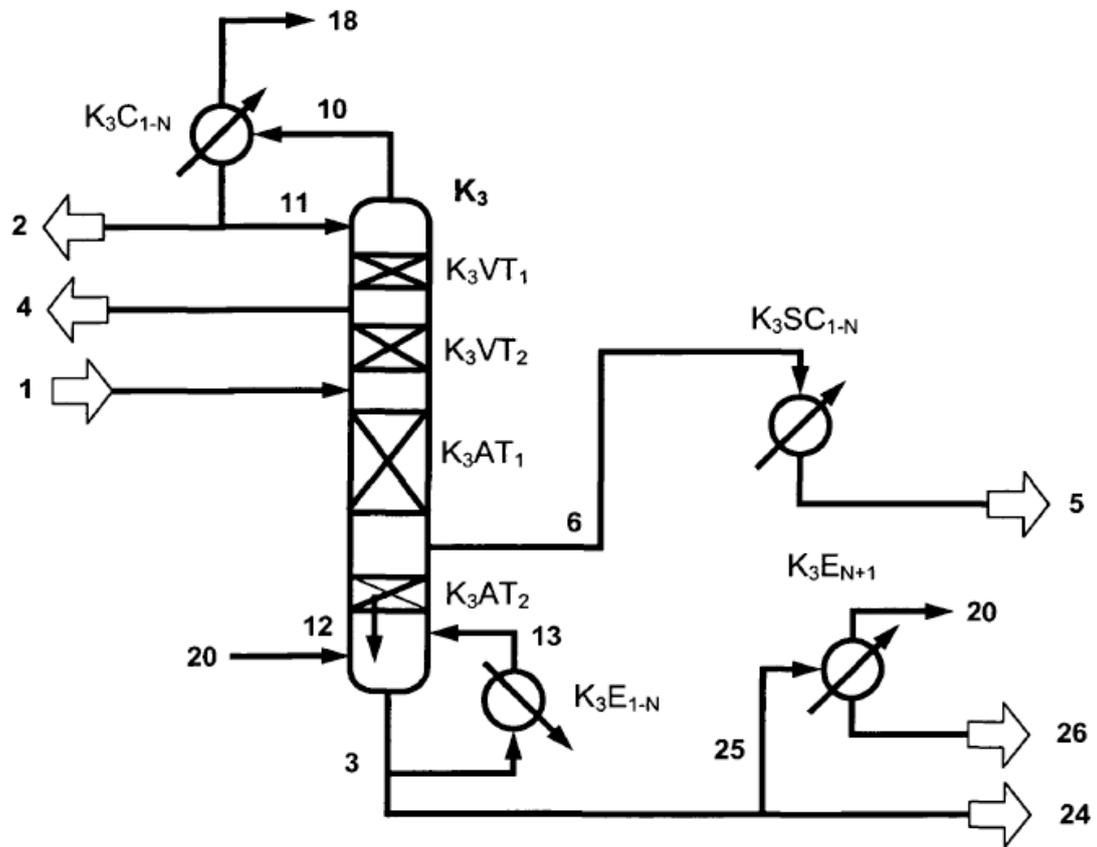


Fig. 1.3

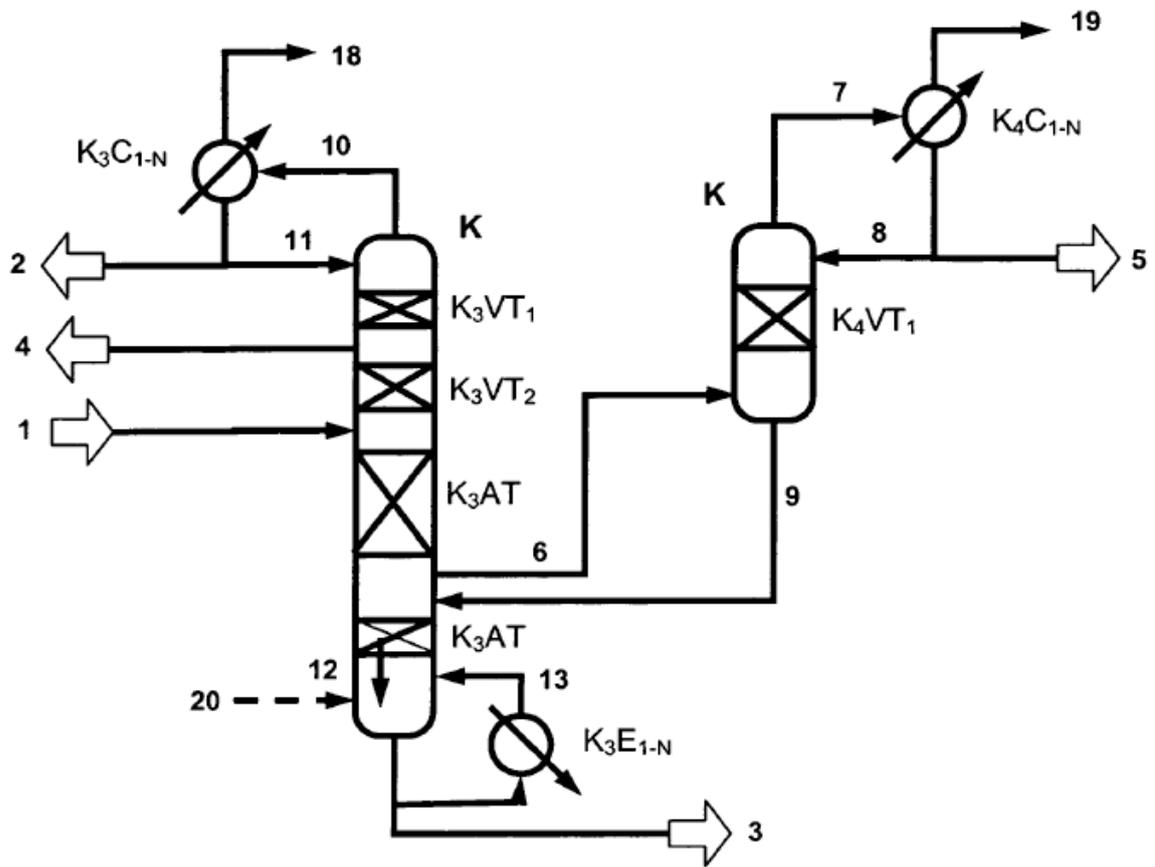


Fig. 2.1

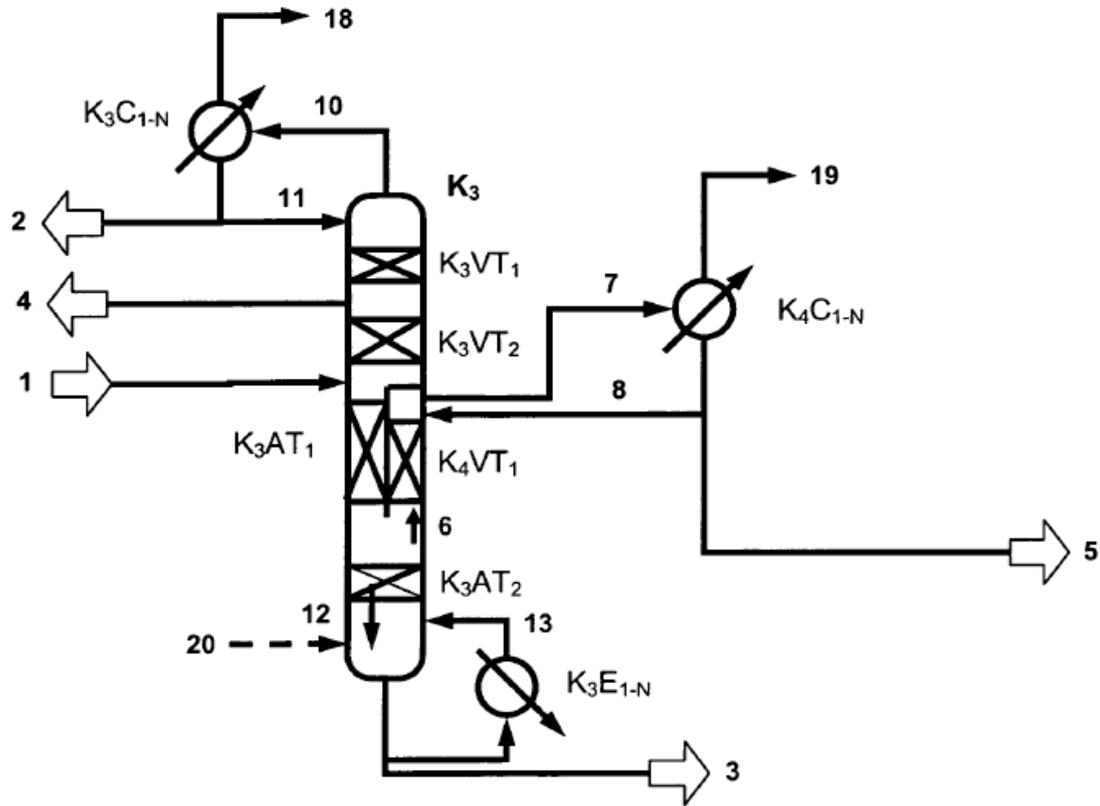


Fig. 2.2

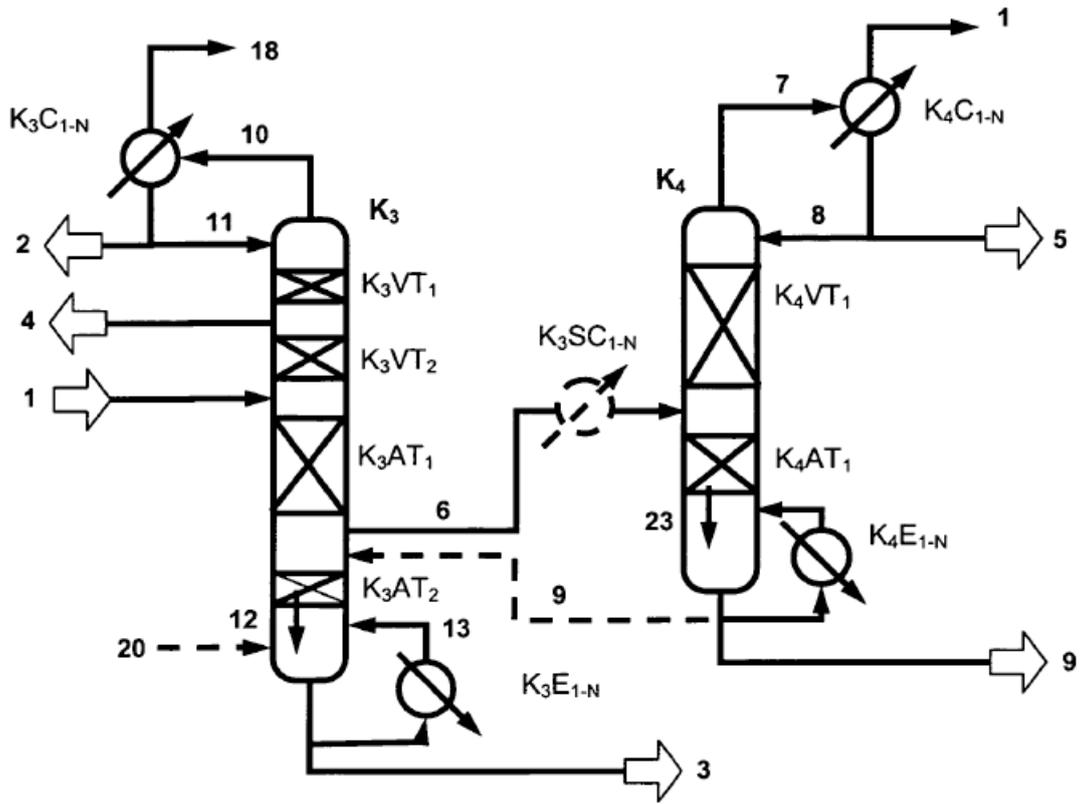


Fig. 2.3

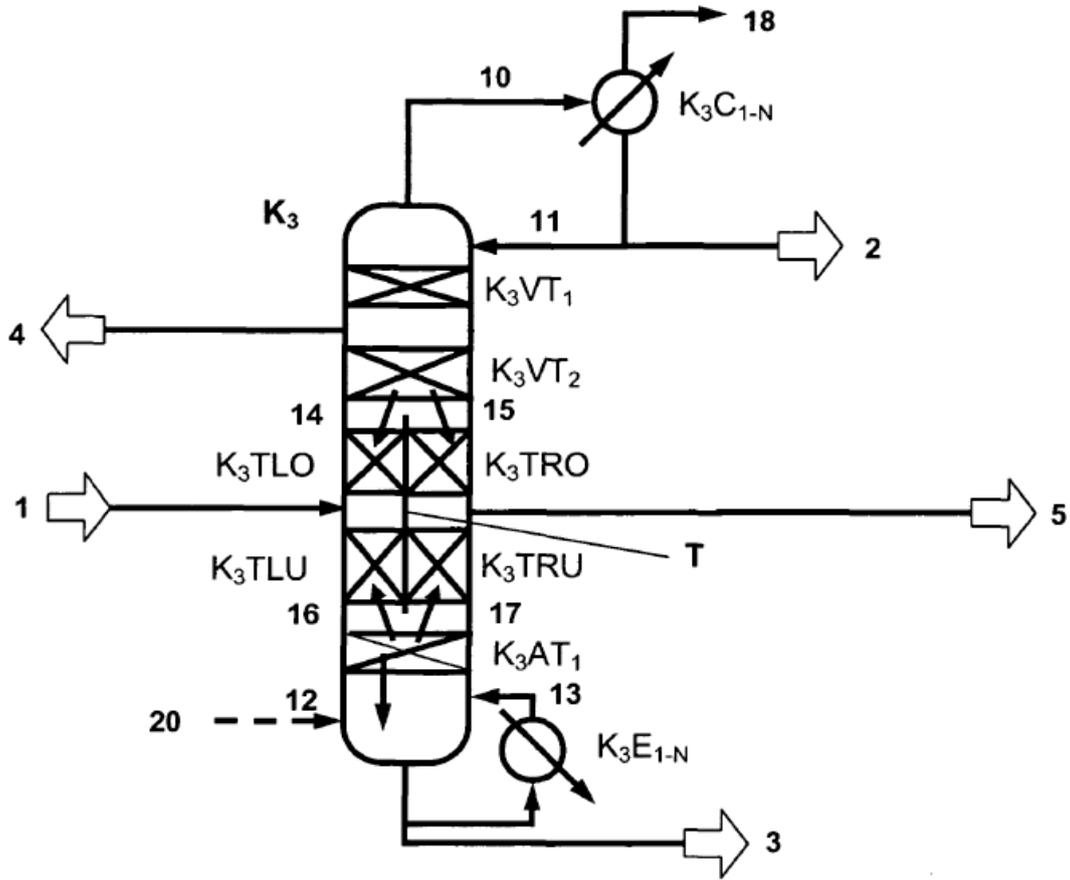


Fig. 3.1

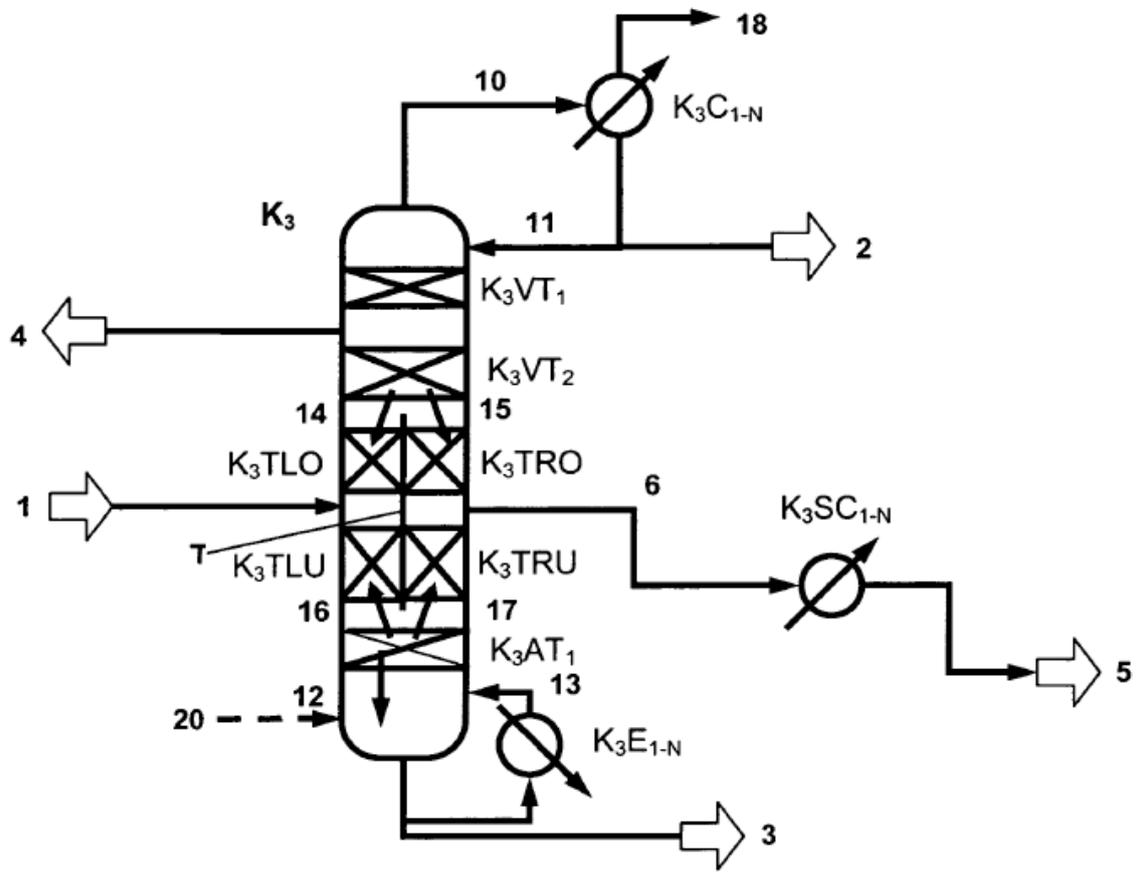


Fig. 3.2

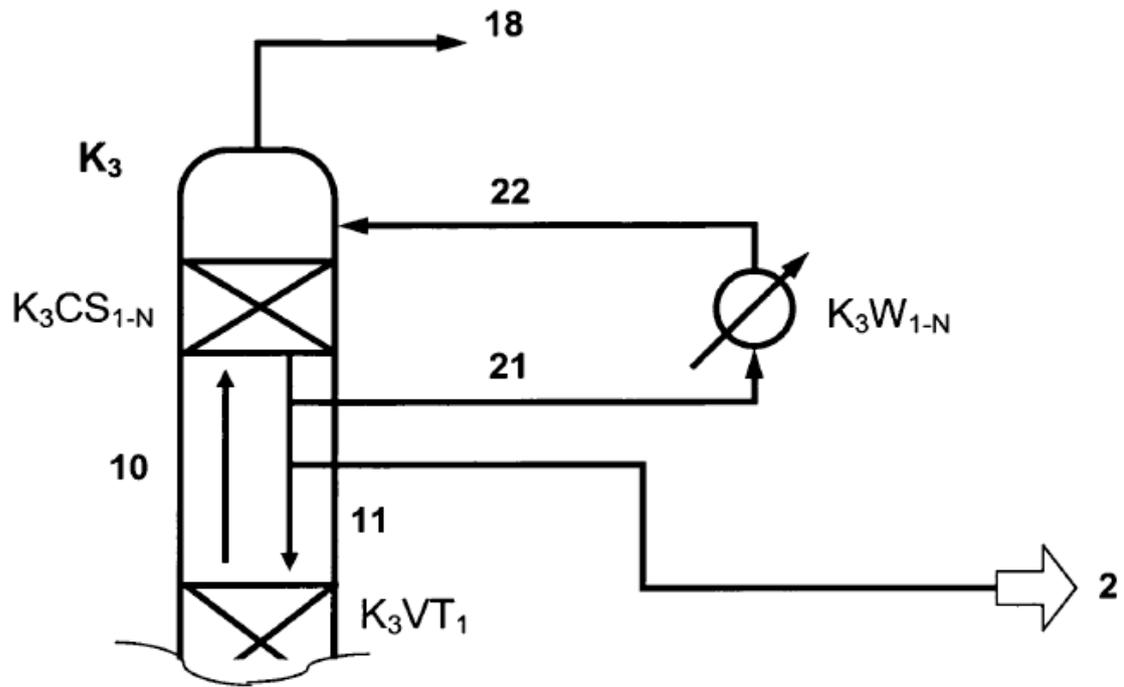


Fig. 4

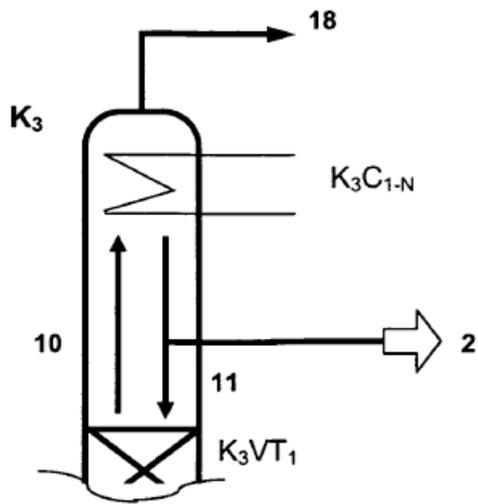


Fig. 5a

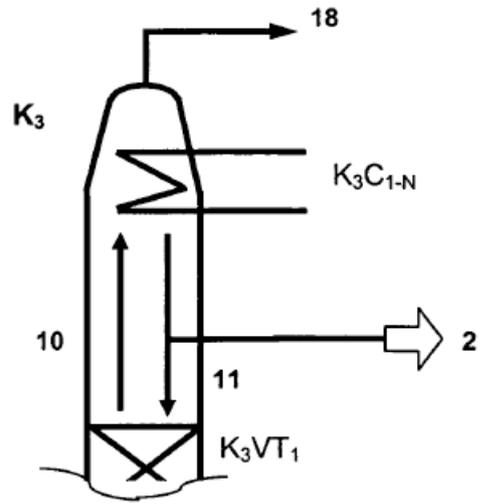


Fig. 5b