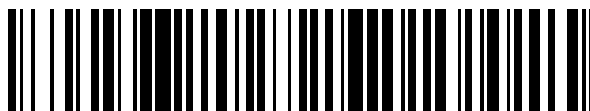


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 610 009**

51 Int. Cl.:

C07C 29/80 (2006.01)

C07C 29/88 (2006.01)

C07C 33/046 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.09.2012 PCT/US2012/055149**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.06.2013 WO13081713**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.09.2012 E 12766786 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.10.2016 EP 2785672**

54 Título: **Tratamiento caustico de alimentación de columna de reciclaje de formaldehido**

30 Prioridad:

28.11.2011 US 201161563875 P

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

25.04.2017

73 Titular/es:

**INVISTA TECHNOLOGIES S.À.R.L. (100.0%)
Zweigniederlassung St. Gallen, Flurhofstrasse 160
9000 St. Gallen, CH**

72 Inventor/es:

**BADAT, HASHIM, M. y
GAUSE, JASON, C.**

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 2 610 009 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).

Tratamiento caustico de alimentación de columna de reciclaje de formaldehído**Descripción****5 CAMPO DE LA INVENCION**

Esta divulgación se refiere a un proceso para la producción de 1,4 butinodiol. Más específicamente, se refiere a la eficacia mejorada durante la recuperación de la destilación del exceso de formaldehído de soluciones de 1,4 butinodiol bruto.

10 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

El 1,4-butinodiol (BYD) es un compuesto orgánico producido de forma común. El BYD es un producto químico intermediario útil en la producción de pesticidas, aditivos textiles, inhibidores de corrosión, plastificantes, resinas sintéticas, butanodiol, tetrahidrofurano, polioles de poliéter y poliuretanos.

Es bien sabido que el BYD puede producirse por el proceso Reppe, a través de la reacción de acetileno y formaldehído. Varias patentes, como las Patentes U.S. nº 2.300.969, 3.560.576, 4.093.668 y 4.127.734, enseñan la producción de BYD a través de química Reppe.

Muchos procesos comerciales para la síntesis del BYD funcionan con exceso de formaldehído, mejorando de este modo los rendimientos. En el proceso de fabricación de BYD, una solución acuosa, que es referida como BYD bruto, puede contener del 30 al 40% de BYD y del 3 al 12% de formaldehído. Una vez que se ha producido un flujo de BYD bruto, es deseable eliminar el formaldehído sin reaccionar del flujo para recuperar un flujo de producto de BYD purificado que puede ser procesado adicionalmente. Generalmente, el BYD bruto puede destilarse para eliminar el formaldehído que se recicla en el sistema. El paso de destilación es caro tanto en el coste inicial del equipamiento como en el consumo de energía durante el uso.

También existen varios otros procesos conocidos para eliminar el exceso de formaldehído de un flujo de BYD. Por ejemplo, la Patente Europea Nº 309915 enseña un proceso en el que el exceso de formaldehído se elimina de las soluciones acuosas de BYD añadiendo metanol y un agente ácido a la solución de BYD acuosa y destilando el dimetil formal de la mezcla a temperaturas elevadas. La Patente U.S. Nº 5.973.213 enseña la separación de sólidos de las soluciones de BYD acuosas pasando una solución de BYD acuosa que contiene sólidos en el modo de flujo descendente a través de una columna y así ponerlo en contacto con un solvente que tiene una densidad menor que la solución de BYD que contiene sólidos y forma una segunda fase con el último, con el solvente ascendiendo a contracorriente a la solución de BYD acuosa, el sólido acumulándose en la interfaz entre el BYD acuoso y el solvente y el sólido siendo eliminado de la columna sacando una mezcla de BYD acuoso y solvente.

La Patente U.S. Nº 7.605.292 se refiere a un proceso que comprende comprimir BYD a de 50 a 1500 bar, despresurizándolo, esperar que tenga lugar la separación de fases después de la despresurización y separar la fase inferior. La patente U.S. Nº 4.180.687 enseña la eliminación de formaldehído de BYD bruto, en donde el formaldehído puede hacerse reaccionar con una sustancia polimérica en presencia de NaOH o Na.sub.2 CO.sub.3 a temperaturas altas. La Patente U.S. Nº 4.319.055 se refiere a un proceso para eliminar formaldehído de soluciones acuosas de BYD tratando las soluciones con un agente alcalino a una temperatura elevada en presencia de peróxido de hidrógeno. La Patente U.S. Nº 2.993.078 enseña una alternativa a la destilación fraccional purificando BYD a través de un tratamiento con una sustancia alcalina. Todos estos procesos implican pasos intermedios costosos y equipamiento de procesamiento adicional para eliminar el exceso de formaldehído del flujo de BYD bruto. Por lo tanto, es deseable mejorar los procesos de destilación existentes para purificar el BYD, de tal manera que la eficacia de la columna aumente y disminuya la energía requerida para el proceso.

Es fácilmente aparente de las propiedades físicas de los componentes principales del BYD bruto que la destilación se prestaría ella misma a separar el exceso de CH₂O del BYD bruto para reciclar al primer paso de reacción. En una columna de destilación de reciclaje de formaldehído, el formaldehído se elimina de tal manera que el formaldehído y algo de agua se destila por arriba y se recicla directa o indirectamente de vuelta al primer paso de la reacción. Los fondos de la columna de destilación, están comprendidos de un flujo de BYD concentrado y se suministra hacia adelante para procesamiento adicional.

Se ha descubierto que bajo condiciones de funcionamiento típicas, la columna funciona a una capacidad efectiva inferior de lo que se había predicho en base al comportamiento anteriormente entendido de los componentes a separar. Adicionalmente, la columna requiere un rendimiento de vapor más alto de lo que se esperaría normalmente. No se ha entendido completamente porque el funcionamiento parece funcionar ineficientemente.

Por lo tanto, hay una necesidad de un método para mejorar la eficiencia de la columna de destilación de reciclaje y disminuir el uso de energía en un proceso para eliminar formaldehído de un flujo de BYD bruto.

SUMARIO DE LA INVENCIÓN

5 La presente invención se refiere a un proceso para mejorar la eficiencia de la columna de destilación de reciclaje y disminuir el uso de energía en un proceso para eliminar formaldehído de un flujo de 1,4 butinodiol (BYD) bruto controlando el nivel de pH del flujo de BYD bruto antes de eliminar el formaldehído.

10 El flujo de BYD bruto se produce a partir de un proceso para formar BYD a través de la reacción de formaldehído y acetileno. Una realización de la presente invención comprende los pasos de:

- (a) proporcionar un flujo de butinodiol bruto que contiene butinodiol y formaldehído;
- (b) aumentar el pH del flujo de butinodiol bruto y formar un flujo de producto tratado;
- (c) hacer fluir el flujo de producto tratado en la entrada de una columna de destilación continua;
- 15 (d) recuperar un flujo de formaldehído concentrado de una corriente superior de la columna de destilación;
- y
- (e) recuperar un flujo de butinodiol concentrado del flujo inferior de la columna de destilación.

20 En otra realización, el pH del flujo de producto tratado se eleva a un nivel que limita la reacción del butinodiol y el formaldehído para formar complejo de acetal y disminuye la solubilidad de los metales traza encontrados en el flujo de producto tratado, en donde los metales traza se precipitan en el flujo de producto tratado.

En otra realización, el nivel de pH del flujo de producto tratado se aumenta a un intervalo de 5.5 a 10.

25 En otra realización, el nivel de pH del flujo de producto tratado se aumenta a través de la adición de un agente de control del pH.

En otra realización, el agente de control del pH es una solución de hidróxido de sodio acuoso.

30 En otra realización, el pH del flujo de producto tratado se aumenta a través del uso de resinas de intercambio iónico.

En otra realización, la concentración de formaldehído en el flujo inferior de destilación es del 1,0% por peso o menos.

35 En otra realización, la concentración de formaldehído en el flujo inferior de destilación es del 0,1 al 1,0% por peso.

40 En otra realización, el proceso comprende además el paso de hacer fluir dicho flujo de producto tratado a través de un sistema de filtración para eliminar metales traza antes del paso (c).

Otra realización de la presente invención divulga un método para reducir el consumo de vapor necesario para un proceso para eliminar formaldehído de un flujo de producto de butinodiol bruto que comprende los pasos de:

- 45 (a) proporcionar un flujo de butinodiol bruto que contiene butinodiol y formaldehído;
- (b) aumentar el pH del flujo de butinodiol bruto y formar un flujo de producto tratado;
- (c) hacer fluir dicho flujo de producto tratado en la entrada de una columna de destilación continua;
- (d) recuperar un flujo de formaldehído concentrado del flujo superior de la columna de destilación;
- y
- 50 (e) recuperar un flujo de butinodiol concentrado del flujo inferior de la columna de destilación.

En otra realización, el pH del flujo de producto tratado se eleva a un nivel que limita la reacción del butinodiol y el formaldehído para formar complejo de acetal y disminuye la solubilidad de los metales traza encontrados en el flujo de producto tratado, en donde los metales traza se precipitan en el flujo de producto tratado.

55 En otra realización, el nivel de pH del flujo de producto tratado se aumenta a un intervalo de 5,5 a 10.

En otra realización, el nivel de pH del flujo de producto tratado se aumenta a través de la adición de un agente de control del pH.

60 En otra realización, el agente de control del pH es una solución de hidróxido de sodio acuoso.

En otra realización, el pH del flujo de producto tratado se aumenta a través del uso de resinas de intercambio iónico.

65 En otra realización, la concentración de formaldehído en el flujo inferior de destilación es del 1,0% por peso

o menos.

En otra realización, la concentración de formaldehído en el flujo inferior de destilación es del 0,1 al 1,0% por peso.

En otra realización, el método comprende además el paso de hacer fluir dicho flujo de producto tratado a través de un sistema de filtración para eliminar metales traza antes del paso (c).

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

La FIG. 1 es un diagrama de proceso para una realización de la presente invención.

La FIG. 2 es un gráfico que muestra el consumo de vapor de la columna de destilación de reciclaje a medida que aumenta el pH en el flujo de entrada de la columna.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un proceso para mejorar la eficiencia de la columna de destilación de reciclaje y disminuir el uso de energía en un proceso para eliminar formaldehído de un flujo de 1,4 butinodiol (BYD) bruto controlando el nivel de pH del flujo de BYD bruto antes de eliminar el formaldehído.

El término "BYD", como se usa en la presente, a menos que se indique lo contrario, se refiere a 1,4 butinodiol. La fórmula general para el BYD es $\text{HOCH}_2\text{CCCH}_2\text{OH}$. EL BYD es también conocido como butinodiol, but-2-ino-1,4,diol, 2-Butino-1,4-diol y 1,4-dihidroxi-2-butino.

El término "complejo de acetal", como se usa en la presente, a menos que se indique lo contrario, se refiere a compuestos de acetal y hemiacetal que se forman a partir de la reacción del BYD y formaldehído en la columna de destilación. La fórmula general para un acetal es $\text{R}^1\text{HC}(\text{OR})^2\text{OR}^3$, donde R^1 , R^2 o R^3 son a menudo hidrógeno. La fórmula general para un hemiacetal es $\text{R}^1\text{R}^2\text{C}(\text{OH})\text{OR}$, donde R^1 o R^2 es a menudo hidrógeno.

El término "adición caústica", como se usa en la presente, a menos que se indique lo contrario, se refiere a una solución básica fuerte. En realizaciones específicas de la presente invención, se puede utilizar hidróxido de sodio (NaOH) como una adición caústica.

En referencia a la FIG. 1, se describe en la presente una realización ejemplar de la presente invención. El BYD bruto se produce a través de la reacción de acetileno y formaldehído (CH_2O) (100). Es deseable eliminar el exceso de formaldehído del flujo de BYD bruto (120), antes de que el BYD se procese adicionalmente. Esto puede lograrse en la columna de destilación de reciclaje (200), en donde un flujo de producto de BYD purificado (220), se recupera del fondo de la columna de destilación de reciclaje y el exceso de formaldehído (240, 260) se recupera de la parte superior de la columna y puede reciclarse para producir BYD adicional.

En funcionamiento normal, el BYD irá hacia abajo de la columna por su relativamente alto punto de ebullición, junto con algo de agua. El CH_2O tenderá a ir hacia arriba de la columna, con algo de agua. En una realización, el CH_2O varía de alrededor del 5 al 12% en el punto de alimentación hasta el 0,1 al 1,0% en el fondo de la columna (220). La concentración de CH_2O que va hacia arriba de la columna varía del 5 al 12% en el punto de alimentación, a del 10 al 30% en la parte superior (240, 260).

Los solicitantes han descubierto que una adición caústica (140) al flujo de BYD bruto (120) para formar un flujo de producto tratado (160) a la alimentación de la columna de destilación de reciclaje (200) mejora la eficiencia al separar el CH_2O y el agua por arriba (240, 260) para reciclar y reduce significativamente el uso de vapor hasta el 25% del vapor que se consumiría de otra manera. El mecanismo subyacente no se entiende completamente, y mientras que no limita el proceso divulgado por una recitación de la teoría, se cree que aumentar el pH de acuerdo con el proceso divulgado inhibe la formación de constituyentes que interferirían de otra forma con el funcionamiento eficiente de la columna de destilación de reciclaje (200). Una teoría es que la reducción en el uso de vapor se origina debido a una reducción en el complejo de acetal, que comprende acetales y hemiacetales hechos de la reacción de BYD y CH_2O . La adición caústica (140) disminuye el pH del flujo de BYD bruto (120) neutralizando los ácidos orgánicos en el flujo para formar sales orgánicas y agua. Por ejemplo, el ácido fórmico que puede estar presente en el flujo de BYD bruto (120) se neutralizará a formato de sodio por la adición de una adición de hidróxido de sodio (caustico).

El CH_2O es soluciones acuosas reacciona con agua de una manera equilibrada para hacer el metanol (MeOH) y el ácido fórmico (HCOOH) como subproductos en función de tiempo. Dado el tiempo, el pH del BYD bruto aumentará en contenido de HCOOH reduciendo de este modo el pH del BYD bruto a entre 4 y 4,5. Se añade caustico para elevar el pH a un intervalo de alrededor de 5,5 a alrededor de 10 antes de suministrar el BYD bruto a la columna de reciclaje de CH_2O . En una realización de la presente invención, el tratamiento caustico puede ser una

solución de hidróxido de sodio acuosa.

En otras realizaciones de la presente invención, el pH del flujo de BYD bruto (120) puede aumentarse a través de otros métodos conocidos en la técnica. En una realización particular de la presente invención, el pH del flujo de BYD bruto (120) puede aumentarse por la eliminación de ácidos orgánicos a través del uso de resinas de intercambio iónico. Un ejemplo de resinas de intercambio iónico que pueden usarse son resinas de intercambio aniónico como AMBERLITET™ IRA96 o DOWEX™ M-43 que actúan como absorbentes de ácidos para neutralizar el flujo de BYD bruto (120). También pueden usarse otros métodos conocidos para eliminar ácidos orgánicos del flujo del proceso. Por ejemplo, puede usarse también un adsorbente como carbón activado para neutralizar el flujo de BYD bruto (120).

Los solicitantes han descubierto también que aumentar el pH del flujo de producto tratado (160) disminuye significativamente la solubilidad de los metales traza, como el cobre, que se encuentran en el flujo de BYD bruto (120). Una vez que la solubilidad de los metales traza ha sido disminuida, los metales traza precipitados pueden ser después eliminados del flujo de producto tratado a través de un sistema de filtración (280) antes de entrar en la columna de destilación de reciclaje (200). Puede usarse cualquier sistema de filtración conocido en la técnica, como un sistema de filtros de cartuchos, para eliminar los metales traza del flujo de producto tratado (160). La eliminación de estos metales traza es beneficiosa ya que pueden contribuir a ensuciar la columna de destilación de reciclaje (200) y también contribuyen a la intoxicación del catalizador corriente abajo cuando el flujo de producto de BYD (220) se procesa adicionalmente.

Ejemplos

Los siguientes Ejemplos demuestran la presente invención y su capacidad para el uso. La invención es capaz de otras y diferentes realizaciones, y sus varios detalles son capaces de modificaciones en varios aspectos aparentes, sin salirse del alcance y espíritu de la presente invención. Por lo tanto, los Ejemplos deben considerarse como de naturaleza ilustrativa y no limitativos.

Ejemplo 1

La FIG. 2 es un gráfico que muestra el uso de vapor observado en el sitio INVISTA LaPorte con y sin una adición caústica a la alimentación de la columna de destilación de reciclaje. La columna de destilación de reciclaje (200) se hizo funcionar a un intervalo de presión de entre 3,79-4,48 bar (55-65 psig). La temperatura en el punto de alimentación (160) era de entre 50-70° C, la temperatura en la parte inferior (160) era de entre 155-177° C y la temperatura en la parte superior de la columna (240) era de entre 140-150° C. La temperatura de reflujo era de entre 80-120° C y la relación de reflujo se mantuvo a 0,5-0,8 (reflujo a alimentación). El gráfico en la FIG. 2 muestra los datos de consumo de vapor para una columna de destilación de reciclaje. Se siguieron las libras de vapor usadas por libra de vapor de alimentación de BYD bruto. Los datos se tomaron para un periodo en el que el pH del flujo de entrada de BYD estaba sin regular y para un periodo cuando el pH se aumentó por la adición de hidróxido de sodio acuoso (25-50% p NaOH). Se observó que antes de la adición caustica, el pH medio del flujo de entrada de BYD era de alrededor de 5,35. Durante un periodo de 18 semanas, el pH del flujo de entrada de BYD se aumentó y reguló a un intervalo de 5,7-6,4 a través de adición caustica. Los resultados del estudio se resumen en la FIG. 2. La cantidad de vapor usado para la columna se redujo de 0,95 kg de vapor/kg de alimentación a 0,72 kg de vapor/ kg de alimentación (0,95 lb de vapor/lb de alimentación a 0,72 lb de vapor/lb de alimentación). Esto indica que la eficiencia de la columna se mejoró aumentando el nivel de pH del flujo de entrada de BYD a la columna de destilación de reciclaje.

Ejemplo 2

Un método mejorado para eliminar formaldehído de un flujo de producto de butinodiol bruto que comprende el paso de proporcionar un flujo de butinodiol bruto que contiene butinodiol y formaldehído. El pH del flujo de butinodiol bruto se aumenta después para formar un flujo de producto tratado. El flujo de producto tratado fluye después a la entrada de una columna de destilación continua. Finalmente, se recuperan un flujo de formaldehído concentrado del flujo de la parte superior de la columna de destilación y un flujo de butinodiol concentrado del flujo de la parte inferior de la columna de destilación.

Ejemplo 3

El proceso del Ejemplo 2 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, el pH del flujo de producto tratado se eleva a un nivel que limita la reacción del butinodiol y el formaldehído para formar un complejo de acetal y disminuye la solubilidad de los metales traza encontrados en el flujo de producto tratado, en donde los metales traza se precipitan en el flujo de producto tratado.

Ejemplo 4

El proceso del Ejemplo 3 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, el nivel de pH del flujo de producto tratado se aumenta a un intervalo de 5,5 a 10.

Ejemplo 5

El proceso del Ejemplo 4 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, el nivel de pH del flujo de producto tratado se aumenta a través de la adición de un agente de control del pH.

Ejemplo 6

El proceso del Ejemplo 5 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, el agente de control del pH es una solución de hidróxido de sodio acuosa.

Ejemplo 7

El proceso del Ejemplo 6 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, el pH del flujo de producto tratado se aumenta a través del uso de resinas de intercambio iónico.

Ejemplo 8

El proceso del Ejemplo 7 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, la concentración de formaldehído en el flujo inferior de la destilación es del 1,0% por peso o menor.

Ejemplo 9

El proceso del Ejemplo 8 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, la concentración de formaldehído en el flujo inferior de la destilación es del 0,1 al 1,0% por peso.

Ejemplo 10

El proceso del Ejemplo 9 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, dicho flujo de producto tratado fluye a través de un sistema de filtración para eliminar metales traza antes de entrar en la columna de destilación continua.

Ejemplo 11

Un método para reducir el consumo de vapor necesario para eliminar formaldehído de un flujo de producto de butinodiol bruto que comprende el paso de proporcionar un flujo de butinodiol bruto que contiene butinodiol y formaldehído. El pH del flujo de butinodiol bruto se aumenta después para formar un flujo de producto tratado. El flujo de producto tratado fluye después a la entrada de una columna de destilación continua. Finalmente, se recuperan un flujo de formaldehído concentrado del flujo superior de la columna de destilación y un flujo de butinodiol concentrado del flujo inferior de la columna de destilación.

Ejemplo 12

El proceso del Ejemplo 11 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, el pH del flujo de producto tratado se eleva a un nivel que limita la reacción del butinodiol y el formaldehído para formar un complejo de acetal y disminuye la solubilidad de los metales traza encontrados en el flujo de producto tratado, en donde los metales traza se precipitan en el flujo de producto tratado.

Ejemplo 13

El proceso del Ejemplo 12 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, el nivel de pH del flujo de producto tratado se aumenta a un intervalo de 5,5 a 10.

Ejemplo 14

El proceso del Ejemplo 13 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, el nivel de pH del flujo de producto tratado se aumenta a través de la adición de un agente de control del pH.

Ejemplo 15

El proceso del Ejemplo 14 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, el agente de control del pH es una solución de hidróxido de sodio acuosa.

Ejemplo 16

El proceso del Ejemplo 15 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, el pH del flujo de producto tratado se aumenta a través del uso de resinas de intercambio iónico.

Ejemplo 17

El proceso del Ejemplo 16 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, la concentración de formaldehído en el flujo inferior de la destilación es del 1,0% por peso o menor.

Ejemplo 18

El proceso del Ejemplo 17 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, la concentración de formaldehído en el flujo inferior de la destilación es del 0,1 al 1,0% por peso.

Ejemplo 19

El proceso del Ejemplo 18 se repite con pasos adicionales. En este ejemplo, dicho flujo de producto tratado fluye a través de un sistema de filtración para eliminar metales traza antes de entrar en la columna de destilación continua.

Reivindicaciones

1. Un método mejorado para eliminar formaldehído de un flujo de producto de butinodiol bruto que comprende los pasos de:

- (a) proporcionar un flujo de butinodiol bruto que contiene butinodiol y formaldehído;
- (b) aumentar el pH del flujo de butinodiol bruto y formar un flujo de producto tratado;
- (c) hacer fluir dicho flujo de producto tratado con un pH aumentando en la entrada de una columna de destilación continua;
- (d) recuperar un flujo de formaldehído concentrado de una corriente superior de la columna de destilación; y
- (e) recuperar un flujo de butinodiol concentrado del flujo inferior de la columna de destilación.

2. El método de la reivindicación 1 en el que el pH del flujo de producto tratado se eleva a un nivel que limita la reacción del butinodiol y el formaldehído para formar un complejo de acetal y disminuye la solubilidad de los metales traza encontrados en el flujo de producto tratado, en el que los metales traza se precipitan en el flujo de producto tratado.

3. El método de la reivindicación 1 en el que el nivel de pH del flujo de producto tratado se aumenta a un intervalo de 5,5 a 10.

4. El método de la reivindicación 1 en el que el nivel de pH del flujo de producto tratado se aumenta a través de la adición de un agente de control del pH.

5. El método de la reivindicación 4 en el que el agente de control del pH es una solución de hidróxido de sodio acuosa.

6. El método de la reivindicación 1 en el que el pH del flujo de producto tratado se aumenta a través del uso de resinas de intercambio iónico.

7. El método de la reivindicación 1 en el que la concentración de formaldehído en el flujo inferior de destilación es del 1,0% por peso o menor.

8. El método de la reivindicación 7 en el que la concentración de formaldehído en el flujo inferior de la destilación es del 0,1 al 1,0% por peso.

9. El método de la reivindicación 1 que comprende además el paso de hacer fluir dicho flujo de producto tratado a través de un sistema de filtración para eliminar metales traza antes del paso (c).

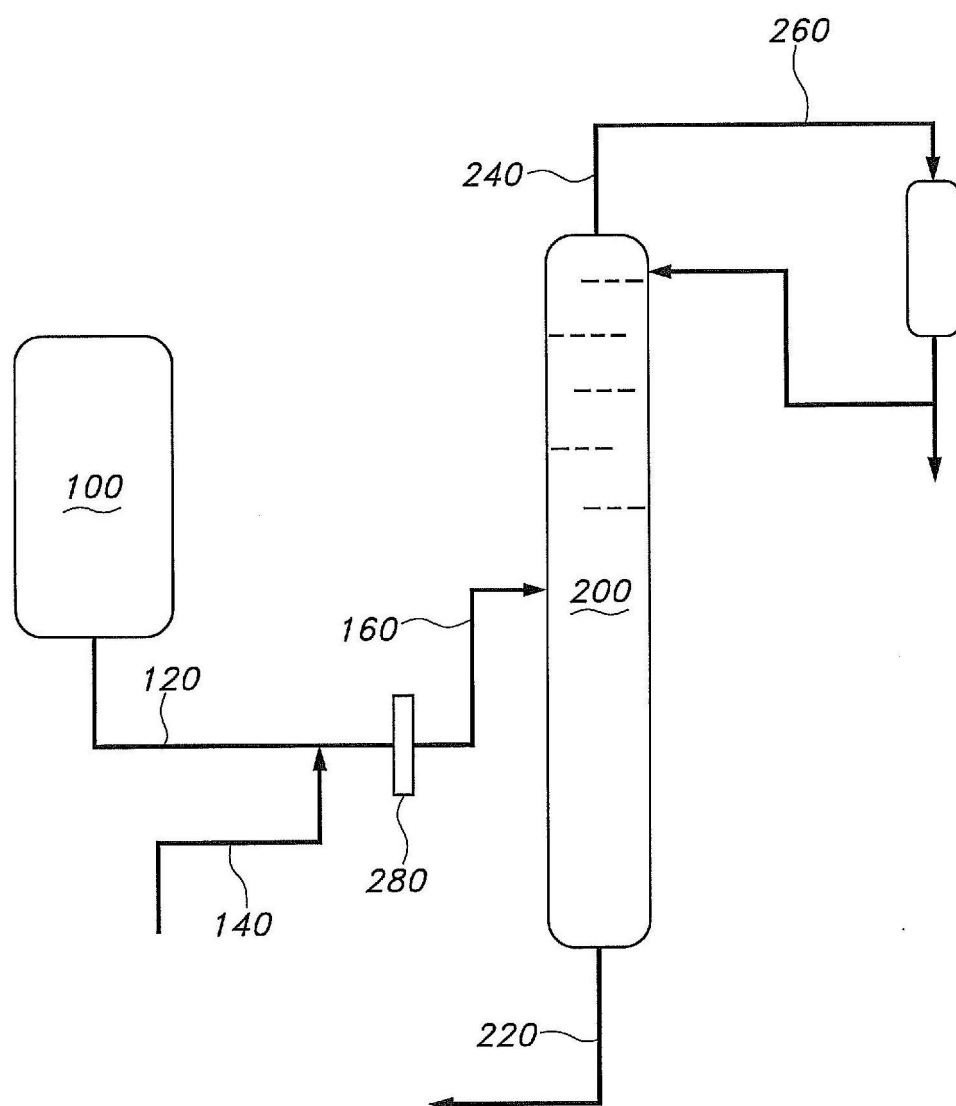


FIG. 1

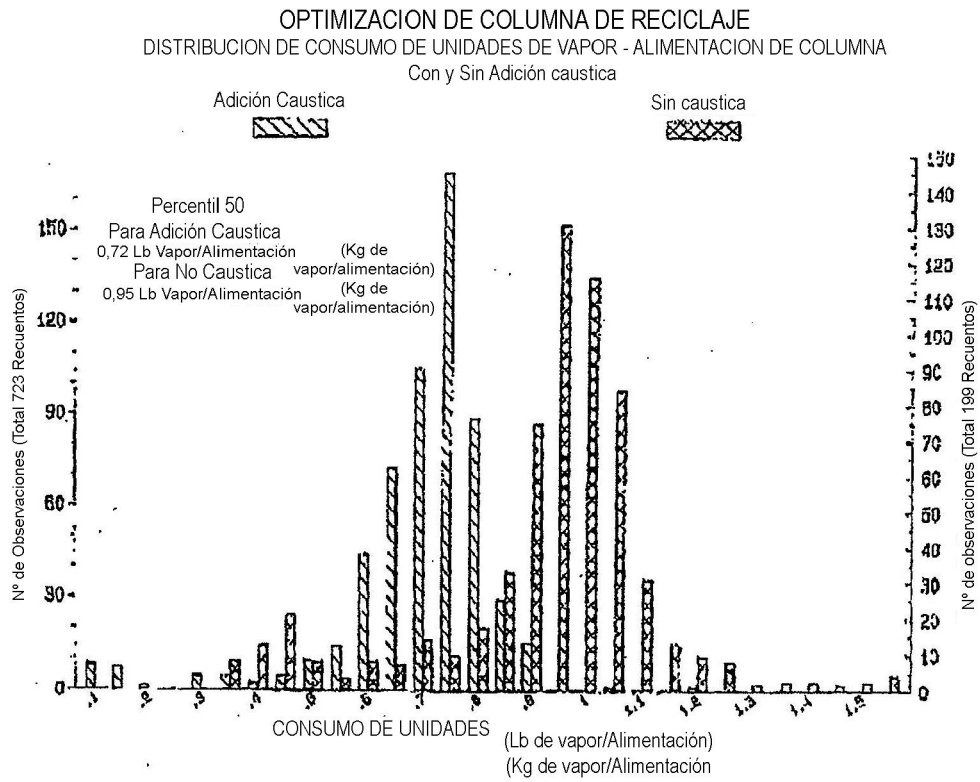


FIG. 2