

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 617 733**

51 Int. Cl.:

**C07C 67/08** (2006.01)

**C07C 67/54** (2006.01)

**C07C 69/78** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.09.2013 PCT/US2013/061368**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.04.2014 WO2014052298**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.09.2013 E 13771735 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.01.2017 EP 2900627**

54 Título: **Procedimiento para la producción de ésteres de glicol de alta pureza**

30 Prioridad:

**28.09.2012 US 201261706835 P**

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

**19.06.2017**

73 Titular/es:

**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)  
2040 Dow Center  
Midland, Michigan 48674, US**

72 Inventor/es:

**MERENOV, ANDREI S.;  
DAUGS, EDWARD D.;  
AU-YEUNG, PATRICK HO SING y  
TRUMBLE, JASON L.**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 617 733 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 producción de ésteres de glicol de alta pureza

**Antecedentes de la invención**

La invención se refiere a un procedimiento para producir ésteres de glicol pesados de alta pureza.

5 Los ésteres de glicol con bajo contenido de VOC (compuestos orgánicos volátiles) y por tanto con altos puntos de ebullición, se usan como disolventes en aplicaciones de revestimientos. Es importante que estos ésteres tengan poco color y poco olor. Por tanto, es importante que los ésteres de glicol tengan un bajo contenido de impurezas pesadas, que están comúnmente asociadas con color no deseado, y de impurezas ligeras, que están comúnmente asociadas con el olor. Otro aspecto del uso de ésteres de glicol en aplicaciones de revestimientos es el coste del material; debido a la naturaleza de las aplicaciones, el coste de los ésteres de glicol no debe exceder del coste de materiales similares comúnmente utilizados en formulaciones de revestimientos. Por tanto, sería deseable tener un procedimiento para la fabricación de ésteres de alta pureza, proceso que requeriría un capital reducido y tener un consumo de energía reducido.

10 El documento R.C. Conn, *et al*, Journal of the American Chemical Society, 1932, 54(11) describe un procedimiento para la preparación de benzoato de 2-butoxietilo por reacción de cloruro de benzoilo con 2-butoxietanol en benceno a reflujo.

El documento Sh. Mamedov, *et al*, Sbornik Trudov – Akademiya Nauk Azervaidzhanskoi SSR, Institut Neftekhimicheskikh Prosessov, 1975, (6), 51-8 describe un procedimiento para la preparación de benzoato de 2-butoxietilo mediante la reacción, catalizada por ácido sulfúrico, de benzoato de 2-hidroxietilo con butanol.

20 El documento Bassam El Ali *et al*, Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, 2001, 165 (1-2), 283-290 describe un procedimiento para la preparación de benzoato de 2-butoxietilo mediante la oxidación, catalizada por un heteropoliácido, de benzoína en presencia de etilenglicol-monobutil-éter.

25 El documento J. Marchal, *et al*, Journal of Organic Chemistry, 1995, 60(26), 8336-8340 describe un procedimiento para la preparación de benzoato de 2-butoxietilo mediante la carbonilación, catalizada por cobalto, de bromuro de fenilo con 2-butoxietanol.

La solicitud de patente japonesa Heisei 3-50246 describe la preparación de benzoato de 2-butoxietilo por reacción de ácido benzoico con 2-butoxietanol en presencia de ácido p-toluensulfónico. El producto se destila para separar el disolvente y 2-butoxietanol sin reaccionar y el residuo se destila en corriente de vapor.

**Compendio de la invención**

30 La invención es un procedimiento que comprende: (a) poner en contacto ácido benzoico y 2-butoxietanol en condiciones de reacción para producir un producto no purificado que comprende benzoato de 2-butoxietilo e impurezas; (b) alimentar al menos una parte del producto no purificado a una columna de destilación que comprende una pared divisoria o una sección de pasteurización; separar una corriente de cabeza y una corriente de fondo de la columna de destilación, y separar una corriente de extracción lateral de la columna de destilación; en donde, en el caso en que esté presente una pared divisoria el producto no purificado entra en la columna de destilación de pared divisoria en un lado de la pared divisoria opuesto a la corriente de extracción lateral.

Sorprendentemente, el uso de una columna de destilación que comprende una pared divisoria o sección de pasteurización permite la producción de benzoato de 2-butoxietilo ultrapuro con cantidades controladas de impurezas, concretamente butanal.

**Breve descripción de los dibujos**

La Figura 1 es un esquema de un procedimiento de la invención que usa una columna de pared divisoria.

La Figura 2 es un esquema de un procedimiento de destilación convencional.

La Figura 3 es un esquema de un procedimiento de la invención que usa una sección de pasteurización.

**Descripción detallada de la invención**

45 Como se usa en esta memoria, “un (una)”, “uno”, “el (la)”, “al menos uno (una)” y “uno (una) o más” se usan indistintamente. Los términos “comprende”, “incluye”, y sus variaciones no tienen un significado limitativo cuando estos términos aparecen en la descripción y reivindicaciones. Así, por ejemplo, una composición acuosa que incluye partículas de “un” polímero hidrófobo puede interpretarse como significando que la composición incluye partículas de “uno o más” polímeros hidrófobos.

También en esta memoria, las enumeraciones de intervalos numéricos por puntos extremos incluyen todos los números incluidos en ese intervalo (por ejemplo, 1 a 5 incluye 1, 1,5, 2, 2,75, 3, 3,80, 4, 5, etc.). Para los objetivos de la invención debe entenderse, de acuerdo con lo que un experto en la técnica entendería, que un intervalo numérico se pretende que incluya y admita todos los posibles subintervalos que están incluidos en ese intervalo. Por ejemplo, el intervalo de 1 a 100 se pretende que exprese de 1,01 a 100, de 1 a 99,99, de 1,01 a 99,99, de 40 a 60, de 1 a 55, etc.

También en esta memoria, se puede leer que las enumeraciones de intervalos numéricos y/o valores numéricos, incluyendo tales enumeraciones en las reivindicaciones, contienen el término "aproximadamente". En tales casos el término "aproximadamente" se refiere a intervalos numéricos y/o valores numéricos que son sustancialmente los mismos que los enumerados en esta memoria.

A menos que se indique lo contrario, o se sobreentienda del contexto, todas las partes y porcentajes están basados en peso y todos los métodos de prueba son actuales a partir de la fecha de presentación de esta solicitud.

Como se usa en esta memoria, el término "heptano" incluye mezclas isoméricas de heptano.

Como se usa en esta memoria, la expresión "alimentar al menos una parte del producto no purificado a una columna de destilación que comprende una pared divisoria o una sección de pasteurización" pretende cubrir la situación en la que al menos parte del producto no purificado pasa a través de otro equipo de proceso, que incluye equipo que puede separar varios de sus componentes, antes de entrar en la columna de destilación que comprende una pared divisoria o una sección de pasteurización.

Se describe en esta memoria un procedimiento para la producción de benzoato de 2-butoxietilo en donde un reactor produce una corriente efluente del reactor, en donde al menos una parte de la corriente efluente del reactor se envía, directa o indirectamente, a una columna de destilación, y en donde la columna comprende una pared divisoria o una sección de pasteurización. En el caso de una columna de destilación de pared divisoria, la columna de destilación de pared divisoria puede producir un corte ligero, un corte pesado, y una corriente de benzoato de 2-butoxietilo.

El procedimiento de la invención utiliza ácido benzoico y 2-butoxietanol, y opcionalmente un catalizador ácido, para producir benzoato de 2-butoxietilo.

Los materiales de partida utilizados son materiales muy conocidos y están ampliamente disponibles comercialmente. Por ejemplo, 2-butoxietanol está disponible en The Dow Chemical Company bajo el nombre comercial butil CELLOSOLVE. Se pueden utilizar ácido benzoico y 2-butoxietanol de calidad comercial.

Las sustancias reaccionantes se utilizan en cantidades suficientes para producir el benzoato de 2-butoxietilo deseado. La relación molar de 2-butoxietanol a ácido benzoico es convenientemente de menos de 0,1 a 10, preferiblemente es de 0,8 a 1,2, y más preferiblemente es aproximadamente 1.

Se puede utilizar una cantidad catalítica del catalizador ácido opcional como se desee. El catalizador es un catalizador ácido para la reacción subyacente. Es adecuada una amplia variedad de ácidos. Los ejemplos del catalizador incluyen ácido sulfúrico, ácidos sulfónicos, ácido fosfórico, y resinas de intercambio iónico ácidas. Se pueden utilizar mezclas de ácidos. Convenientemente se utiliza de aproximadamente 100 ppm a 5% de catalizador basado en el peso de la mezcla reactiva. Preferiblemente, la cantidad de catalizador es de 0,3 a 0,5% en peso.

La reacción puede llevarse a cabo a una temperatura de 70°C a 190°C, a una presión de 2000 mm de Hg a 1 mm de Hg (270 kPa a 0,13 kPa). La presión y temperatura pueden cambiar a medida que avanza la reacción.

La reacción es reversible y produce el éster de glicol, con agua como subproducto. Con el fin de aumentar la velocidad de reacción y la conversión, el agua se separa convenientemente de la zona de reacción, ya sea de forma constante o intermitente. Un agente de arrastre adecuado, por ejemplo heptano, se puede usar opcionalmente para aumentar la separación de agua de la zona de reacción. En general, se puede seleccionar un agente de arrastre de una amplia clase de sustancias químicas que incluyen, pero no se limitan a, parafinas lineales, éteres de glicol u otras sustancias químicas que producen azeótropos heterogéneos con agua y que tienen un punto de ebullición inferior al de 2-butoxietanol. Es importante señalar que se puede usar también un exceso de 2-butoxietanol como agente de arrastre para separar el agua del sistema reactivo. Lo último es especialmente conveniente porque no se introducen sustancias químicas adicionales en el proceso. Pueden utilizarse mezclas de agentes de arrastre.

La reacción de 2-butoxietanol con ácido benzoico en presencia de ácido sulfúrico para producir benzoato de 2-butoxietilo es una reacción de esterificación. El efluente del reactor contiene impurezas de bajo punto de ebullición, impurezas de mayor punto de ebullición, agua y, si se utiliza, el catalizador. El éster de glicol se debe separar del efluente del reactor con el fin de usarse en aplicaciones de revestimientos. En una realización de la invención, el catalizador se neutraliza antes de la destilación.

Convenientemente, cuando se usa un agente de arrastre para mejorar la separación del agua del efluente del reactor, el efluente puede ser enviado a un separador opcional para reducir la cantidad de agente de arrastre que entra en la columna de pared divisoria. Se puede utilizar una amplia variedad de dispositivos como separador, y se

pueden escoger y hacer funcionar según criterios muy conocidos por los expertos en la técnica. Por ejemplo, una columna de relleno, una columna de platos, un evaporador de película laminada y un evaporador de película delgada son ejemplos de dispositivos que se pueden usar como separador opcional.

5 En una realización de la invención, el efluente del separador, es decir, un material con una cantidad reducida del agente de arrastre, o el efluente del reactor se envía a una columna de pared divisoria, en donde las impurezas más ligeras de bajo punto de ebullición se separan del material como producto de cabeza, y las impurezas más pesadas de mayor punto de ebullición se separan del material como producto de fondo, y el éster de glicol de alta pureza se produce como producto intermedio. El uso de una columna de pared divisoria permite un ahorro sustancial de energía y capital en la etapa de separación del proceso. Un esquema de esta realización se muestra en la Figura 1.

10 De particular importancia para la preparación de ésteres de glicol de alta pureza es la formación de impurezas más ligeras, de bajo punto de ebullición, y en particular del componente oloroso butiraldehído (butanal), durante el proceso de destilación, por descomposición térmica u oxidativa de componentes más pesados. La formación continua de componentes de ebullición más ligeros durante el proceso de destilación compromete la capacidad de una destilación convencional por lotes o continua, en donde los componentes más ligeros se separan en cabeza como un primer corte de destilación antes de que el éster de glicol se separe en cabeza como un corte de producto, para producir éster de glicol de alta pureza libre de componentes de puntos de ebullición inferiores que producen olor.

La columna de destilación de pared divisoria comprende una pared divisoria. La pared divisoria divide verticalmente en dos una parte del interior de la columna de destilación, pero no se extiende hasta las secciones superior o del fondo de la columna, permitiendo así que en la columna haya reflujo y re-ebullición de modo similar a una columna convencional. La pared divisoria proporciona un deflector impermeable a los fluidos que separa el interior de la columna. La entrada de alimentación a la columna está situada en un lado de la pared divisoria mientras que una o más extracciones laterales están situadas en el lado opuesto. La pared divisoria permite que el lado de la columna que no tenga la entrada funcione de una manera más estable con un efecto mínimo de las fluctuaciones en los caudales de entrada, condiciones o composición. Esta mayor estabilidad permite que la columna se diseñe y se haga funcionar de una manera que permita que una o más corrientes de extracción laterales que tienen composiciones diferentes de la corriente de cabeza o de la corriente de fondo se separen de la columna.

La temperatura y presión en la columna de destilación dependen de la composición del material que se está destilando. En una realización de la invención, la columna funciona a presión reducida, tal como de aproximadamente 1 a aproximadamente 50 mm de Hg (130 a 6700 Pa), o de 5 a 10 mm de Hg (670 a 1300 Pa). La temperatura del vaporizador es convenientemente de 120 a 195°C.

La capacidad para producir tres o más corrientes de producto de una sola columna puede permitir la separación de componentes con menos columnas de destilación y posiblemente costes de capital reducidos. La columna de destilación de pared divisoria se puede usar como única columna de destilación o se pueden utilizar múltiples columnas de destilación de pared divisoria, ya sea en disposición en serie o en paralelo. La columna de destilación de pared divisoria se puede usar también en conjunción con una o más columnas de destilación convencionales o dispositivos de separación. Las realizaciones de la invención pueden ser particularmente aplicables cuando el lugar de alimentación óptimo a la columna está por encima de la ubicación óptima de la extracción lateral. Si la ubicación de alimentación está por encima de la ubicación de extracción lateral en una columna de destilación convencional, el flujo descendente de la alimentación de líquido dentro de la columna tendrá un efecto significativo sobre la composición de extracción lateral. Las variaciones en el caudal de alimentación, condiciones o composición de la corriente de alimentación alterarán la composición de extracción lateral y harán muy difícil conseguir la producción de una corriente de extracción lateral estable en esta configuración de una columna de destilación convencional.

En una realización de la invención, la columna en la que se fabrica el producto final comprende una sección de pasteurización en la parte superior de la columna. El objetivo de la sección de pasteurización es: (1) concentrar impurezas ligeras tales como, por ejemplo butanal, en la corriente de cabeza, y (2) separar las impurezas del producto final que se retira como una corriente lateral por debajo de la sección de pasteurización. La sección de pasteurización incluye convenientemente varias etapas de separación, o platos teóricos.

El tipo de aparato de destilación se puede seleccionar según criterios bien conocidos por los expertos en la técnica. Por ejemplo, una columna de destilación puede incluir platos o relleno, tal como relleno estructurado de tela metálica con baja pérdida de carga, por ejemplo en la sección de pasteurización y/o en todo el aparato de destilación.

Convenientemente, el procedimiento de la invención proporciona un producto que es bajo en contenido de butanal. Por ejemplo, el contenido de butanal del benzoato de 2-butoxi etilo puede ser inferior a 200 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm, o inferior a 1 ppm en peso. Preferiblemente, la corriente de extracción lateral comprende más de 99% en peso de benzoato de 2-butoxi etilo.

#### Realizaciones específicas de la invención

Los ejemplos siguientes se dan para ilustrar la invención y no deben ser interpretados como limitantes de su alcance.

## Preparación 1 – Benzoato de 2-butoxietilo no purificado

Se prepara un lote de benzoato de 2-butoxietilo no purificado haciendo reaccionar 8,2 kg (67 moles) de ácido benzoico y 8,5 kg (72 moles) de butil CELLOSOLVE™ en presencia de 0,07 kg (0,72 moles) de ácido sulfúrico. Se añade heptano (1,7 kg) en el proceso de preparación con el fin de aumentar el arrastre de agua desde el reactor. La reacción de esterificación se realiza a 125 a 150°C durante 13 a 15 horas con separación continua de agua por co-distilación con heptano. Después de la reacción, la disolución se enfría y el pH se ajusta a neutro usando hidróxido sódico acuoso al 20%. La composición normalizada del producto, no purificado, del reactor por lotes se da en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición normalizada del producto no purificado del reactor.

Nombre del componente	Fracción en peso
LIGEROS	0,0018
ACIDO BENZOICO	0,0009
BUTIL CELLOSOLVE	0,0463
BENZOATO DE 2-BUTOXIETILO	0,8443
AGUA	0,0070
HEPTANO	0,0775
PESADOS	0,0221

## Experimento comparativo 1 – Destilación por lotes de benzoato de 2-butoxietilo en laboratorio (No una realización de la invención)

El producto, no purificado, del reactor se destila en proceso de separación por lotes en una columna rellena con 18" de relleno de tela metálica. El heptano se separa en el primer corte en cabeza. El ácido benzoico se separa en el corte en cabeza después de los cortes que contienen principalmente heptano. El butil CELLOSOLVE™ sin reaccionar se separa como parte del corte después de la separación del ácido benzoico. Los posteriores materiales de cabeza contienen más de 99,0% en peso de benzoato de 2-butoxietilo. La destilación se completa cuando la cantidad de impurezas pesadas en el material de cabeza aumenta hasta aproximadamente 0,95% en peso. Este experimento confirma que el benzoato de 2-butoxietilo se puede separar del producto bruto por un procedimiento de destilación.

A pesar de que el benzoato de 2-butoxietilo resultante tiene una pureza superior a 99,0% en peso, tiene un olor desagradable. El mal olor se atribuye a la presencia de una cantidad traza de butanal, que se sabe que crea un mal olor en cantidades superiores a 1 parte por millón (ppm).

## Experimento comparativo 2 – Destilación convencional de benzoato de 2-butoxietilo en laboratorio (No una realización de la invención)

El producto no purificado con la composición mostrada en la Tabla 1 se destila en un esquema de destilación convencional que incluye un separador y dos columnas de destilación secuenciales. En la primera etapa se envía producto no purificado al separador con el fin de separar la mayor parte de los componentes ligeros y heptano. El material producido después de la separación de los componentes ligeros y heptano contiene 448 ppm de butanal. Este material se envía a la primera columna de destilación en donde se separan, como producto de cabeza, trazas de heptano, butil CELLOSOLVE™ sin reaccionar y parte del ácido benzoico. La destilación se realiza a 24 mm de Hg (3,2 kPa). El producto de fondo de la primera columna contiene principalmente benzoato de 2-butoxietilo, componentes más pesados y 12 ppm de butanal. El producto de fondo de la primera columna se alimenta a la segunda columna en donde se toma benzoato de 2-butoxietilo como producto de cabeza. La destilación se realiza a 1 mm de Hg (130 Pa). La temperatura del vaporizador alcanza 160°C. El producto de fondo de la segunda columna contiene aproximadamente 40% en peso de benzoato de 2-butoxietilo y 60% en peso de componentes pesados. El análisis de los productos de la segunda columna de destilación indica que el producto de cabeza contiene 327 ppm de butanal y el producto de fondo contiene 154 ppm de butanal. El aumento significativo simultáneo de butanal en los productos de cabeza y de fondo indica la formación de butanal en la segunda columna.

## Ejemplo 3 – simulación de la destilación de benzoato de 2-butoxietilo en una columna de pared divisoria

Los datos de los Experimentos Comparativos 1 y 2 se usan para desarrollar y validar un modelo ASPEN Plus de destilación de benzoato de 2-butoxietilo. El modelo se usa para simular la destilación de benzoato de 2-butoxietilo en una columna de pared divisoria. El esquema del procedimiento se muestra en la Figura 1.

El éster de glicol no purificado y la corriente de arrastre entran en el separador opcional en donde la mayor parte del agente de arrastre se separa en cabeza. La corriente de éster de glicol no purificado del fondo del separador se envía a la columna de pared divisoria en donde el éster de glicol se separa como producto intermedio. Los componentes pesados se separan como corriente de fondo de la columna de pared divisoria. El agente de arrastre, butil CELLOSOLVE™ sin reaccionar y componentes más ligeros se separan como productos de cabeza en las

corrientes etiquetadas LIGEROS y NO CONDENSABLES. La formación de butanal en el vaporizador de la columna se modela introduciendo una corriente constante de butanal en la sección del fondo de la columna de pared divisoria. El caudal másico de la corriente de butanal se estima usando datos del Experimento comparativo 2. Los resultados de la simulación se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2. Resultados de la simulación para el Ejemplo 3

Corrientes de la Fig. 1	PESADOS	BUTANAL (no mostrado)	ESTER DE GLICOL NO PURIFICADO & AGENTE DE ARRASTRE (OPCIONAL)	ESTER DE GLICOL NO PURIFICADO	AGENTE DE ARRASTRE	LIGEROS	NO CONDENSABLES	ESTER DE GLICOL
Temperatura C	63,3		25	137,4	137,4	47,5	47,5	144,4
Presión mm de Hg (kPa)	5,1 (0,68)		760 (101)	400 (53)	400 (53)	5 (0,67)	5 (0,67)	5,05 (0,67)
Caudal másico lb/hr (kg/hr)	1,412 (0,64)	0,021 (0,0095)	44,092 (20)	40,819 (18,5)	3,274 (1,49)	0,286 (0,13)	2,57 (1,17)	36,573 (16,6)
Caudal Másico de Componentes, lb/hr								
ACIDO BENZOICO	0,0000	0,0000	0,0400	0,0400	0,0000	0,0290	0,0040	0,0068
BUTIL CELLOSOLVE	0,0000	0,0000	2,0410	1,6440	0,3790	0,1090	1,5350	5,1E-08
BENZOATO DE 2-BUTOXIETILO	0,4360	0,0000	37,2290	37,1540	0,0750	0,1470	0,0060	36,5658
AGUA	0,0000	0,0000	0,3110	0,0610	0,2490	0,0010	0,0610	7,1E-15
HEPTANO	0,0000	0,0000	3,4170	0,9150	2,5010	0,0010	0,9150	4,1E-12
PESADOS	0,9760	0,0000	0,9760	0,9760	0,0000	0,0000	0,0000	7,9E-08
BUTANAL	traza	0,0210	0,0790	0,0290	0,0510	0,0000	0,0490	1,9E-05
Caudal Másico de Componentes, kg/hr								
ACIDO BENZOICO	0,00	0,00	0,02	0,02	0,00	0,01	0,00	0,0031
BUTIL CELLOSOLVE	0,00	0,00	0,93	0,75	0,18	0,05	0,70	2,32E-08
BENZOATO DE 2-BUTOXIETILO	0,20	0,00	16,90	16,87	0,03	0,07	0,0027	16,60
AGUA	0,00	0,00	0,14	0,03	0,11	0,00	0,03	3,22E-15
HEPTANO	0,00	0,00	1,55	0,42	1,14	0,00	0,42	1,86E-12
PESADOS	0,44	0,00	0,44	0,44	0,00	0,00	0,00	3,59E-08
BUTANAL	traza	0,01	0,04	0,01	0,02	0,00	0,02	8,63E-06
Fracciones Másicas de Componentes								
ACIDO BENZOICO	0,0000	0,0000	0,0010	0,0010	0,0000	0,1020	0,0010	187 ppm
BUTIL CELLOSOLVE	0,0000	0,0000	0,0460	0,0400	0,1210	0,3800	0,5970	Traza
BENZOATO DE 2-BUTOXIETILO	0,3090	0,0000	0,8440	0,9100	0,0230	0,5130	0,0020	0,9998
AGUA	0,0000	0,0000	0,0070	0,0020	0,0760	0,0020	0,0240	traza
HEPTANO	0,0000	0,0000	0,0770	0,0220	0,7640	0,0020	0,3560	traza
PESADOS	0,6910	0,0000	0,0220	0,0240	0,0000	0,0000	0,0000	2 ppm
BBUTANAL	traza	1,0000	0,0020	0,0010	0,0150	0,0000	0,0190	0,522 ppm

Como se muestra en la Tabla 2, el benzoato de 2-butoxietilo destilado (corriente ESTER DE GLICOL) contiene solamente 0,552 ppm de butanal, que es una cantidad sorprendentemente pequeña.

Experimento comparativo 4 – simulación de la destilación convencional de benzoato de 2-butoxietilo (No una realización de la invención)

5 Se usa el modelo del Ejemplo 3 para simular la destilación de benzoato de 2-butoxietilo en un esquema de separación convencional. El esquema del procedimiento se muestra en la Figura 2. Como en el Ejemplo 3, la corriente de éster de glicol no purificado y agente de arrastre entra en el separador opcional con el fin de separar la mayor parte del agente de arrastre y componentes ligeros del material. La corriente de éter de glicol no purificado del fondo del separador es idéntica a la corriente de éter de glicol no purificado del Ejemplo 3. Esta corriente entra en la primera columna de destilación en la que los componentes ligeros que incluyen el agente de arrastre y el butil CELLOSOLVE<sup>TM</sup> sin reaccionar se separan como producto de cabeza, corriente LIGEROS.

10 El producto de fondo que contiene éster de glicol y componentes pesados entra en la segunda columna de destilación en la que se separa benzoato de 2-butoxietilo como producto de cabeza, corriente ESTER DE GLICOL. El producto de fondo tiene una composición similar al producto de fondo del Ejemplo 3. Como en el Ejemplo 3, se introduce una corriente estable de butanal en el vaporizador de la segunda columna. La corriente es idéntica a la corriente de butanal del Ejemplo 3. Los resultados de la simulación se presentan en la Tabla 3.

15 La diferencia más notable entre los resultados del Ejemplo 3 y el Experimento Comparativo 4 es la cantidad de butanal en las corrientes de producto final. La cantidad de butanal en la corriente de producto del Experimento Comparativo 4 es aproximadamente 100 veces mayor que la cantidad de butanal del Ejemplo 3. Por otra parte, las cantidades de butanal en las corrientes de producto de los Experimentos Comparativos 2 y 4 son del mismo orden de magnitud, lo que indica que el modelo es capaz de predecir el comportamiento real del sistema.

20 La comparación de las condiciones de operación, configuraciones de equipo y consumos de energía para el Ejemplo 3 y Experimento Comparativo 4 se muestran en la Tabla 4. Los datos indican que, en condiciones operativas similares y un número similar de etapas, ambos esquemas de destilación usan sorprendentemente prácticamente la misma cantidad de energía. Esta comparación enfatiza una ventaja incluso más sorprendente, a saber, que se puede usar una columna de pared divisoria para la producción de benzoato de 2-butoxietilo ultrapuro o ésteres de glicol similares. La configuración de pared divisoria proporciona una ventaja adicional debido al menor coste de capital de equipo en comparación con el esquema de destilación convencional.

Tabla 3. Resultados de la simulación para el experimento comparativo 4

Corrientes de la Fig. 2	BUTANAL (corriente no mostrada)	ESTER DE GLICOL NO PURIFICADO & Y AGENTE DE ARRASTRE (OPCIONAL)	ESTER DE GLICOL PURIFICADO	AGENTE DE ARRASTRE	ESTER DE GLICOL & PESADOS	LIGEROS	PESADOS	ESTER DE GLICOL
Temperatura C		25	137.4	137.4	146.6	42	158.9	117.3
Presión mm de Hg (kPa)		760 (128)	400 (53)	400 (53)	5,52 (0,74)	5 (0,67)	5,23 (0,70)	5 (0,67)
Caudal molar mol-lb/hr (mol-kg/hr)	0	0,24 (0,11)	0,197 (0,89)	0,043 (0,0195)	0,17 (0,077)	0,002 (0,0009)	0,005 (0,002)	0,164 (0,07)
Caudal másico lb/hr (kg/hr)	0,021 (0,0095)	44,092 (20)	40,819 (18,5)	3,274 (1,49)	38,084 (17,3)	0,273 (0,124)	1,639 (0,743)	36,467 (16,5)
Caudal Másico de Componentes, lb/hr								
ACIDO BENZOICO	0,0000	0,0400	0,0400	0,0000	0,0340	0,0060	0,0000	0,0335
BUTIL	0,0000	2,0410	1,6440	0,3970	0,0000	0,1880	0,0000	1,1E-05
CELLOSOLVE								
BENZOATO DE 2-BUTOXIETILO	0,0000	37,2290	37,1540	0,0750	37,0740	0,0770	0,6620	36,4120
AGUA	0,0000	0,3110	0,061	0,2490	0,0000	0,0010	0,0000	1,6E-12
HEPTANO	0,0000	3,4170	0,9150	2,5010	0,0000	0,0010	0,0000	9,3E-10
PESADOS	0,0000	0,9760	0,9760	0,0000	0,9760	0,0000	0,9760	8,9E-07
BUTANAL	0,0210	0,0790	0,0290	0,0510	0,0000	0,0000	5,9E-07	0,020999
Caudal Másico de Componentes, kg/hr								
ACIDO BENZOICO	0,00	0,02	0,02	0,00	0,02	0,00	0,00	0,0152
BUTIL	0,00	0,93	0,75	0,18	0,00	0,09	0,00	4,99E-06
CELLOSOLVE								
BENZOATO DE 2-BUTOXIETILO	0,00	16,90	16,87	0,03	16,83	0,03	0,3005	16,53
AGUA	0,00	0,14	0,03	0,11	0,00	0,00	0,00	7,26E-13
HEPTANO	0,00	1,55	0,42	0,14	0,00	0,00	0,00	4,22E-10
PESADOS	0,00	0,44	0,44	0,00	0,44	0,00	0,44	4,04E-07
BUTANAL	0,01	0,04	0,01	0,02	0,00	0,00	2,68E-07	9,53E-03
Fracciones Másicas de Componentes								
ACIDO BENZOICO	0,0000	0,0010	0,0010	0,0000	0,0010	0,0210	0,0000	919 ppm
BUTIL	0,0000	0,0460	0,0400	0,1210	0,0000	0,6880	0,0000	traza
CELLOSOLVE								
BENZOATO DE 2-BUTOXIETILO	0,0000	0,8440	0,9100	0,0230	0,9730	0,2830	0,4040	0,9985
AGUA	0,0000	0,0070	0,0020	0,0760	0,0000	0,0050	0,0000	traza
HEPTANO	0,0000	0,0770	0,0220	0,7640	0,0000	0,0030	0,0000	traza
PESADOS	0,0000	0,0220	0,0240	0,0000	0,0260	0,0000	0,5960	traza
BUTANAL	1,0000	0,0020	0,0010	0,0150	0,0000	0,0000	0,589 ppm	576 ppm

Tabla 4. Comparación de las condiciones operativas, configuraciones de equipo y consumos de energía para el Ejemplo 3 y Experimento Comparativo 4.				
		Ej. 3	E. C. 4	
			Columna 1	Columna 2
Presión	mm de Hg (kPa)	5 (0,67)	5 (0,67)	5 (0,67)
Número de etapas		12	6	10
Relación de reflujo	mol/mol	6,22	0,76	0,06
Carga térmica del condensador	Btu/hr, kJ/hr	-6346, -6695,03	-798, -841,89	-5862, -6184,41
Carga térmica del vaporizador	Btu/hr, kJ/hr	6776, 7148,68	1249, 1317,69	5039, 5316,14
Velocidad de formación de producto	lb/hr (kg/hr)	36,6 (16,6)		36,5 (16,6)
Energía de refrigeración por unidad de peso de producto	Btu/lb, kJ/lb (Btu/kg, kJ/kg)	-174, -183,57 (-382, -403,01)		-183, -193,06 (-353, -372,41)
Energía de calentamiento por unidad de peso de producto	Btu/lb, kJ/lb (Btu/kg, kJ/kg)	185, 195,17 (408, 430,44)		172, 181,46 (304, 320,72)
(1 Btu es equivalente a 1,055 kJ.)				

Ejemplo 5 – simulación de la destilación de benzoato de 2-butoxietilo en un tren de separación con pasteurización

Se usa el modelo del Ejemplo 3 para simular la destilación de benzoato de 2-butoxietilo en un tren de separación con una columna de pasteurización. El esquema del procedimiento se muestra en la Figura 3. Como en el Ejemplo 3 y Experimento Comparativo 4, la corriente del éster de glicol no purificado y agente de arrastre entra en el separador opcional con el fin de separar la mayor parte del agente de arrastre y ligeros del material. La corriente del éster de glicol no purificado del fondo del separador es idéntica a la corriente de éster de glicol no purificado del Ejemplo 3 y Experimento Comparativo 4. Esta corriente entra en la primera columna de destilación en la que los componentes ligeros, que incluyen el agente de arrastre y butil CELLOSOLVE™ se separan como el producto de cabeza, corriente LIGEROS.

El producto del fondo que contiene éter de glicol y pesados entra en la segunda columna de destilación, que está dotada de una sección de pasteurización en la parte superior. En esta columna el benzoato de 2-butoxietilo se separa como un producto intermedio (medio) justo debajo de la sección de pasteurización, corriente ESTER DE GLICOL. Los productos de cabeza de la segunda columna son componentes ligeros no condensables, corriente NO CONDENSABLES, y los componentes condensables más ligeros incluyendo el butanal, corriente LIGEROS 2. La composición del producto del fondo es similar a la del producto de fondo del Ejemplo 3. Como en el Ejemplo 3 y Experimento Comparativo 4, se alimenta una corriente de butanal constante al vaporizador de la segunda columna. La corriente es idéntica a la corriente de butanal del Ejemplo 3 y Experimento Comparativo 4. Los resultados de la simulación se presentan en la Tabla 5.

20

Tabla 5. Resultados de la simulación para el Ejemplo 5.

Nombre de la corriente	BUTANAL (corriente no mostrada)	ESTER DE GLICOL NO PURIFICADO & Y AGENTE DE ARRASTRE (OPCIONAL)	ESTER DE GLICOL NO PURIFICADO	AGENTE DE ARRASTRE	ESTER DE GLICOL & PESADOS	LIGEROS	LIGEROS 2	NO CONDENSABLES	PESADOS	ESTER DE GLICOL
Temperatura C	25	137,4	146,6	130,4	186	144,4				
Presión mm de Hg (kPa)	760 (128)	400 (53)	5,52 (0,74)	5 (0,67)	5,3 (0,71)	5,06 (0,67)				
Caudal molar mol- lib/hr (mol-kg/hr)	0	0,197 (0,89)	0,17 (0,077)	0,008 (0,0036)	0,003 (0,0014)	0,158 (0,072)				
Caudal másico kg/hr	0,021 (0,0095)	40,819 (18,5)	38,084 (17,3)	1,809 (0,82)	1,098 (0,50)	35,103 (15,9)				
Caudal Másico de Componentes lb/hr										
ACIDO BENZOICO	0,000	0,0400	0,0340	0,0000	0,0060	0,0170	0,0040	0,0000	0,0000	0,012
BUTIL CELLOSOLVE	0,000	2,0410	0,0000	0,3790	1,6440	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	traza
BENZOATO DE BUTOXIETILO	0,000	37,2290	37,0740	0,0750	0,0800	1,7910	0,0710	0,1220	0,1220	35,09
AGUA	0,000	0,3110	0,0000	0,2490	0,0610	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	traza
HEPTANO	0,000	3,4170	0,0000	2,5010	0,9150	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	traza
PESADOS	0,000	0,9760	0,9760	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,9760	7,60E-11
BUTANAL	0,0210	0,0790	0,0290	0,0510	0,0000	0,0290	0,0210	0,0000	0,0000	3,10E-07
Caudal Másico de Componentes kg/hr										
ACIDO BENZOICO	0,00	0,02	0,02	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,0054
BUTIL CELLOSOLVE	0,00	0,93	0,75	0,18	0,75	0,00	0,00	0,00	0,00	traza
BENZOATO DE BUTOXIETILO	0,00	16,90	16,87	0,03	0,04	0,8131	0,03	0,06	0,06	15,9309
AGUA	0,00	0,14	0,03	0,11	0,03	0,00	0,00	0,00	0,00	traza
HEPTANO	0,00	1,55	0,42	1,14	0,42	0,00	0,00	0,00	0,00	traza
PESADOS	0,00	0,44	0,44	0,00	0,44	0,00	0,00	0,00	0,44	3,45E-11
BUTANAL	0,01	0,04	0,01	0,02	0,01	0,00	0,01	0,01	0,00	1,41E-07
Fracciones Másicas de Componentes										
ACIDO BENZOICO	0,0000	0,0010	0,0010	0,0000	0,0020	0,0090	0,0420	0,0000	0,0000	353 ppm
BUTIL CELLOSOLVE	0,0000	0,0460	0,0000	0,1210	0,6010	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	traza
BENZOATO DE BUTOXIETILO	0,0000	0,8440	0,9730	0,0230	0,0290	0,9900	0,7430	0,1110	0,1110	0,9996
AGUA	0,0000	0,0070	0,0000	0,0760	0,0220	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	traza
HEPTANO	0,0000	0,0770	0,0000	0,7640	0,3350	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	traza
PESADOS	0,0000	0,0220	0,0260	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,8890	traza
BUTANAL	1,0000	0,0020	0,0010	0,0150	0,0100	0,0000	0,2150	0,0000	0,0000	0,647 ppm

## ES 2 617 733 T3

Como en el Ejemplo 3, la cantidad de butanal en el producto final es muy pequeña, 0,647 ppm. Estos resultados indican que el esquema de separación que usa una columna de pasteurización es capaz de conseguir resultados similares a los de la columna de pared divisoria.

5 La comparación de consumo de energía, configuraciones de equipo y condiciones de operación entre los Ejemplos 3 y 5 se muestra en la Tabla 6.

Tabla 6. Comparación de condiciones de operación, configuraciones de equipo y consumos de energía para los Ejemplos 3 y 5.

		Ej. 3	Ej. 5	
			Columna 1	Columna 2
Presión	mm de Hg (kPa)	5 (0,67)	5 (0,67)	5 (0,67)
Número de etapas		12	6	12
Relación de reflujo	mol/mol	6,22	0,75	18,87
Carga térmica del condensador	Btu/hr, kJ/hr	-6346, -6695,03	-798, -841,89	-5483, -5784,56
Carga térmica del vaporizador	Btu/hr, kJ/hr	6776, 7148,68	1249, 1317,69	5449, 5748,69
Velocidad de formación de producto	lb/hr (kg/hr)	36,6 (16,6)	38,08 (17,3)	35,1 (15,9)
Energía de refrigeración por unidad de peso de producto	Btu/lb, kJ/lb (Btu/kg, kJ/kg)	-174, -183,57 (-382, -403,01)		-179, -188,84 (-345, -363,97)
Energía de calentamiento por unidad de peso de producto	Btu/lb, kJ/lb (Btu/kg, kJ/kg)	185, 195,17 (408, 430,44)		191, 201,50 (343, 361,86)
(1 Btu es equivalente a 1,055 kJ.)				

10 Los datos de la tabla indican un consumo de energía muy similar entre las dos configuraciones. Una ventaja de la columna de pared divisoria es el menor coste de capital del equipo. Por otra parte, se puede implementar una sección de pasteurización en un tren de destilación convencional existente.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para la producción de benzoato de 2-butoxietilo, comprendiendo el procedimiento: (a) poner en contacto ácido benzoico y 2-butoxietanol en condiciones de reacción para producir un producto no purificado que comprende benzoato de 2-butoxietilo e impurezas; (b) alimentar al menos una parte del producto no purificado a una columna de destilación que comprende una pared divisoria o una sección de pasteurización; separar una corriente de cabeza y una corriente de fondos de la columna de destilación, y separar una corriente de extracción lateral de la columna de destilación; en donde, en el caso en que esté presente una pared divisoria, el producto no purificado entra en la columna de destilación de pared divisoria en un lado de la pared divisoria opuesto a la corriente de extracción lateral.
- 5 2. El procedimiento de la reivindicación 1 en donde una de las impurezas es butanal.
3. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones precedentes en donde la corriente de extracción lateral comprende benzoato de 2-butoxietilo y menos de 5 partes por millón (ppm) de butanal.
4. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones precedentes en donde la corriente de extracción lateral comprende más de 99,0% en peso de benzoato de 2-butoxietilo.
- 15 5. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones precedentes en donde la puesta en contacto de la etapa (a) se lleva a cabo en presencia de un catalizador ácido.
6. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones precedentes en donde la columna de destilación comprende una pared divisoria.
7. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 en donde la columna de destilación comprende una sección de pasteurización.
- 20 8. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones precedentes en donde un agente de arrastre está presente en el producto no purificado.
9. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones precedentes en donde el agente de arrastre se separa sustancialmente del producto no purificado en un separador opcional.
- 25 10. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones precedentes en donde la corriente de extracción lateral comprende benzoato de 2-butoxietilo y menos de 1 parte por millón (ppm) de butanal.

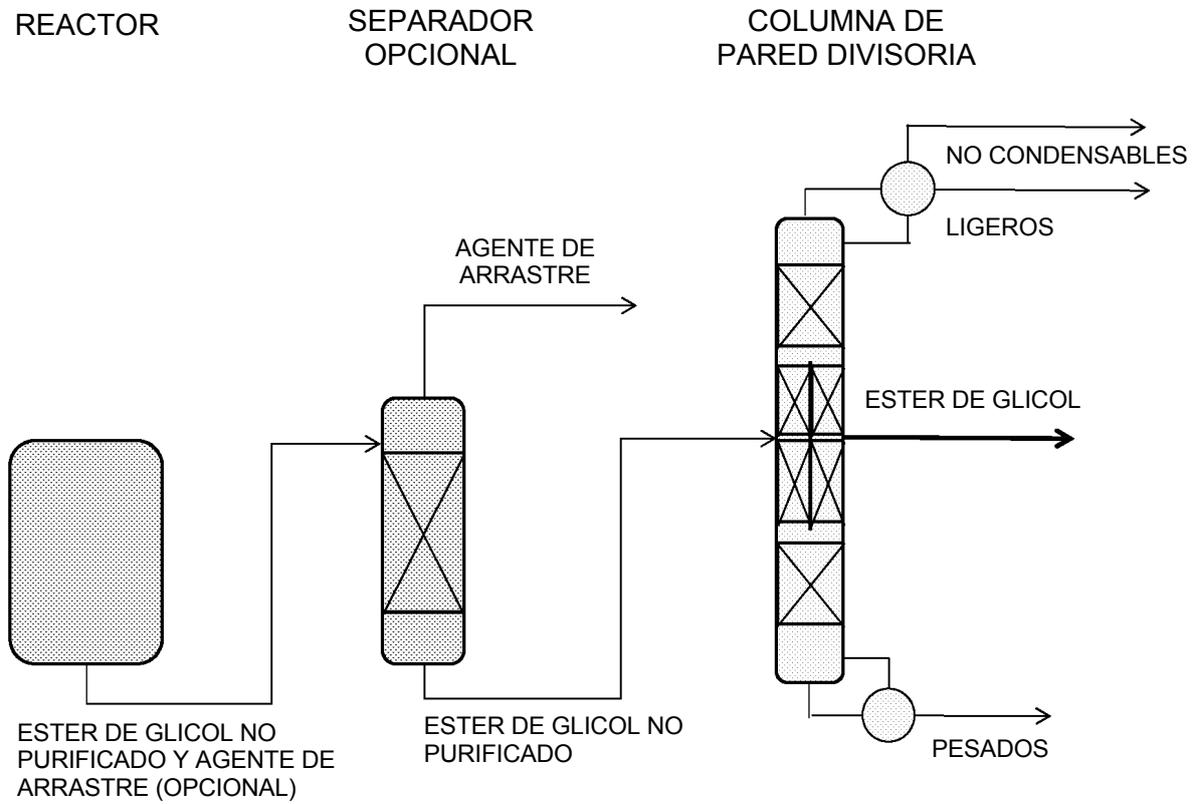


Figura 1. Esquema de Procedimiento de Destilación Usando Columna de Pared Divisoria.

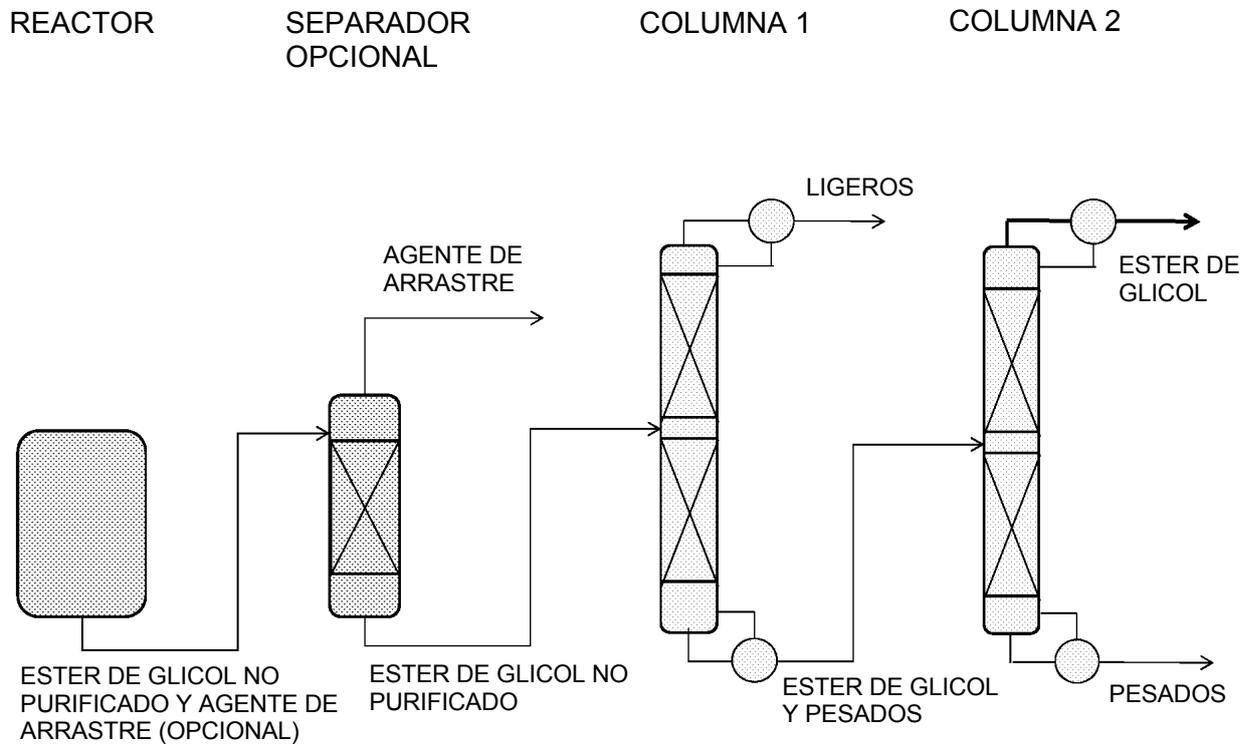


Figura 2. Esquema de Procedimiento de Destilación Convencional

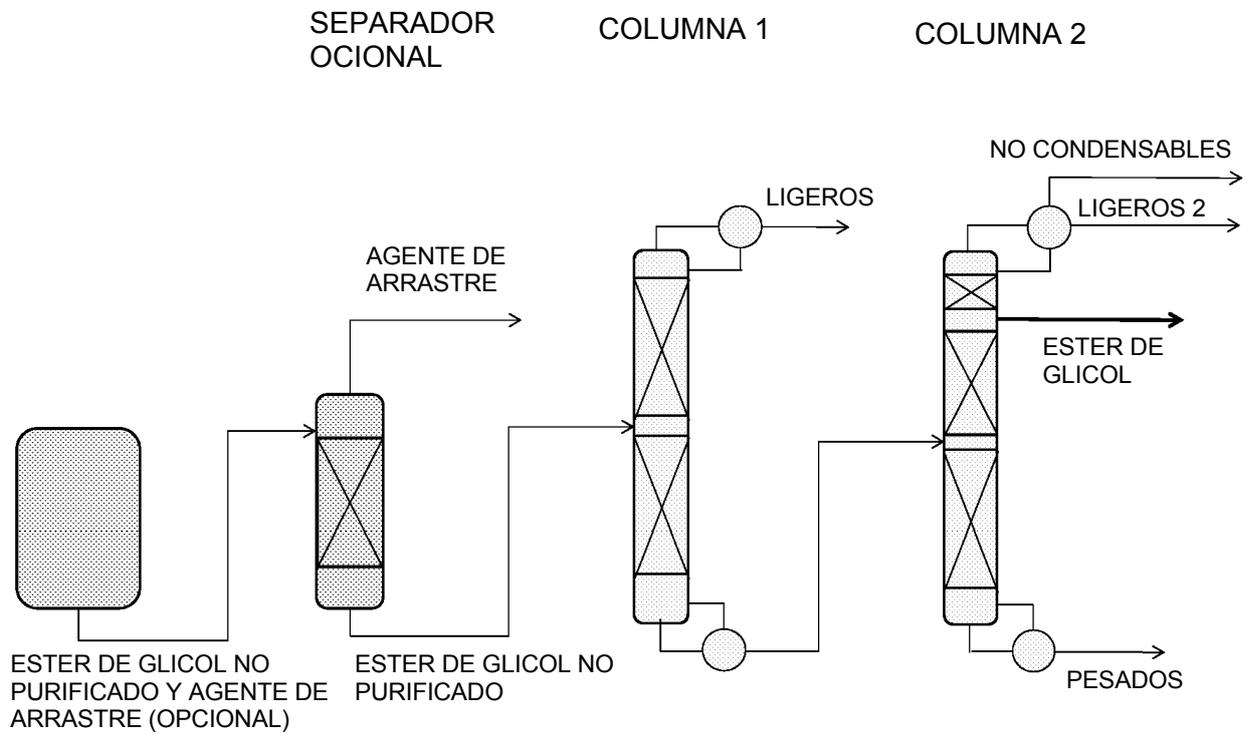


Figura 3. Esquema de Procedimiento de Destilación con una Sección de Pasteurización