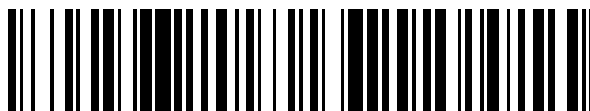


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 635 716**

51 Int. Cl.:

<b>C07C 29/74</b>	(2006.01)
<b>C07C 33/02</b>	(2006.01)
<b>C07C 41/36</b>	(2006.01)
<b>C07C 33/025</b>	(2006.01)
<b>C07C 33/03</b>	(2006.01)
<b>C07C 33/035</b>	(2006.01)
<b>C07C 43/15</b>	(2006.01)
<b>C07C 43/16</b>	(2006.01)
<b>B01D 15/02</b>	(2006.01)
<b>C07C 29/76</b>	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.04.2006 PCT/US2006/015659**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **02.11.2006 WO06116419**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2006 E 06751390 (3)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.05.2017 EP 1874717**

54 Título: **Procedimiento para separar los isómeros E y Z de un alcohol de alqueno y derivados de los mismos**

30 Prioridad:  
**27.04.2005 US 115359**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**04.10.2017**

73 Titular/es:  
**CALGON CARBON CORPORATION (50.0%)  
P.O. BOX 717 400 CALGON CARBON DRIVE  
PITTSBURGH, PENNSYLVANIA 15230, US y  
INNOVAROMA SA (50.0%)**

72 Inventor/es:  
**CHIANG, CHEN-CHOU y  
SHABTAI, ELAD**

74 Agente/Representante:  
**POLO FLORES, Carlos**

**Observaciones :**

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 635 716 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 separar los isómeros E y Z de un alcohol de alqueno y derivados de los mismos

## 5 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la invención

La presente invención es un proceso sustancialmente continuo para separar los isómeros E y Z de un alcohol de alqueno seleccionado del grupo que consiste en los isómeros E y/o Z de 2-butenoles, 2-pentenoles, 2-hexenoles, 3-hexenoles, 2-heptenoles, 3-heptenoles, derivados ésteres, éteres y acetales de los mismos y mezclas de los mismos. Un copolímero de estireno-divinilbenceno macroporoso con grupos de ácido sulfónico o de sal de ácido sulfónico que se ha sometido a un intercambio iónico con iones de plata se pone en contacto con una corriente de alimentación que comprende una mezcla de los isómeros E y Z del alcohol de alqueno seleccionado del grupo que consiste en los isómeros E y/o Z de 2-butenoles, 2-pentenoles, 2-hexenoles, 3-hexenoles, 2-heptenoles, 3-heptenoles, derivados ésteres, éteres y acetales de los mismos y mezclas de los mismos así como otros componentes de un modo no discontinuo o sustancialmente continuo, enriqueciéndose de ese modo la corriente de producto resultante en el isómero E o bien Z.

## 20 Análisis de los antecedentes

Los procedimientos sintéticos para preparar compuestos insaturados que pueden existir en la forma isomérica E y Z normalmente proporcionan una mezcla de ambos isómeros, pero muy a menudo sólo uno de estos isómeros es valioso desde el punto de vista comercial. Es por tanto deseable separar las mezclas de los isómeros E y Z en escalas útiles desde el punto de vista comercial, y de una manera que sea compatible con otros procesos.

Se han usado diferentes procedimientos para separar las mezclas de los isómeros E y Z. Por ejemplo, los isómeros E y Z se han separado mediante cristalización fraccionada, precipitación, destilación fraccionada, extracción por solventes, procedimientos de adsorción, destilación extractiva y transformación química. Estos procedimientos aprovechan las diferencias en las propiedades de cristalización, solubilidad, punto de ebullición, volatilidad, reactividad y afinidad y adsorción de los isómeros. Sin embargo, la diferencia entre estas propiedades en los isómeros E y Z a menudo es relativamente pequeña, haciéndose tales separaciones difíciles y caras

Procesos como la destilación fraccionada y/o la destilación extractiva consumen mucha energía, y por tanto pueden ser caros. Ya que los puntos de ebullición de los isómeros E y Z a menudo son bastante similares, los procesos de destilación a menudo son ineficaces, o proporcionan corrientes de producto en las que la pureza del isómero deseado es baja. Asimismo ciertos isómeros pueden tener un punto de ebullición muy elevado o pueden descomponerse o volverse inestables en estado de destilación. Según esto, los procesos de adsorción como la cromatografía han estado recibiendo más atención recientemente puesto que tienen el potencial de ofrecer una mayor pureza y una mayor eficacia (también se pueden operar en estados más leves) en comparación con otros procedimientos de separación.

Se han usado una variedad de procedimientos para separar los isómeros E y Z. Por ejemplo, el documento U.S.-4.433.195 describe un proceso para separar olefinas cis- y trans- no polares (por ejemplo, mezclas de buteno Z y E; es decir 2-buteno cis y trans, respectivamente) usando un adsorbente de silicalita (la silicalita es una forma organofílica de sílice). La separación se puede llevar a cabo en una única columna, o bien usando sistemas de flujo de lecho móvil en contracorriente o de lecho móvil simulado.

De manera similar, el documento U.S.-3.600.453 también describe separaciones cromatográficas de tipo discontinuo de olefinas cis- y trans- con una fase estacionaria de zeolitas X o Y intercambiadas con diversos cationes (es decir, cobre, plata, oro, zinc, cadmio, y mercurio). En este proceso, uno de los isómeros se liga selectivamente a la zeolita sometida a un intercambio iónico, y periódicamente se desorbe de la fase estacionaria interrumpiendo la corriente de alimentación que fluye hacia la columna, y después extrayendo el isómero ligado selectivamente de la columna.

Otros varios trabajadores han descrito procedimientos de separar ésteres insaturados cis- y trans- mediante procedimientos cromatográficos de tipo discontinuo convencionales usando una fase estacionaria "cargada" de plata. Por ejemplo, Morris, Journal of Lipid Research, vol. 7, (1966) páginas 717-732, describe la separación de mezclas de ciclodecenoles cis- y trans- y ésteres de ácidos grasos insaturados cis- y trans- en una columna de gel de sílice impregnado con una fase estacionaria de nitrato de plata acuoso. Houx y col., Journal of Chromatography, vol. 129, (1976) páginas 456-459, describe la separación de ésteres insaturados mediante HPLC usando sílice

- recubierto de nitrato de plata. Heath y col., Journal of Chromatographic Science, vol. 15 (1977), páginas 10-13 describe la separación cromatográfica de acetato de 9-tetradecenol E y Z usando sílice recubierto de nitrato de plata. Lam y col., Journal of Chromatographic Science, vol. 15, (1977), páginas 234-238 describen la separación de ésteres de p-bromofenacilo cis- y trans- de ácidos grasos insaturados en una fase estacionaria de silicato de alúmina
- 5 cargado de plata o una resina de intercambio iónico sometida a un intercambio de iones de plata. Nikolova-Damyanova y col., Journal of Chromatography, 609, (1992), páginas 133-140 describen la separación cromatográfica de ésteres grasos insaturados cis- y trans- usando una fase estacionaria de sílice recubierto de nitrato de plata. Emken y col., Journal of the American Oil Chemist's Society, Mayo 1964, vol. 41, núm. 5, páginas 388-390, describe la separación cromatográfica de ésteres grasos cis- y trans- usando una resina de intercambio
- 10 iónico "saturado" de plata. Procedimientos de separación adicionales se dan a conocer en Adlof y col., Journal Of Chromatography A, vol. 799 (1998), núm. 1-2, páginas 329-332, Nikolova-Damyanova y col., Journal Of Chromatography A, vol. 693 (1995), núm. 2, páginas 235-239, el documento US5676826, el documento US4443231 y Emken y col., Journal Of The American Oil Chemists' Society, vol. 55, núm. 7, 1978, páginas 561 - 563.
- 15 De ese modo, las separaciones de los isómeros E y Z de compuestos insaturados que tienen grupos funcionales polares, por ejemplo, alcoholes de alqueno o ésteres, sólo se han llevado a cabo usando procedimientos cromatográficos de tipo discontinuo convencionales. Sin embargo, tales procedimientos cromatográficos tienen una productividad y pureza insuficientes para el uso comercial. Adicionalmente, consumen más eluyente y generan productos con una menor concentración. Ya que se ejecutan en un modo "discontinuo", más que un modo continuo
- 20 o semicontinuo, tales procedimientos también son más caros y complejos de operar en comparación con un proceso continuo.

#### RESUMEN DE LA INVENCION

- 25 Mezclas de los isómeros E y Z de al menos un alcohol de alqueno seleccionado del grupo que consiste en los isómeros E y/o Z de 2-butenoles, 2-pentenoles, 2-hexenoles, 3-hexenoles, 2-heptenoles, 3-heptenoles y/o derivados ésteres, éteres y acetales de los mismos y mezclas de los mismos se pueden separar de forma eficaz, en un rendimiento, concentración, y pureza útiles desde el punto de vista comercial, mediante un proceso sustancialmente continuo en el que una corriente de alimentación que comprende una mezcla de los isómeros E y Z de al menos un
- 30 alcohol de alqueno seleccionado del grupo que consiste en los isómeros E y Z de 2-butenoles, 2-pentenoles, 2-hexenoles, 3-hexenoles, 2-heptenoles, 3-heptenoles, derivados ésteres, éteres y acetales de los mismos y mezclas de los mismos, y opcionalmente otros componentes, se pone en contacto con un medio de intercambio iónico que se ha sometido a un intercambio iónico con plata según el proceso de separación de la reivindicación 1. De ese modo se producen corrientes de producto separadas enriquecidas en, respectivamente, el isómero E o Z.

#### 35 BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

- Se obtendrá fácilmente una apreciación más completa de la invención y muchas de las ventajas concomitantes de la misma ya que la misma se entiende mejor por la referencia a la siguiente descripción detallada cuando se considera
- 40 en conexión con el dibujo adjunto, en el que:

La Figura es un diagrama esquemático de una forma de realización preferida del proceso de la presente invención.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

- 45 De ese modo, en una primera forma de realización del proceso de la presente invención, un copolímero de estireno-divinilbenceno macroporoso con grupos de ácido sulfónico o de sal de ácido sulfónico que se ha sometido a un intercambio iónico con iones de plata se pone en contacto de forma sustancialmente continua con una corriente de alimentación que comprende una mezcla de los isómeros E y Z de al menos un alcohol de alqueno seleccionado del
- 50 grupo que consiste en los isómeros E y/o Z de 2-butenoles, 2-pentenoles, 2-hexenoles, 3-hexenoles, 2-heptenoles, 3-heptenoles, derivados ésteres, éteres y acetales de los mismos y mezclas de los mismos. Una o más corriente(s) de producto que tienen una mayor pureza isomérica de uno de los isómeros E o Z del alcohol de alqueno seleccionado del grupo que consiste en los isómeros E y/o Z de 2-butenoles, 2-pentenoles, 2-hexenoles, 3-hexenoles, 2-heptenoles, 3-heptenoles, derivados ésteres, éteres y acetales de los mismos y mezclas de los
- 55 mismos, en comparación con la pureza isomérica de los isómeros en la corriente de alimentación se retiran entonces.

- Por "de forma sustancialmente continua" o "sustancialmente continuo" se quiere decir que un medio de intercambio iónico que se ha sometido a un intercambiado iónico con iones de plata y/o de cobre se pone en contacto con una
- 60 corriente de alimentación que comprende una mezcla de los isómeros E y Z, sin que se le detenga completamente el

flujo de corriente de alimentación al medio de intercambio iónico durante un periodo de tiempo significativo. En otras palabras, en el proceso sustancialmente continuo de la presente invención la tasa de flujo del flujo de corriente de alimentación puede permanecer constante o variar mientras se lleva a cabo la separación, o incluso detenerse momentáneamente (por ejemplo, durante el tiempo requerido para redirigir el flujo de alimentación usando una o más válvulas). Sin embargo, el proceso sustancialmente continuo de la presente invención difiere del de los procesos cromatográficos de tipo discontinuo convencionales en cuanto a que en los procesos cromatográficos de tipo discontinuo, la corriente de alimentación fluye sólo de forma intermitente, y se detiene periódicamente durante periodos de tiempo significativos para que el isómero retenido en la fase estacionaria de la columna de cromatografía se eluya o se extraiga. Ejemplos de los procesos sustancialmente continuos de la presente invención incluyen, sin limitarse a ello, procedimientos de contacto sólido/líquido continuos, procedimientos de flujo de lecho móvil simulado en contracorriente, sistemas de lecho móvil en contracorriente, etc. El proceso sustancialmente continuo de la presente invención proporciona de ese modo una productividad significativamente mayor en comparación con los procesos cromatográficos de tipo discontinuo convencionales puesto que el flujo de alimentación no necesita detenerse mientras los componentes retenidos de la separación se extraen de la fase estacionaria. Además, a diferencia de los procedimientos cromatográficos convencionales, el proceso sustancialmente continuo de la presente invención se puede integrar fácilmente con los procesos continuos aguas abajo y aguas arriba.

El proceso sustancialmente continuo de la presente invención puede incluir por ejemplo, un proceso continuo llevado a cabo en un contactor multicolumna continuo que comprende una pluralidad de columnas que se montan y rotan alrededor de un eje central. Las columnas contienen una resina de intercambio iónico de copolímero de estireno-divinilbenceno macroporoso con grupos de ácido sulfónico o de sal de ácido sulfónico. Se suministra líquido (por ejemplo, un flujo de alimentación que comprende la mezcla de los isómeros E y Z de un alcohol de alqueno o derivado de alcohol de alqueno) individualmente a la parte superior de las columnas a través de conductos conectados con un ensamblaje de válvulas. De manera similar, los conductos conectan el extremo inferior de cada columna con un ensamblaje de válvulas similar. De forma alternativa, todos los conductos se pueden conectar a un único ensamblaje de válvula que controle todos los flujos de líquido hacia dentro y hacia fuera de las columnas. Los ensamblajes de válvula incluyen placas móviles con ranuras que tapan y destapan los orificios de entrada a medida que la placa rota con el carrusel. Al variarse el tamaño de las ranuras en la placa y la ubicación de las ranuras, el flujo procedente de los conductos de suministro hacia la columna y el flujo procedente de la columna hacia los conductos de evacuación se pueden controlar de una manera predeterminada. El tiempo durante el cual el líquido fluye hacia dentro y hacia fuera de los contenedores puede ser una función de la velocidad de rotación de las columnas alrededor del eje central, o una función de la velocidad del accionamiento de las válvulas, si las válvulas se accionan con independencia de la rotación de las columnas. Un flujo a contracorriente de una fase de sorbente sólido (por ejemplo, un medio de intercambio iónico) y una fase líquida se proporciona por la rotación de las columnas y el accionamiento de las válvulas. Las columnas pueden rotar a través de diversas zonas, como una zona de adsorción, una zona de lavado, una zona de regeneración, etc. para efectuar una separación continua. En general, tales procesos se describen por ejemplo, en las Patentes de los Estados Unidos números 6.431.202, 5.676.826 y 4.808.317, aunque no en relación con la separación que se realiza por la presente invención.

El medio adsorbente del proceso de la presente invención es una resina de intercambio iónico de copolímero de estireno-divinilbenceno macroporoso con grupos de ácido sulfónico o de sal de ácido sulfónico que se ha sometido a un intercambio iónico con plata. El medio de intercambio iónico es una resina de intercambio iónico de copolímero de estireno-divinilbenceno macroporoso, reticulada o no reticulada con grupos de ácido sulfónico o de sal de ácido sulfónico. Por ejemplo, el medio de intercambio iónico orgánico puede incluir resinas de intercambio iónico convencionales como copolímeros de estireno-divinil benceno de tipo macroporoso sustituidos con grupos de ácido sulfónico, vendidos bajo los nombres comerciales LEWATIT (Bayer), DOWEX (Dow Chemical), IONEX y AMBERLITE (Rohm and Haas), DIAION y RELITE ((Mitsubishi Chemical)), y diversas resinas de intercambio vendidas por Purolite. Sin embargo, se puede usar una resina que sea insoluble en la corriente de alimentación, y que sea capaz de someterse a un intercambio iónico con iones de plata o de cobre. Las resinas de intercambio iónico orgánicas preferidas pueden incluir copolímeros de estireno-divinilbenceno macroporosos ácidos como LEWATIT SP 112 (Bayer), DOWEX MSC-1 (Dow Chemical), IONEX FTB4 (Rohm and Haas), PCR-145K (Purolite). Más preferiblemente, las resinas de intercambio iónico usadas en la presente invención tienen tamaños de partícula en el intervalo de 100µm a 700µm.

La cantidad de iones de plata con la que se intercambian los medios de intercambio iónico se puede incluir dentro del intervalo de desde 1-100% (en base a la cantidad total de iones presentes en la resina de intercambio iónico), preferiblemente desde 5-95%, más preferiblemente desde 5-85%, aún más preferiblemente desde 5-35%, incluso más preferiblemente desde 5-30%, incluso aún más preferiblemente desde 10-25% lo más preferiblemente desde 10-20%.

El adsorbente del proceso de la presente invención se puede someter a un intercambio iónico poniendo en contacto el medio de intercambio iónico con una solución de iones de plata disueltos en un solvente adecuado, durante un periodo de tiempo adecuado. Los solventes adecuados son los solventes que solvatan los iones de plata, y son capaces de humedecer el medio de intercambio iónico. Por ejemplo, solventes adecuados pueden incluir agua o alcoholes, o mezclas de los mismos. El solvente preferido es agua.

El proceso de intercambio iónico se puede llevar a cabo como un proceso discontinuo, por ejemplo, simplemente poniendo en remojo el medio de intercambio iónico en una solución del ión de plata durante un periodo de tiempo adecuado, después decantando el exceso de solución iónica, seguido, si es necesario, del lavado del medio de intercambio iónico para retirar cualquier exceso de iones que no estén ligados iónicamente al medio de intercambio iónico. De forma alternativa, el intercambio iónico se puede llevar a cabo in situ; es decir, en el aparato en el que se va a llevar a cabo la separación. Por ejemplo, el medio de intercambio iónico se puede cargar en las columnas de un sistema de flujo de lecho móvil en contracorriente simulado, después se permite a una solución de los iones de plata fluir a través de las columnas hasta que se haya producido un nivel apropiado de intercambio iónico. Las columnas se pueden enjuagar entonces con un solvente adecuado para retirar los iones que no estén ligados iónicamente al medio de intercambio iónico. Un proceso adecuado para preparar el medio se describe en la Solicitud de patente de los Estados Unidos núm. de serie 10/411.900, presentada el 11 de abril de 2003.

La corriente de alimentación del proceso de la presente invención comprende una mezcla de los isómeros E y Z de al menos un alcohol de alqueno seleccionado del grupo que consiste en los isómeros E y/o Z de 2-butenoles, 2-pentenoles, 2-hexenoles, 3-hexenoles, 2-heptenoles, 3-heptenoles, derivados ésteres, éteres y acetales de los mismos y mezclas de los mismos. Por alcohol de alqueno, se quiere decir un compuesto orgánico que tiene al menos un grupo de enlace doble carbono-carbono, y al menos un grupo hidróxilo. El alcohol de alqueno incluye 2-butenoles, 2-pentenoles, metil-2-butenol, 2-hexenoles, 3-hexenoles, metil-2-pentenol, 2-heptenoles, 3-heptenoles. Los derivados del alcohol de alqueno incluyen compuestos como éteres, ésteres, acetales, que se pueden preparar a partir de alcoholes de alqueno. Por ejemplo, los derivados éteres de los alcoholes de alqueno pueden incluir éteres capaces de ser preparados haciendo reaccionar un alcohol de alqueno con otro alcohol de alqueno, o capaces de ser preparados haciendo reaccionar un alcohol de alqueno con un alcohol que no sea un alcohol de alqueno. Los derivados ésteres de los alcoholes de alqueno pueden incluir ésteres que sean capaces de ser preparados haciendo reaccionar un alcohol de alqueno con un ácido carboxílico (u otro tipo de ácido, como los ácidos sulfónico o fosfónico), o sean capaces de ser preparados haciendo reaccionar un alcohol con un alcohol de alqueno que se haya oxidado al ácido carboxílico correspondiente. Los derivados acetales de los alcoholes de alqueno pueden incluir acetales que sean capaces de ser preparados haciendo reaccionar una cetona con al menos un alcohol de alqueno.

La corriente de alimentación puede incluir opcionalmente al menos un solvente en el que se disuelva la mezcla. Solventes adecuados incluyen aquellos en los que la mezcla de isómeros es soluble. Por ejemplo, el solvente puede incluir solventes polares próticos como agua, metanol, etanol, propanol y butanol así como glicol, hidrocarburos alifáticos o aromáticos o éteres de petróleo, pentano, hexano, hexanos, tolueno, benceno, xilenos, etc., solventes de éter como dietil éter, tetrahidrofurano y DME, solventes de éster como acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de propilo, acetato de butilo, solventes orgánicos polares apróticos, como NMP, DMSO, DMF y solventes orgánicos como acetona o metiletil cetona.

Además de la mezcla de los isómeros E y Z, la corriente de alimentación también puede incluir otros isómeros constitucionales del alcohol de alqueno, como isómeros en los que el enlace doble carbono-carbono se ubique en otras posiciones dentro de la molécula. Por ejemplo, la corriente de alimentación puede comprender mezclas de los isómeros E y Z de los diversos isómeros heptenol, o una mezcla de los isómeros E y Z de hexenol, como 3-hexeno-1-ol, 2-hexeno-1-ol, 4-hexeno-1-ol. Además, la corriente de alimentación puede contener otros contaminantes o impurezas solubles, como alcoholes saturados u otros compuestos relacionados. Una ventaja del presente proceso es la capacidad de retirar también estos contaminantes y/o impurezas de los isómeros E y Z del alqueno o derivado del alqueno.

Habiéndose descrito en términos generales esta invención, se puede obtener un mayor entendimiento por la referencia a ciertos ejemplos específicos que se proporcionan en esta solicitud sólo con fines de ilustración.

#### EJEMPLO

Una unidad separadora cromatográfica continua de 1/8" (unidad CSEP comercialmente disponible de Calgon Carbon Corporation) se usó conteniendo un conjunto de 10 columnas que se adhirieron a una plataforma de rotación y una

válvula rotativa central. La válvula rotativa proporcionaba 10 orificios fijos que aceptaban las corrientes del proceso de entrada y de salida. La ubicación relativa de las corrientes de entrada y de salida y la interconectividad de las columnas se muestran en la Figura. Las columnas rotaban de forma gradual a través de cada posición de orificio en un intervalo de tiempo específico llamado tiempo de conmutación.

5 Las columnas tenían un diámetro de 1,1 cm y una longitud de 100 cm. Cada columna contenía 95 ml de resina PCR-145K cargada de plata. La resina tenía un diámetro de aproximadamente 300 µm y fue preparada (sometida a un intercambio de iones de plata) in situ en la misma unidad CSEP para contener ión de plata al 13,6% en peso en una base de resina seca. Toda la unidad se contuvo en un recinto mantenido a una temperatura constante de 40°C.

10 Una mezcla de heptenoles E/Z (Corriente de alimentación **S1**) se alimentó de manera continua al orificio **6** a una tasa de 0,215 ml/min. Una corriente de recirculación (**S5**) se sacó del orificio **10** a una tasa de 4,53 ml/min. Esta corriente de recirculación se combinó entonces con una corriente de metanol (**S4**) para formar la corriente de elución que se alimentó al orificio **1** a una tasa de 11,02 ml/min. La corriente de producto E (**S7**) se sacó del orificio **8** a una  
 15 tasa de 1,09 ml/min y la corriente de producto Z (**S3**) se sacó del orificio **2** a una tasa de 3,85 ml/min. Una corriente de purga (**S2**) que se puede usar para purgar otras impurezas de la corriente de alimentación se sacó del orificio **9** a una tasa de 1,59 ml/min. Las columnas se rotaron con un tiempo de conmutación de 12 minutos. Se informó de los resultados de la recuperación de heptenoles E/Z en cada corriente y su pureza en la Tabla 1.

20 La pureza se calculó como:

$$\text{Pureza de heptenol E (\%)} = \left( \frac{\text{concentración de heptenol E}}{\text{concentración de heptenol E} + \text{concentración de heptenol Z}} \right) * 100\%$$

25 
$$\text{Pureza de heptenol Z (\%)} = \left( \frac{\text{concentración de heptenol Z}}{\text{concentración de heptenol E} + \text{concentración de heptenol Z}} \right) * 100\%$$

La recuperación se calculó como

30 
$$\text{Recuperación de heptenol E} = \left( \frac{\text{heptenol E en una corriente}}{\text{heptenol E en corriente de producto E} + \text{heptenol E en corriente de producto Z} + \text{heptenol E en corriente de producto de purga}} \right) * 100\%$$

$$\text{Heptenol E en una corriente} = \text{concentración de heptenol E} * \text{tasa de flujo}$$

35 
$$\text{Recuperación de heptenol Z} = \left( \frac{\text{heptenol Z en una corriente}}{\text{heptenol Z en corriente de producto E} + \text{heptenol Z en corriente de producto Z} + \text{heptenol Z en corriente de producto de purga}} \right) * 100\%$$

$$\text{Heptenol Z en una corriente} = \text{concentración de heptenol Z} * \text{tasa de flujo}$$

40 Tabla 1: Pureza de heptenol E y Z y recuperación en cada corriente

Corrientes	Pureza de heptenol E (%)	Pureza de heptenol Z (%)	Recuperación de heptenol E (%)	Recuperación de heptenol Z (%)
Corriente de alimentación	76,0	24,0		
Corriente de producto E	87,3	12,7	97,0	45,0
Corriente de producto Z	0,6	99,4		55,0
Corriente de purga	99,7	0,3	3,0	

Los resultados en la Tabla 1 muestran claramente la separación de los heptenoles E/Z en la corriente de alimentación en dos corrientes de producto (corrientes de producto E y Z) mediante este proceso continuo. En  
 45 comparación con la corriente de alimentación, la corriente de producto E tenía una mayor pureza de heptenol E y la corriente de producto Z tenía una mayor pureza de heptenol Z. Los resultados también demostraron la recuperación de isómero heptenol Z de pureza muy elevada con un buen rendimiento de recuperación.

**REIVINDICACIONES**

1. Un proceso de separación que comprende:
- 5 poner en contacto de forma sustancialmente continua una resina de intercambio iónico que se somete a un intercambio iónico con iones de plata con una corriente de alimentación que comprende los isómeros E y Z de al menos un alcohol de alqueno seleccionado del grupo que consiste en los isómeros E y/o Z de 2-butenoles, 2-pentenoles, 2-hexenoles, 3-hexenoles, 2-heptenoles, 3-heptenoles, derivados ésteres, éteres, y acetales de los mismos y mezclas de los mismos, y, opcionalmente, uno o más contaminantes o impurezas, en el que la resina de  
10 intercambio iónico es un copolímero de estireno-divinilbenceno macroporoso con grupos de ácido sulfónico o de sal de ácido sulfónico;
- retirar al menos una corriente de producto que tiene una mayor pureza isométrica del isómero E o Z de al menos un alcohol de alqueno o derivado éster, éter, y acetal del alcohol de alqueno, con relación a la pureza isomérica del  
15 isómero E o Z del alcohol de alqueno o derivado del alcohol de alqueno en la corriente de alimentación.
2. El proceso de separación de la reivindicación 1, en el que dicho contacto de forma sustancialmente continua se lleva a cabo en un contactor sólido/líquido continuo o en un sistema de flujo de lecho móvil en contracorriente simulado.
- 20
3. El proceso de separación de la reivindicación 1, en el que la resina de intercambio iónico tiene un tamaño de partícula de 100 a 700 µm.
4. El proceso de separación de la reivindicación 1, en el que dicho al menos un alcohol de alqueno se  
25 selecciona del grupo que consiste en los isómeros E y/o Z de 3-hexeno-1-ol, 2-hexeno-1-ol, 4-hexeno-1-ol, derivados ésteres, éteres y acetales de los mismos y mezclas de los mismos.
5. El proceso de separación de la reivindicación 1, en el que la corriente de producto comprende al menos el 98,5% en peso de Z-3-hexen-1-ol.
- 30
6. El proceso de separación de la reivindicación 5, en el que la corriente de producto comprende a lo sumo el 1,0% en peso de E-3-hexen-1-ol.
7. El proceso de separación de la reivindicación 1, en el que la corriente de alimentación comprende  
35 además al menos un solvente seleccionado del grupo que consiste en alcoholes, hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos, solventes de éter, solventes de éster, y solventes orgánicos polares apróticos.
8. El proceso de separación de la reivindicación 7, en el que dicho al menos un solvente es al menos un solvente seleccionado del grupo que consiste en metanol, etanol, propanol, butanol, glicoles, éteres de petróleo,  
40 pentano, hexano, hexanos, tolueno, benceno, xilenos, dietil éter, tetrahidrofurano, DME, acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de propilo, acetato de butilo, NMP, DMSO, DMF, acetona, MEK, agua y mezclas de los mismos.
9. El proceso de separación de la reivindicación 8, en el que dicho al menos un solvente es metanol.
- 45
10. El proceso de separación de la reivindicación 1, en el que dicho uno o más contaminantes o impurezas están presentes en dicha corriente de alimentación y dicho isómero E o Z también se separa de dicho uno o más contaminantes o impurezas.
11. El proceso de separación de la reivindicación 10, en el que dicho uno o más contaminantes o  
50 impurezas son alcoholes saturados.
12. El proceso de separación de la reivindicación 11, en el que dichos alcoholes saturados tienen un número de carbonos idéntico a dicho isómero E o Z.
- 55
13. El proceso de separación de la reivindicación 1, en el que los derivados son los isómeros E y Z de al menos un éster de los alcoholes de alqueno.

FIGURA

