



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 305 442**

51 Int. Cl.:
C07D 301/32 (2006.01)
C07D 301/19 (2006.01)
C07D 303/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03705069 .7**
86 Fecha de presentación : **12.02.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1484326**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **08.12.2004**

54 Título: **Un método para recuperar óxido de propileno.**

30 Prioridad: **15.02.2002 JP 2002-38198**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.11.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.11.2008

73 Titular/es: **Sumitomo Chemical Company, Limited**
27-1, Shinkawa 2-chome
Chuo-ku, Tokyo 104-8260, JP

72 Inventor/es: **Tsuji, Junpei y**
Katao, Masaaki

74 Agente: **Ungría López, Javier**

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

Un método para recuperar óxido de propileno.

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un método para recuperar óxido de propileno. Más en particular, la presente invención se refiere a un método para recuperar óxido de propileno que es extremadamente ventajoso desde el punto de vista industrial en particular, con el que se puede recuperar óxido de propileno en un alto rendimiento desde una mezcla de reacción líquida obtenida, y con el que se pueden controlar problemas como son la disminución del rendimiento y la corrosión en la etapa de purificación de óxido de propileno a un nivel mínimo.

Antecedentes de la invención

Se conoce un método para obtener óxido de propileno por oxidación de óxido de propileno utilizando hidroperóxido de cumeno como vehículo de oxígeno por WO 01/05778 y US 5319114 o similares, se describe. En este método, dado que se produce alcohol cumílico simultáneamente con el óxido de propileno, se puede utilizar repetidamente hidrogenándolo para convertirlo en cumeno y retornarlo a hidroperóxido de cumeno por oxidación del cumeno.

20 Descripción de la invención

Uno de los objetos de la presente invención consiste en proporcionar un método para recuperar óxido de propileno, que es extremadamente ventajoso desde el punto de vista industrial en particular, con el que se puede recuperar óxido de propileno en un alto rendimiento desde una mezcla de reacción líquida obtenida y con el que se pueden controlar problemas como son la disminución del rendimiento y la corrosión en la etapa de purificación de óxido de propileno a un nivel mínimo.

En concreto, la presente invención se refiere a un método para recuperar óxido de propileno, que comprende la separación de óxido de propileno desde una mezcla líquida que contiene óxido de propileno, cumeno y alcohol cumílico a través de destilación utilizando una columna de destilación, siendo la temperatura de colas de la columna de destilación 190°C o inferior y obteniéndose la mezcla líquida que contiene óxido de propileno, cumeno y alcohol cumílico por recuperación del propileno sin reaccionar desde la mezcla de reacción obtenida al someter a epoxidación el hidroperóxido de cumeno y propileno.

35 Mejor modo de realización de la invención

En la presente invención, se obtiene la mezcla líquida que contiene óxido de propileno, cumeno y alcohol cumílico sometiendo hidroperóxido de cumeno y propileno a epoxidación en presencia de un catalizador. Asimismo, preferiblemente, se lleva a cabo la epoxidación en presencia de un catalizador que contienen óxido de silicio con contenido en titanio desde el punto de vista de la obtención de óxido de propileno en un alto rendimiento y una alta selectividad. Estos catalizadores se denominan preferiblemente catalizadores de titanio-sílice que contienen titanio químicamente unido a óxido de silicio. Por ejemplo, se pueden enumerar un catalizador preparado soportando un compuesto de titanio sobre un vehículo de sílice, un catalizador preparado por combinación de un compuesto de titanio con óxido de silicio a través de un método de co-precipitación o un método con sol de sílice, un compuesto de zeolita que contiene titanio o similares.

El hidroperóxido de cumeno utilizado como materia prima para la epoxidación se obtiene normalmente por auto-oxidación utilizando un gas con contenido en oxígeno como aire, aire concentrado con oxígeno o similares, y puede consistir en un material purificado denso o diluido, o un material no purificado. El disolvente puede consistir en un disolvente compuesto de un material presente en la solución de hidroperóxido de cumeno utilizada. Sin embargo, es preferible, desde el punto de vista industrial, utilizar cumeno como disolvente sin añadir un disolvente en particular.

La temperatura de epoxidación es normalmente la comprendida entre 0 y 200°C, preferiblemente, entre 25 y 200°C. La presión es normalmente la comprendida entre 100 y 20000 kPa, aunque es preferible una presión comprendida entre 100 y 10000 kPa considerando la temperatura de reacción y la rentabilidad.

La epoxidación puede llevarse a cabo ventajosamente utilizando un catalizador en forma de suspensión espesa o lecho fijo. En el caso de una operación industrial a gran escala, preferiblemente se utiliza un lecho fijo.

La cantidad de propileno es normalmente de 1 a 20 veces más en moles, preferiblemente de 5 a 20 veces más en moles, la cantidad molar del hidroperóxido de cumeno reciente suministrado para epoxidación. Es efectivo para mantener un alto nivel de rendimiento de óxido de propileno utilizar una cantidad en exceso de propileno con respecto a hidroperóxido reciente. La cantidad en exceso de propileno que queda después de la epoxidación se recupera normalmente por destilación.

En la presente invención, se lleva a cabo la recuperación de óxido de propileno por destilación. La recuperación de óxido de propileno se lleva a cabo utilizando una mezcla líquida que contiene óxido de propileno, cumeno y alcohol

ES 2 305 442 T3

cumílico tras la recuperación del propileno sin recuperar, cuando se considera la energía requerida para la destilación. Aunque las condiciones de destilación varían dependiendo de la temperatura y la composición de la mezcla de reacción líquida suministrada, normalmente se ilustra una presión comprendida entre 0 y 1 MPa, preferiblemente de 0 a 0,1 MPa en términos de presión manométrica y una temperatura en la parte superior de la columna de 0° y 100°C. Como método de destilación, se ilustra un método de columna rellena utilizando una carga y un método de columna de placa empleando bandejas de tamiz o similares, siendo preferible el método de columna rellena desde el punto de vista del control de la diferencia de presión entre las colas y la parte superior de la columna hacia abajo, y la temperatura de colas hacia abajo. Preferiblemente, la columna de destilación es una columna cargada.

En la presente invención, se requiere para conseguir el objeto de la presente invención que la temperatura de colas de la columna de destilación sea 190°C o inferior, al mismo tiempo que se recupera óxido de propileno. Asimismo, no existe ningún límite inferior de la temperatura de colas en particular, aunque el límite inferior es preferiblemente aproximadamente 100°C. Preferiblemente, la temperatura de colas de la columna de destilación es de 100 a 190°C.

Dado que la concentración del alcohol cumilo llega a ser alta tras la separación del propileno sin reaccionar, la generación de agua causada por la deshidratación del alcohol cumílico llega a ser considerable cuando la temperatura de colas llega a ser superior a 190°C, por lo tanto, se hace necesaria una gran energía para la separación por destilación en una etapa de purificación de óxido de propileno como siguiente etapa. Por otra parte, el agua generada forma glicoles por reacción con óxido de propileno y disminuye el rendimiento de óxido de propileno.

En algunos casos, se detiene la corrosión de los materiales de una planta de purificación causada por la formación de agua condensada,

Ejemplo

La presente invención quedará ilustrada con mayor detalle con los ejemplos que se ofrecen a continuación.

Ejemplo 1

Se cargaron 40 gramos de una solución mixta compuesta de 5% en peso de alcohol cumílico y 95% en peso de cumeno como materia prima en un autoclave; a continuación se agitó y se calentó a 136°C durante 60 minutos. Se produjo α -metil estireno por deshidratación de alcohol cumílico. En la tabla 1 se ofrecen los resultados.

Ejemplo 2

Se llevó a cabo de la misma manera que en el ejemplo 1 a excepción de que la temperatura fue 155°C. El resultado se muestra en la tabla 1.

Ejemplo 3

Se llevó a cabo de la misma manera que en el ejemplo 1 a excepción de que la temperatura fue 184°C. El resultado se muestra en la tabla 1.

Ejemplo comparativo 1

Se llevó a cabo de la misma manera que en el ejemplo 1, a excepción de que la temperatura fue 194°C. El resultado se muestra en la tabla 1.

(Tabla pasa a página siguiente)

TABLA 1

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo comparativo 1
Temperatura calentado (°C)	136	155	184	194
Rendimiento α -metil estireno (%) *1	0,1	1,3	3,5	11,8

* 1: Rendimiento α -metil estireno (%) = [Cantidad de α -metil estireno producido (moles) / cantidad de alcohol cumílico en el material en bruto (moles)] x 100

Se llevaron a cabo estos ejemplos y el ejemplo comparativo utilizando la materia prima que se ha descrito anteriormente como líquido de colas, respectivamente, y se observó que cuando la temperatura de calentamiento llegó a 190°C o superior, la producción de α -metil estireno, es decir, la producción de agua fue considerable.

Ejemplo 4

Se cargaron 40 gramos de una solución mixta de cumeno que contenía 3% en peso de óxido de propileno y 24% en peso de alcohol cumílico en un autoclave, a continuación, se agitaron y se calentaron a 136°C durante 60 minutos. Se produjo α -metil estireno por deshidratación del alcohol cumílico. Asimismo, se produjo propilen glicol a través de la reacción de agua con óxido de propileno. En la tabla 2 se muestra el resultado.

Ejemplo 5

Se llevó a cabo de la misma manera que el ejemplo 4, a excepción de que la temperatura fue 155°C. En la tabla 2 se muestra el resultado.

Ejemplo 6

Se llevó a cabo de la misma manera que el ejemplo 4, a excepción de que la temperatura fue 174°C. El resultado se muestra en la tabla 2.

Ejemplo comparativo 2

Se llevó a cabo de la misma manera que el ejemplo 4, a excepción de que la temperatura fue 194°C. El resultado se muestra en la tabla 2

ES 2 305 442 T3

TABLA 2

	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo comparativo 2
Temperatura calent. (°C)	136	155	174	194
Rendimiento α -metil estireno (%)	0,01	0,02	0,07	0,04
Concentración propilen glicol (ppm en peso)*2	18	35	42	77

*2 : concentración de propilen glicol en la mezcla tras el calentamiento.

En cada uno de los ejemplos anteriores 4 a 6, y el ejemplo comparativo 2, se utilizó un liquido en el que se había añadido una pequeña cantidad de óxido de propileno al alcohol cumílico y cumeno y se observó que cuando la temperatura de calentamiento llegó a 190°C o superior, aumentaba la producción de α -metil estireno considerablemente, y también aumentaba propilen glicol junto con el aumento de α -metil estireno.

Aplicación industrial

Tal como se ha descrito, de acuerdo con la invención, se proporciona un método para recuperar óxido de propileno que es extremadamente ventajoso desde el punto de vista industrial en particular, con el que se puede recuperar óxido de propileno en un alto rendimiento desde una mezcla de reacción líquida obtenida y con el que se pueden controlar problemas como la disminución del rendimiento y la corrosión de la etapa de purificación de óxido de propileno a un nivel mínimo.

REIVINDICACIONES

1. Un método para recuperar óxido de propileno que comprende la separación de óxido de propileno desde una
mezcla líquida que contiene óxido de propileno, cumeno y alcohol cumílico a través de destilación empleando una
columna de destilación, siendo la temperatura de colas de la columna de destilación 190°C o inferior y obteniéndose
la mezcla líquida que contiene óxido de propileno, cumeno y alcohol cumílico por recuperación del propileno sin
reaccionar desde la mezcla de reacción obtenida al someter el hidróperóxido de cumeno y el propileno a epoxidación.

2. Un método según la reivindicación 1, en el que la temperatura de colas de la columna de destilación es de 100°C
a 190°C.

3. Un método según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que la columna de destilación es una columna
rellenada.