



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 300 771**

51 Int. Cl.:

**C07C 1/20** (2006.01)

**C07C 11/02** (2006.01)

**C07C 7/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **04731379 .6**

86 Fecha de presentación : **06.05.2004**

87 Número de publicación de la solicitud: **1641731**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **05.04.2006**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de 1-octeno a partir de una fracción craqueada de C<sub>4</sub>.**

30 Prioridad: **27.06.2003 DE 103 29 042**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.06.2008**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.06.2008**

73 Titular/es: **Evonik Oxeno GmbH**  
**Paul-Baumann-Strasse 1**  
**45772 Marl, DE**

72 Inventor/es: **Krissmann, Jörg;**  
**Röttger, Dirk;**  
**Borgmann, Cornelia;**  
**Kämper, Kerstin;**  
**Nierlich, Franz;**  
**Kaizik, Alfred;**  
**Knippenberg, Udo y**  
**Malzkorn, Rainer**

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

**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 preparación de 1-octeno a partir de una fracción craqueada de C<sub>4</sub>.

5 El invento se refiere a un procedimiento para la preparación del 1-octeno a partir de una fracción craqueada de C<sub>4</sub> por telomerización del 1,3-butadieno, contenido en la fracción craqueada de C<sub>4</sub>, con metanol en presencia de un catalizador, hidrogenación del telómero así obtenido, desdoblamiento del telómero hidrogenado y tratamiento del producto de desdoblamiento, así obtenido, para dar el 1-octeno puro.

10 El 1-octeno se emplea en grandes cantidades en la producción de diferentes productos químicos. Por ejemplo, a partir del 1-octeno se preparan sustancias con actividad superficial (tensioactivas), plastificantes, lubricantes y polímeros. Un gran sector de empleo es además la utilización como comonomero en polímeros, en particular en los de polietileno.

15 Casi todos los procedimientos usados comercialmente en el momento actual para la producción de 1-octeno, se basan en la materia prima eteno. El eteno es oligomerizado y se obtiene un espectro de productos de  $\alpha$ -olefinas como productos principales. En el caso de una elección adecuada del catalizador y de las condiciones del proceso, se puede optimizar la proporción de 1-octeno en el producto y entonces ésta se encuentra aproximadamente 25%. Junto con estos procedimientos, con los cuales se produce la cantidad principal del 1-octeno, ha conseguido una cierta importancia el aislamiento del 1-octeno a partir del espectro de productos de la reacción de Fischer-Tropsch.

25 En la bibliografía, junto a los procesos que se basan en el eteno, se conocen también unos procedimientos que emplean el 1,3-butadieno como materia prima. Sin embargo, el 1-octeno no es obtenible a partir de butadieno de un modo directo, por ejemplo a través de una dimerización, sino que se obtiene después de varias etapas de proceso. Así, el documento de solicitud de patente internacional WO 92/10450 describe un procedimiento, en el que el 1,3-butadieno se hace reaccionar preferiblemente con metanol o etanol para dar un éter de 2,7-octadienilo que, después de una hidrogenación para formar el éter de octilo, se desdobra para dar el 1-octeno. En el documento de solicitud de patente europea EP-A-0.440.995 se pasa por una vía análoga, pero la reacción se efectúa, en la primera etapa, con un ácido carboxílico. Es común a los procedimientos la primera etapa del proceso, que se designa en general como telomerización. En el caso de la telomerización, se hace reaccionar en general un telógeno (en el documento EP-A-0.440.995 el ácido carboxílico) con un taxógeno (1,3-butadieno, 2 equivalentes) para dar un telómero.

35 Unas más recientes variantes de procedimiento se describen por ejemplo en los documentos de solicitudes de patentes alemanas DE 10.10.5751, DE 10.12.8144, DE 10.14.9348, DE 10.14.9347 y DE 10.22.9290.

40 Estos procedimientos utilizan las etapas antes mencionadas de la telomerización, la hidrogenación y el subsiguiente desdoblamiento, y junto al deseado producto buscado, 1-octeno, generan unos productos secundarios, que se tienen que separar a partir del producto buscado. Puesto que el 1-octeno se utiliza frecuentemente como comonomero, es deseable la preparación de un 1-octeno muy puro. El presente invento resuelve este problema.

45 Como explicación del problema de separación, no trivial, la siguiente Tabla 1 muestra la composición típica de un producto de desdoblamiento obtenido de acuerdo con los procedimientos antes mencionados; la Fig. 1 muestra los correspondientes puntos de ebullición. Se puede observar ahora con facilidad que, mediante una sencilla destilación del producto de desdoblamiento, no es posible una separación del 1-octeno en los grados de pureza deseados.

50 (Tabla pasa a página siguiente)

55

60

65

# ES 2 300 771 T3

TABLA 1

*Composición dada a modo de ejemplo de un producto de desdoblamiento*

| Componente                | Proporción % en peso |
|---------------------------|----------------------|
| Dimetil-éter              | 5,90                 |
| Metanol                   | 1,50                 |
| Agua                      | 2,30                 |
| Hidrocarburos de C1-C7    | 0,02                 |
| 1-Octeno                  | 33,90                |
| 2-Octenos                 | 1,70                 |
| 3/4-Octenos               | 0,63                 |
| 1-Octanol                 | 2,76                 |
| 2-Octanol                 | 0,26                 |
| 2-Octanona                | 0,15                 |
| Otros hidrocarburos de C8 | 0,24                 |
| Hidrocarburos de C9       | 1,36                 |
| Hidrocarburos de >C9      | 0,53                 |
| 1-Metoxi-octano           | 46,00                |
| Diocetil-éter             | 1,70                 |
| El resto                  | 1,05                 |

Se encontró ahora, de un modo sorprendente, que a pesar de esta composición compleja, es posible la preparación de 1-octeno a partir de una fracción craqueada de C<sub>4</sub> en una suficiente pureza, mediante un procedimiento especial de destilación, eventualmente con un lavado con agua, realizado antes.

Es objeto del presente invento, por lo tanto, un procedimiento para la preparación de 1-octeno por

- reacción catalítica de una corriente que contiene el butadieno, con metanol mediando obtención de una corriente que contiene por lo menos el 1-metoxi-2,7-octadieno,
- hidrogenación catalítica de la corriente que contiene el 1-metoxi-2,7-octadieno para dar una corriente que contiene por lo menos el 1-metoxi-octano,
- desdoblamiento catalítico mediante una parte del 1-metoxi-octano para dar un producto de desdoblamiento, que contiene por lo menos agua y el 1-octeno,

caracterizado porque

- el producto de desdoblamiento procedente de c) se separa por destilación en una fracción de productos de bajo punto de ebullición en forma de vapor, que contiene por lo menos el 1-octeno y agua, y en una fracción líquida de productos de alto punto de ebullición, que contiene por lo menos el 1-octeno y el 1-metoxi-octano,
- la fracción de productos de bajo punto de ebullición se condensa total o parcialmente, y se separa en una fase acuosa y una fase no polar, que contiene el 1-octeno,
- la fase no polar procedente de e) se devuelve a la etapa d), y
- la fracción de productos de alto punto de ebullición procedente de d) se separa en una fracción que contiene el 1-octeno y en una fracción que contiene el 1-metoxi-octano.

Las etapas a) hasta c) del procedimiento conforme al invento no se diferencian del estado de la técnica y se pueden consultar p.ej. en los documentos de patentes antes mencionados, en particular en los documentos DE 10.10.5751, DE 10.12.8144, DE 10.14.9348, DE 10.14.9347 y DE 10.22.9290. A estos procedimientos se hace aquí expresamente referencia.

En la etapa a) del procedimiento conforme al invento, que comprende la telomerización, se pueden emplear unas corrientes que contienen el butadieno, p.ej. las denominadas corrientes de fracciones craqueadas de C<sub>4</sub>. Unas típi-

cas concentraciones del butadieno en estas corrientes están situadas entre 20 y 70% de 1,3-butadieno. Los demás componentes, n-butano, iso-butano, 1-buteno, 2-buteno e iso-buteno, no perturban, o no perturban esencialmente, a la reacción en la etapa de telomerización. Otros dienos, tales como p.ej. alenos, o acetilenos, en particular el vinil-acetileno, se eliminan sin embargo ventajosamente por destilación, extracción o hidrogenación selectiva.

Como catalizadores preferidos para la telomerización se emplean catalizadores de níquel, rodio, paladio o platino, por ejemplo los formados con ligandos fosforados tales como fosfinas (p.ej. trifenil-fosfina), fosfitos (p.ej. fosfito de trimetilo), fosfonitos o fosfinitos (p.ej. difenil-fenoxi-fosfina). Se prefiere el empleo de estos catalizadores con ligandos del tipo de carbenos. La utilización de una base, tal como p.ej. hidróxidos metálicos, alcoholatos, fenolatos, o de un disolvente, tal como p.ej. hidrocarburos alifáticos inertes, en esta etapa del procedimiento, es opcional.

La reacción de telomerización se lleva a cabo de manera preferida entre 10°C y 200°C, y a una presión de reacción de 1 a 300 bares.

Como telógeno se utiliza en el procedimiento conforme al invento exclusivamente metanol, pudiéndose emplear por cada mol de metanol entre 0,1 moles y 4 moles de 1,3-butadieno.

El 1-metoxi-2,7-octadieno, obtenido después de la etapa a), se hidrogena en la etapa b).

La hidrogenación puede efectuarse como una hidrogenación en fase líquida y/o en fase gaseosa, o como una combinación de estas técnicas, y ella puede efectuarse en una o varias etapas, tal como por ejemplo en una hidrogenación preliminar y en una hidrogenación final.

La hidrogenación se puede llevar a cabo en un régimen continuo o discontinuo. Como reactores se pueden emplear los clásicos conocidos para hidrogenaciones, por ejemplo reactores con lecho de escurrimiento (en inglés trickle). El calor de reacción, resultante durante esta reacción, se evacua de acuerdo con procedimientos conocidos, por ejemplo mediante refrigerantes internos o externos. Concretamente, esto puede significar el empleo de reactores con haces de tubos, dedos de refrigeración o trampas de refrigeración, serpentines o placas de refrigeración, o la refrigeración de una corriente de retorno (reactores con circuito, reciclamiento).

La hidrogenación se lleva a cabo de un modo catalizado. En tal caso se pueden emplear catalizadores tanto homogéneos como también heterogéneos. Por ejemplo, el catalizador puede contener por lo menos un elemento de los grupos 8° - 10° del sistema periódico de los elementos. Opcionalmente se pueden emplear otros metales de transición como catalizadores para esta hidrogenación, en particular cobre y/o cromo, y/o con por lo menos un metal adicional de los grupos 8° - 10° del sistema periódico de los elementos.

En el caso de catalizadores heterogéneos, los metales arriba mencionados pueden haber sido modificados con otros metales o con agentes moderadores. Así, por ejemplo, con frecuencia los catalizadores heterogéneos de paladio se modifican frecuentemente mediante la adición de azufre o de monóxido de carbono, en cuanto a su actividad y su selectividad. A los catalizadores de cobre se les añade con frecuencia una cierta proporción de cromo.

El empleo de catalizadores soportados es por regla general ventajoso, puesto que se necesitan menores cantidades de metal(es) y mediante la condición o naturaleza del soporte se puede influir adicionalmente sobre las propiedades del catalizador. Como materiales de soporte se han acreditado, por ejemplo, carbón activo, óxido de aluminio, dióxido de silicio, óxido de silicio y aluminio, carbonato de bario, sulfato de bario y tierra de infusorios (Kieselgur).

Las hidrogenaciones se llevan a cabo a unas temperaturas de 0 a 400°C, de manera preferida de 20 a 200°C. La presión es en tales casos de 0,01 a 300 bares, de manera preferida de 0,1 a 125 bares, de manera especialmente preferida de 1 a 64 bares.

La hidrogenación del 1-metoxi-2,7-octadieno para dar el 1-metoxi-octano en la fase líquida, independientemente de que se catalice de un modo homogéneo o heterogéneo, se puede efectuar sin o en la presencia de otros componentes adicionales. Como otros componentes adicionales entran en consideración en tales casos productos de partida (eductos) y productos secundarios todavía no separados procedentes de la etapa a) y disolventes eventualmente añadidos. Los productos de partida todavía presentes de la etapa a) pueden ser, por ejemplo, metanol o hidrocarburos de C<sub>4</sub>, unos típicos productos secundarios de la reacción de telomerización son 3-metoxi-1,7-octadieno, 1,3,7-octatrieno, 1,7-octadieno, 1,6-octadieno y vinil-ciclohexeno.

Ciertos componentes de la etapa a), que están presentes en la hidrogenación, se hidrogenan eventualmente incluso total o parcialmente. Así, en el caso de una hidrogenación completa, por ejemplo a partir del 3-metoxi-1,7-octadieno, se obtiene el 3-metoxi-octano, a partir del 1,3,7-octatrieno, del 1,7-octadieno y del 1,6-octadieno se obtiene en cada caso un octano, a partir del vinil-ciclohexeno se obtiene el etil-ciclohexano, a partir del 1,3-butadieno y de los n-butenos se obtiene el butano.

Ejemplos de disolventes, que se pueden añadir adicionalmente en la hidrogenación, son hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos y aromáticos (octano, etil-ciclohexano), alcoholes (metanol) y éteres (dimetil-éter, metil-octil-éter, 3-metoxi-octano). Los disolventes pasan a emplearse a solas o en forma de mezclas de diferentes disolventes. De manera preferida, la hidrogenación se lleva a cabo sin la adición de disolventes adicionales.

## ES 2 300 771 T3

En el caso de las hidrogenaciones en la fase gaseosa, junto a hidrógeno y al sustrato pueden estar presentes todavía otros gases. Por ejemplo, pueden estar presentes nitrógeno y/o argón, pero también se pueden añadir, o ya pueden estar presentes en el gas de hidrogenación, unos alcanos que son gaseosos en las condiciones de hidrogenación, tales como por ejemplo metano, propano o butano.

5

La hidrogenación en la etapa b) del procedimiento conforme al invento se puede efectuar en un régimen continuo, semicontinuo o discontinuo (por tandas). Se prefiere la realización continua del procedimiento.

De manera preferida, en la etapa b) del procedimiento conforme al invento se pretende un grado de conversión lo más completo que sea posible del 1-metoxi-2,7-octadieno. El grado de conversión está situado preferiblemente en más de 98%, en particular en más de 99,5%.

En una forma preferida de realización del procedimiento conforme al invento, la hidrogenación se lleva a cabo en la fase líquida en presencia de un catalizador heterogéneo de paladio sobre un soporte, que tiene preferiblemente de 0,01 a 5 tantos por ciento en peso (% en peso) de paladio. La presión es en tales casos, de manera preferida, de 1 a 64 bares y la temperatura es de 10 a 140°C. La hidrogenación se efectúa en dos etapas, pudiendo ser hechas funcionar las dos etapas opcionalmente con una devolución de productos.

Como material en bruto (materia prima) para la etapa c) del procedimiento conforme al invento se emplea preferiblemente un 1-metoxi-octano con alta pureza. De manera preferida el contenido de 1-metoxi-octano está situado en > 99% en peso. Para alcanzar este grado de pureza es conveniente separar otros componentes. Esto puede efectuarse, por ejemplo, por destilación después de la hidrogenación, antes de la hidrogenación o tanto antes como después de la hidrogenación, en el proceso. Los hidrocarburos de C<sub>4</sub> contenidos en la fracción de descarga desde la telomerización, etapa a), se separan de manera preferida antes de la hidrogenación. Otros componentes, tales como metanol, hidrocarburos de C<sub>8</sub> o 3-metoxi-1,7-octadieno, pueden ser eliminados antes o después (por regla general entonces en una forma saturada) de la hidrogenación.

En una forma preferida de realización del procedimiento conforme al invento, la etapa a) comprende una etapa k) del procedimiento, en la cual después de la reacción catalítica se separan por destilación los hidrocarburos de C<sub>4</sub>. La corriente restante, que tiene un cierto contenido de hidrocarburos de C<sub>4</sub> menor que 5% en peso, se conduce a la etapa b). En el caso de esta separación se elimina también una parte del metanol contenido en la corriente como un azeótropo con los hidrocarburos de C<sub>4</sub> (en una proporción de aproximadamente 3 a 6% en peso de metanol en la corriente de C<sub>4</sub>). La mezcla que queda atrás, contiene principalmente el 1-metoxi-2,7-octadieno y metanol, en la suma con una proporción de > 80% en peso. Son componentes secundarios, junto a cantidades restantes de hidrocarburos de C<sub>4</sub> eventualmente presentes, principalmente 3-metoxi-1,7-octadieno, 1,3,7-octatrieno, 1,7-octadieno, 1,6-octadieno y vinil-ciclohexeno. Esta mezcla es aportada a una hidrogenación de acuerdo con la etapa b), en la cual, junto a la hidrogenación del 1-metoxi-2,7-octadieno para dar el 1-metoxi-octano, se hacen reaccionar también los componentes secundarios para formar 3-metoxi-octano, n-octano, etil-ciclohexano y eventualmente etil-ciclohexeno.

La fracción (corriente) de descarga de la hidrogenación de acuerdo con la etapa b) se puede purificar a continuación, en un modo de realización preferido, en una etapa l) del procedimiento, por destilación, separándose una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene metanol, 3-metoxi-octano e hidrocarburos de C<sub>8</sub>, en particular n-octano, etil-ciclohexano y etil-ciclohexeno. Si en la fracción de afluencia en la hidrogenación estaban contenidos hidrocarburos de C<sub>4</sub>, también éstos son hidrogenados y resultan, en común con la fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, eventualmente como una corriente de gases de salida, en la cabeza (parte superior) de la columna de destilación. Junto a la fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, se obtiene una fracción de compuestos de alto punto de ebullición, que contiene 1-metoxi-octano, la cual se conduce a la etapa c).

La ventaja, en el caso de este tratamiento, se encuentra, entre otras, en el hecho de que mediante la hidrogenación se disminuye el número de los componentes que aparecen como productos secundarios, lo cual simplifica a un tratamiento ulterior de esta corriente de sustancias.

La fracción de hidrocarburos de C<sub>4</sub>, obtenida al realizar la separación de los hidrocarburos de C<sub>4</sub> de acuerdo con la etapa k) del procedimiento, que puede tener una cierta proporción de metanol de aproximadamente 3 a 6%, se puede aportar de manera preferida a una hidrogenación selectiva, etapa m) del procedimiento, en la que los restos de 1,3-butadieno se convierten químicamente en 1-buteno y 2-butenos. Tales hidrogenaciones constituyen estado de la técnica. De manera preferida, la hidrogenación se lleva a cabo en la fase líquida en presencia de catalizadores heterogéneos de paladio sobre soportes.

La fracción de descarga de esta hidrogenación (etapa m) del procedimiento) se puede aportar entonces, por ejemplo, a una eterificación, en la que el metanol se hace reaccionar con el isobuteno contenido en la corriente de C<sub>4</sub> para formar el metil-terc.-butil-éter. También esta reacción se efectúa de acuerdo con procedimientos conocidos en el estado de la técnica, la mayor parte de las veces mediando una catálisis con intercambiadores de iones. Para una conversión completa del isobuteno se tiene que añadir eventualmente de modo adicional metanol.

Como una alternativa, la fracción de descarga de la hidrogenación (etapa m) del procedimiento), para la eliminación del metanol, se puede lavar con agua en una etapa n) del procedimiento. En tal caso se obtienen una fase orgánica en lo esencial exenta de metanol, que corresponde a un material refinado I usual en el comercio, y una fase acuosa.

## ES 2 300 771 T3

La fase acuosa, que contiene metanol, se trata preferiblemente por destilación para dar metanol y agua, el agua se devuelve a la extracción (etapa n) del procedimiento), y el metanol se devuelve total o parcialmente a la etapa a) del procedimiento conforme al invento. Para la preparación de este material refinado I, también se pueden efectuar en primer lugar la extracción (etapa n) del procedimiento) con agua y a continuación una hidrogenación selectiva (etapa m) del procedimiento) de los dienos de la corriente de C<sub>4</sub>.

El material refinado I se puede tratar ulteriormente de un modo correspondiente a los procedimientos conocidos, por ejemplo para la preparación de alcohol terc.-butilico, diisobuteno (o isooctano), metil-terc.-butil-éter, 1-butenos o dímeros y oligómeros de C<sub>4</sub>, tal como se describen p.ej. en los documentos DE 101.02.082, DE 25.38.036, DE 39.14.817, DE 103.02.457 o DE 103.06.214.

En la etapa c) de procedimiento, el 1-metoxi-octano así obtenido es desdoblado en presencia de un catalizador para formar metanol y 1-octeno. Como productos secundarios pueden resultar en tales casos también el dimetil-éter (DME) y agua.

La reacción de desdoblamiento se lleva a cabo en presencia de catalizadores heterogéneos. Se prefieren catalizadores tales como óxido de aluminio, ácido silícico, silicatos, catalizadores de carácter básico, ácidos silícicos que contienen aluminio, tierra arcillosa o zeolitas. Como catalizadores de carácter básico pasan a emplearse de manera preferida los catalizadores, que se describen en la solicitud de patente alemana con el número de solicitud DE 102.57.499. La reacción de desdoblamiento se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 100 y 800°C, de manera preferida entre 150 y 600°C, de manera especialmente preferida entre 250 y 500°C. La presión empleada en este caso es de 0,05 a 300 bares, de manera preferida de 1 a 25 bares, de manera especialmente preferida de 1 a 5 bares.

El producto de desdoblamiento, obtenido de acuerdo con las etapas a) hasta c), se puede tratar ulteriormente en diferentes variantes del procedimiento. En el caso más sencillo, el producto de desdoblamiento procedente de c) se puede separar directamente por destilación en una fracción en forma de vapor de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene por lo menos el 1-octeno y agua, y en una fracción líquida de compuestos de alto punto de ebullición, que contiene por lo menos el 1-octeno y el 1-metoxi-octano (etapa d) del procedimiento).

Puesto que, con frecuencia, en el producto de desdoblamiento están contenidos el DME y agua, sin embargo, de manera preferida, se separa por destilación desde el producto de desdoblamiento en primer lugar una parte, preferiblemente la mayor parte del DME. Esto puede efectuarse en una etapa d1), realizándose que el producto de desdoblamiento procedente de c) es separado por destilación en una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene por lo menos el DME, y en una fracción de compuestos de alto punto de ebullición, y la fracción de compuestos de alto punto de ebullición se conduce a la etapa d). Si la fracción de compuestos de alto punto de ebullición procedente de d1) contiene metanol, entonces puede ser ventajoso lavar a ésta con agua, obteniéndose después de una separación de fases (p.ej. en un aparato separador de fases), una corriente acuosa que contiene metanol y una corriente no polar, y siendo conducida la corriente no polar a la etapa d).

En otro modo de realización distinto del procedimiento conforme al invento, el producto de desdoblamiento procedente de la etapa c), que contiene metanol, se lava primeramente en una etapa de procedimiento d2) con agua, p.ej. mediante un decantador o mediante una extracción en contracorriente mediando obtención de una corriente acuosa que contiene metanol y de una corriente no polar. La corriente no polar se puede conducir entonces total o parcialmente a la etapa d). Con esta etapa del procedimiento se separa ampliamente el metanol que ha resultado al realizar el desdoblamiento. La extracción se lleva a cabo de manera preferida a una temperatura de 10 a 75°C y con una relación de masas, entre la corriente que se ha de purificar y el agua, de 1 : 10 a 10 : 1.

Si la corriente no polar procedente de la etapa d2) del procedimiento contiene también todavía DME, entonces éste puede ser separado por destilación en una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene por lo menos DME, y en una fracción de compuestos de alto punto de ebullición, realizándose que la fracción de compuestos de alto punto de ebullición es conducida a la etapa d). La separación por destilación se puede efectuar p.ej. por transferencia de la corriente no polar a la etapa d1). Si no se pasa por ninguna etapa d1), en la parte de cabeza de la columna de la etapa d) se puede retirar el DME, de manera preferida como una corriente gaseosa de gases de salida (hay sólo parcialmente una condensación de la fracción de compuestos de bajo punto de ebullición en forma de vapor).

Las etapas d), d1) y d2) pueden estar conmutadas de tal manera que las corrientes, o corrientes parciales de éstas, recorran eventualmente múltiples veces todas las etapas o una parte de ellas. De esta manera, se puede conseguir una separación especialmente buena del DME y del metanol.

El dimetil-éter (DME) separado en las etapas d), d1) o d2), se puede emplear por ejemplo como gas de calefacción (aprovechamiento térmico), como materia prima para procesos químicos (por ejemplo, síntesis de olefinas) o en celdas o pilas de combustible, o como un gas propulsor o carburante gaseoso. Según sea la finalidad de utilización, son diferentes los requisitos establecidos en cuanto a la pureza del DME. En una forma preferida de realización de la etapa d1), el DME se obtiene en una pureza > 99%, en especial > 99,9%, de modo muy especial > 99,99%, y se emplea como carburante gaseoso.

## ES 2 300 771 T3

Las etapas de separación d), e), f) se llevan a cabo de manera preferida en una columna de destilación, que se hace funcionar a una presión de 0,5 a 10, de manera preferida a una presión de 2 a 4 bares, en un condensador de cabeza con una temperatura de funcionamiento de aproximadamente 15 a 75°C y en un recipiente para separación de fases (decantador).

En la etapa e), los compuestos de bajo punto de ebullición, obtenidos en la etapa d), se condensan total o parcialmente en el condensador de cabezas, la fase líquida se transfiere al decantador y se separa en el decantador en una fase polar y una fase no polar. Opcionalmente, en el caso de la condensación resulta una fase gaseosa (p.ej. de DME), que es retirada (en el caso de la condensación parcial). Si el condensado no es bifásico (de dos fases), entonces es conveniente la adición de una cantidad correspondiente de agua en la etapa de destilación d) o en el decantador.

La fase orgánica (no polar) del decantador se devuelve totalmente a la columna, mientras que la fase acuosa se utiliza ulteriormente en otro sitio.

Mediante este procedimiento se evitan pérdidas del 1-octeno, que en caso contrario resultarían a partir de la formación del azeótropo mínimo a base de agua y del 1-octeno.

Como compuestos de alto punto de ebullición de la destilación en la etapa d), se obtiene una mezcla, que contiene los isómeros de octenos, el 1-metoxi-octano y, en menores cantidades, componentes secundarios tales como 1-octanol, hidrocarburos de C<sub>9</sub>+ (hidrocarburos con un número igual o mayor que 9 átomos de carbono).

Esta mezcla se separa de acuerdo con la etapa g) del procedimiento conforme al invento, en una fracción que contiene el 1-octeno y en una fracción que contiene el 1-metoxi-octano. Esta destilación se lleva a cabo a 50 hasta 250°C y a una presión de 0,1 a 5 bares.

La corriente de 1-octeno, obtenida de esta manera, puede contener además todavía otros isómeros de octenos y nonenos y ya es suficiente para muchas aplicaciones. La concentración de 1-octeno en esta corriente es de 80 a 98% en peso.

Si se debe de preparar el 1-octeno con una pureza superior a 90% en peso, entonces, de manera conveniente en una etapa h) del procedimiento, la fracción que contiene 1-octeno procedente de g) se separa en una fracción que contiene por lo menos el 1-octeno, y en una fracción, que contiene por lo menos olefinas de C<sub>8</sub> y/o de C<sub>9</sub>. La separación de los indeseados isómeros de octenos, o respectivamente de los nonenos, se efectúa de manera preferida a una temperatura comprendida entre 50 y 250°C y a una presión de 0,1 a 5 bares. El producto buscado, 1-octeno, es obtenido en este contexto como un producto de cabezas en una pureza de > 90% en masa, de manera preferida > 95% en peso, de manera especialmente preferida de 98,5% en peso. Los hidrocarburos de C<sub>8</sub> y C<sub>9</sub> separados como producto de colas, se pueden emplear p.ej. como materiales en bruto en la preparación de alcoholes plastificantes.

El 1-metoxi-octano que no se ha convertido en el proceso c) de desdoblamiento, resulta junto con otros compuestos de alto punto de ebullición, en la destilación de acuerdo con la etapa g) del procedimiento, como un producto de colas. Esta corriente de sustancias se devuelve preferiblemente al desdoblamiento catalítico c), realizándose que los mencionados compuestos de alto punto de ebullición, por ejemplo el dioctil-éter y otros hidrocarburos, se pueden hacer salir, de la manera más sencilla, mediante una pequeña corriente parcial. Opcionalmente, es posible separar la fracción que contiene el 1-metoxi-octano, procedente de g), en una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene por lo menos el 1-metoxi-octano, y en una fracción de compuestos de alto punto de ebullición, que contiene por lo menos el dioctil-éter (etapa i) del procedimiento). Esta destilación se lleva a cabo de manera preferida a una temperatura de 100 a 300°C y a una presión de 0,1 a 2,5 bares. El 1-metoxi-octano así obtenido tiene una pureza de 90 a 100% en peso y se devuelve de manera conveniente a la reacción de desdoblamiento c). La fracción de compuestos de alto punto de ebullición, que contiene el dioctil-éter, procedente de la etapa i), se puede aportar a un aprovechamiento térmico o a otro aprovechamiento, por ejemplo la preparación de un gas de síntesis.

Si en el caso del procedimiento conforme al invento se obtienen unas corrientes acuosas, que contienen metanol, tal como se pueden obtener p.ej. en las etapas d1), d2), e) y n) del procedimiento, p.ej. por extracción, entonces puede ser ventajoso que éstas sean tratadas en una etapa o) del procedimiento, de manera tal que se separen el metanol y/o el agua. El metanol se puede devolver total o parcialmente a la telomerización de la etapa a). Un procedimiento preferido para la separación es la separación por destilación. Si, junto a la fase de agua y metanol, se presentase todavía una segunda fase orgánica, ésta se separa preferiblemente antes de la destilación, y la fase acuosa se separa por destilación en una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene metanol, y en una fracción de compuestos de alto punto de ebullición, que contiene agua.

El tratamiento de las corrientes acuosas, que contienen metanol, tal como se obtienen p.ej. a partir de la etapa d2), se puede efectuar también en común con otras corrientes del proceso. Como otras corrientes son apropiadas en tal caso, en particular, la fase acuosa procedente de la etapa e), la fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene metanol, procedente de la etapa i) del procedimiento y la fase acuosa que contiene metanol, procedente de la etapa n) del procedimiento.

## ES 2 300 771 T3

Es especialmente ventajoso tratar las corrientes de tal manera, que se obtenga solamente una mezcla de metanol y agua, que se somete a tratamiento de nuevo en una unidad central para dar metanol y agua. El agua se puede devolver entonces a las extracciones presentes en el procedimiento conforme al invento y el metanol se puede devolver a la etapa a) del procedimiento conforme al invento. Ejemplos del tratamiento en común de corrientes que contienen metanol, se discuten en los casos de las variantes de procedimiento que se exponen seguidamente.

Una variante de procedimiento se debe explicar a continuación con ayuda de la Figura 2: La corriente (1) designa al producto de desdoblamiento, que se obtiene a partir de la etapa c) del procedimiento, y que típicamente tiene la composición indicada de la Tabla 1. En la etapa de lavado (2) (etapa d2) del procedimiento) el producto de desdoblamiento se separa por lavado con agua (3), mediando obtención de una solución acuosa (4). La corriente de sustancias no polares (5) se separa a continuación en la columna de destilación (6) (etapa d) del procedimiento) en una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición (7) que se compone ampliamente de DME, agua y octenos, y en la fracción de compuestos de alto punto de ebullición (13) que contiene la mayor parte del 1-octeno, compuestos de alto punto de ebullición y 1-metoxi-octano. La fracción de compuestos de bajo punto de ebullición (7) es separada, después de una condensación parcial (8) dejando salir a una corriente gaseosa (9) (de DME) en el decantador (10), en una fase orgánica ligera (11), que se devuelve a la columna de destilación (6) (etapa f) del procedimiento), y en una fase acuosa pesada (12), que se hace salir (etapa e) del procedimiento). Eventualmente la corriente (12) se puede añadir total o parcialmente a la corriente (3) o a la corriente (4). La corriente (13) es separada, en otra columna de destilación (14), en el producto buscado, 1-octeno (15) y en una fracción (16) que contiene 1-metoxi-octano (etapa g) del procedimiento).

Es posible prescindir del lavado (2) mediando adición de agua (3), y en vez de esto emplear un decantador previo para la separación de una fase acuosa.

La Fig. 3 corresponde en lo esencial a la Fig. 2, pero ha sido completada por la purificación adicional del 1-octeno o respectivamente del 1-metoxi-octano que opcionalmente se ha de retornar. La fracción (15) que contiene 1-octeno, es separada en una columna de destilación (17) en el 1-octeno muy puro (19) y en una fracción de compuestos de alto punto de ebullición (18) (etapa h) de procedimiento), conteniendo la corriente (18) los indeseados isómeros de octenos tales como 2-octenos, 3 octenos y 4-octenos, así como los nonenos resultantes como producto secundario. La fracción (16) que contiene el 1-metoxi-octano es separada con el fin de evitar el enriquecimiento de productos secundarios de alto punto de ebullición, en una columna de destilación, en cuanto a 1-metoxi-octano (21) y en cuanto a la fracción de compuestos de alto punto de ebullición (22) (etapa i) del procedimiento). La corriente (21) se devuelve convenientemente a la reacción de desdoblamiento de acuerdo con la etapa c) del procedimiento.

En la Fig. 4, la corriente (5) procedente de la etapa d2) del procedimiento, se libera primeramente del DME (24) en la columna (23) (etapa d1) del procedimiento); los compuestos de alto punto de ebullición (25) se tratan ulteriormente o bien como en la Fig. 2 o como en la Fig. 3 (designados como corriente 5). La Fig. 4 describe por lo tanto una variante del procedimiento conforme al invento, en la que las etapas de procedimiento se llevan a cabo en el orden de sucesión d2), d1) y d).

La Fig. 5 muestra una variante adicional, en la que el DME (27) se elimina ya antes del lavado con agua (2) en una columna (26) (etapa d1) del procedimiento). La corriente de colas (28), resultante en la columna (26), se conduce al lavado con agua (2) (etapa d2) del procedimiento y a continuación se trata tal como se ha descrito en la Fig. 3. La Fig. 5 describe por lo tanto una variante del procedimiento, en la que las etapas del procedimiento se llevan a cabo en el orden de sucesión d1), d2) y d).

La Fig. 6 muestra una variante de la Fig. 5, ampliada por un tratamiento con una mezcla de agua y metanol (una forma posible de realización de la etapa o) del procedimiento), en la que la solución acuosa (4), que eventualmente se reúne con la corriente (12), es separada, en una columna adicional (29), en una fracción de colas (30), que principalmente contiene agua, y en una fracción de cabezas (31), que contiene metanol. La corriente (30) se puede devolver total o parcialmente en forma de agua a la etapa de lavado (2). La corriente (32) caracteriza a una corriente que se deja salir.

La Fig. 7 muestra una variante adicional de la Fig. 5, con una posible forma de realización adicional de la etapa o) del procedimiento, en la cual se trata asimismo una corriente que contiene metanol, procedente de la etapa l) del procedimiento. Una fracción de descarga de la hidrogenación (corriente 33), que junto al 1-metoxi-octano contiene además metanol, 3-metoxi-octano e hidrocarburos de C8, se separa, en una columna (34), en una fracción de colas (35), que contiene el 1-metoxi-octano, y en una fracción de cabezas, que principalmente contiene el metanol, el 3-metoxi-octano y los hidrocarburos de C8 (36) (etapa l) del procedimiento). La corriente (35) es aportada al desdoblamiento (37), a partir del cual se obtiene el producto de desdoblamiento (1). A partir de éste se elimina el DME (27) en la columna (26). La corriente de colas (28) que resulta en la columna (26) es separada, en (2), en una fase orgánica (5) y en una fase acuosa (4). En el caso de que sea necesario, se añade adicionalmente agua (3) (técnicamente, esto puede ser realizado, por ejemplo, en forma de un decantador, un mezclador-sedimentador [en inglés "mixer-settler"] o una columna de extracción). La fase orgánica (5) es tratada como se describe en la Fig. 3. La fase acuosa (4) es conducida, en común con la corriente (36) y eventualmente en común con la corriente (12) (no reproducida), a una extracción (39), a la que eventualmente se le aporta todavía adicionalmente agua (38). En la extracción (39) se obtienen una fase acuosa (40) y una fase orgánica (41). La fase acuosa (40), que contiene también la mayor parte del metanol, se



aporta a la columna (42), donde ella es separada en una fracción de colas (43), que principalmente contiene agua, y en una fracción de cabezas (44), que contiene metanol. La corriente (43) puede ser devuelta total o parcialmente en forma de agua a la etapa (2) (como la corriente (3)) o a la etapa (39) (como la corriente (38)). La corriente (44), que principalmente contiene metanol, se puede devolver total o parcialmente a la telomerización.

La Fig. 8 muestra una variante ampliada de la Fig. 7. Desde la fracción de descarga (45) de la telomerización (56) del procedimiento conforme al invento, en una unidad separadora (46) se separa (etapa k) del procedimiento) una mezcla de compuestos de  $C_4$  y metanol (49), y se conduce a una hidrogenación selectiva (51). La corriente remanente (47) es aportada a la hidrogenación (48) (etapa b) del procedimiento), a partir de la cual resulta la corriente (33). En la hidrogenación selectiva (51) (etapa m) del procedimiento) los restos del 1,3-butadieno se hacen reaccionar con hidrógeno (50) para formar butenos. La fracción de descarga de la hidrogenación selectiva se aporta a un lavado con agua (52) (etapa n) del procedimiento). Aquí se elimina con agua (54) el metanol contenido en la corriente de  $C_4$ . La mezcla de metanol y agua (53), obtenida en tal caso, se puede purificar en una columna (42) en común con otras corrientes del proceso. La corriente de  $C_4$  (55), exenta de metanol, se corresponde en su composición con el material refinado I usual en el comercio y está a disposición para otras aplicaciones. El agua (54) empleada para la extracción, se puede sacar desde la corriente (43).

Por razones de claridad, en la siguiente lista se exponen una vez más las funciones principales de las etapas de procedimiento mencionadas en el texto dentro de las diferentes formas de realización del procedimiento conforme al invento.

- a) Reacción catalítica de una corriente, que contiene el butadieno, con metanol mediando obtención de una corriente que contiene por lo menos el 1-metoxi-2,7-octadieno.
- b) Hidrogenación catalítica de la corriente que contiene 1-metoxi-2,7-octadieno, que se obtiene en la etapa a), para dar una corriente que contiene por lo menos el 1-metoxi-octano.
- c) Desdoblamiento catalítico de por lo menos una parte del 1-metoxi-octano para dar un producto de desdoblamiento, que contiene por lo menos agua, el 1-octeno, y eventualmente el 1-metoxi-octano que todavía no ha reaccionado.
- d) Separación por destilación del producto de desdoblamiento procedente de la etapa c), en una fracción en forma de vapor de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene por lo menos el 1-octeno y agua, y en una fracción líquida de compuestos de alto punto de ebullición, que contiene por lo menos el 1-octeno y el 1-metoxi-octano.
- d1) Separación del DME
- d2) Lavado con agua con el fin de eliminar el metanol
- e) Condensación total o parcial de la fracción de compuestos de bajo punto de ebullición procedente de la etapa d) y separación del material condensado en una fase acuosa y una fase no polar, que contiene el 1-octeno.
- f) Devolución de la fase no polar que contiene el 1-octeno, procedente de la etapa e), a la etapa d)
- g) Separación de la fracción de compuestos de alto punto de ebullición, procedente de d), en una fracción, que contiene el 1-octeno, y en una fracción, que contiene el 1-metoxi-octano.
- h) Separación de la fracción que contiene el 1-octeno, procedente de g) en una fracción, que contiene por lo menos el 1-octeno, y en una fracción que contiene por lo menos olefinas de  $C_8$  y/o de  $C_9$ .
- i) Separación de la fracción que contiene el 1-metoxi-octano, procedente de la etapa g), en una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición que contiene por lo menos el 1-metoxi-octano, y en una fracción de compuestos de alto punto de ebullición, que contiene por lo menos el dioctil-éter.
- k) Una parte de la etapa a) de procedimiento, en la que se separan los hidrocarburos de  $C_4$  que no han reaccionado. A causa de la formación de azeótropos, esta corriente contiene todavía metanol.
- l) Purificación por destilación de la fracción de descarga procedente de la etapa b), en la que los compuestos de bajo punto de ebullición se separan del 1-metoxi-octano.
- m) Hidrogenación de restos del 1,3-butadieno para dar butenos.
- n) Lavado con agua con el fin de eliminar el metanol desde los hidrocarburos de  $C_4$ .
- o) Devolución de metanol desde soluciones acuosas que contienen metanol (son posibles diferentes formas de realización).

## ES 2 300 771 T3

Las columnas de destilación o de extracción, empleadas en el procedimiento conforme al invento, son preferiblemente columnas con cuerpos de relleno o respectivamente tienen unas estructuras internas, tales como p.ej. platos con campanas, columnas de platos perforados o empaquetamientos de Demester.

Con el fin de obtener una suficiente nitidez de separación, las columnas de destilación deberían tener de 75 a 250, de manera preferida de 80 a 100 etapas teóricas de separación para la destilación según la etapa h). Para las demás columnas pueden ser suficientes de 5 a 60 etapas teóricas de separación. La columna, utilizada en la etapa d) de procedimiento, tiene de manera preferida una relación de reflujo de 0,4 a 0,9. De modo correspondiente, las relaciones de reflujo de la columna según la etapa g) son preferiblemente de 0,6 a 1,4; la columna según la etapa h), empleada para la purificación del 1-octeno, tiene preferiblemente una relación de reflujo de 4 a 11, y la columna según la etapa i) del procedimiento tiene preferiblemente una relación de 1,9 a 3,7.

Los siguientes Ejemplos deben de describir el presente invento, sin que el alcance de la protección, que se establece a partir de las reivindicaciones y de la memoria descriptiva, tenga que estar limitado a estos Ejemplos.

15

### Ejemplo 1

Para el procedimiento conforme al invento según la Fig. 5 se elaboró una exposición de planificación, en la que se dimensionaron las corrientes de sustancias y los parámetros de los aparatos. Como programa lógico (software) de simulación se contó con un modelo de simulación AspenPlus, versión 11.1, de la entidad Aspentech. Los datos de sustancias de los componentes no presentes en el banco de datos de Aspen, se establecieron como parámetros (parametrizaron) sobre la base de la estructura molecular con métodos clásicos (el programa lógico de simulación de Aspen). Para el 1-metoxi-octano, la parametrización se afinó mediante adaptación a los datos de medición de la curva de presiones de vapor. Los datos de medición para el establecimiento de la curva de presiones de vapor se determinaron de un modo usual.

30

TABLA 2

*Curva de presiones de vapor de datos de medición*

35

40

45

50

55

60

65

| Presión de vapor<br>de 1-metoxi-octano |         |
|----------------------------------------|---------|
| Temperatura                            | Presión |
| [°C]                                   | [mbar]  |
| 52,33                                  | 9,6     |
| 57,42                                  | 12,7    |
| 61,06                                  | 15,5    |
| 65,97                                  | 20,1    |
| 74,21                                  | 30,3    |
| 85,08                                  | 50,4    |
| 92,70                                  | 70,3    |
| 99,38                                  | 91,5    |
| 104,12                                 | 110,5   |
| 112,30                                 | 150,8   |
| 126,36                                 | 249,5   |
| 140,45                                 | 396,1   |
| 153,95                                 | 595,3   |
| 164,21                                 | 795,3   |
| 173,18                                 | 1013,9  |

## ES 2 300 771 T3

Los parámetros de las columnas de destilación se indican en la Tabla 3. La numeración de las columnas (bloque) corresponde a las numeraciones en la Fig. 5

TABLA 3

*Parámetros de las columnas*

| Bloque | Número de etapas | Presión en la cabeza | Relación de reflujo |
|--------|------------------|----------------------|---------------------|
|        | -                | bar                  | kg/kg               |
| 26     | 20               | 9,0                  | 1,0                 |
| 6      | 20               | 1,0                  | 3,0                 |
| 14     | 30               | 1,0                  | 1,0                 |
| 17     | 100              | 1,0                  | 8,0                 |
| 20     | 40               | 1,0                  | 3,0                 |

Las corrientes de sustancias que resultan de estas condiciones tienen las composiciones expuestas en lista en las Tablas 4 a y b. Los números de las corrientes corresponden de nuevo a las denominaciones en la Fig. 5.

TABLA 4a

|                  |       | N° de la corriente |        |        |        |        |        |        |
|------------------|-------|--------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
|                  |       | 1                  | 4      | 5      | 9      | 12     | 13     | 15     |
| Corriente másica | kg/h  | 22500              | 1145   | 19287  | 7      | 320    | 18960  | 13028  |
| Concentraciones  |       |                    |        |        |        |        |        |        |
| Dimetil-éter     | kg/kg | 0,0928             | 0,0006 | 0,0010 | 0,7003 | 0,0462 | 0,0000 | 0,0000 |
| Metanol          | kg/kg | 0,0278             | 0,3451 | 0,0119 | 0,1324 | 0,7161 | 0,0000 | 0,0000 |
| Agua             | kg/kg | 0,0363             | 0,6525 | 0,0036 | 0,0111 | 0,2171 | 0,0000 | 0,0000 |
| Org. Baja ebu.*  | kg/kg | 0,0004             | 0,0000 | 0,0005 | 0,0754 | 0,0056 | 0,0004 | 0,0005 |
| 1-Octeno         | kg/kg | 0,5393             | 0,0010 | 0,6291 | 0,0795 | 0,0147 | 0,6397 | 0,9309 |
| 3-/4-Octeno      | kg/kg | 0,0058             | 0,0000 | 0,0068 | 0,0005 | 0,0001 | 0,0069 | 0,0100 |
| 2-Octeno         | kg/kg | 0,0222             | 0,0000 | 0,0259 | 0,0008 | 0,0001 | 0,0263 | 0,0383 |
| Nonenos          | kg/kg | 0,0109             | 0,0000 | 0,0127 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0129 | 0,0187 |
| Ciclooctano      | kg/kg | 0,0012             | 0,0000 | 0,0014 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0014 | 0,0012 |
| 1-metoxi-octano  | kg/kg | 0,2339             | 0,0002 | 0,2729 | 0,0000 | 0,0000 | 0,2776 | 0,0001 |
| 2-Octanol        | kg/kg | 0,0010             | 0,0000 | 0,0012 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0012 | 0,0002 |
| 1-Octanol        | kg/kg | 0,0171             | 0,0005 | 0,0199 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0203 | 0,0000 |
| HCs de C16 **    | kg/kg | 0,0023             | 0,0000 | 0,0027 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0027 | 0,0000 |
| Diocetil-éter    | kg/kg | 0,0060             | 0,0000 | 0,0070 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0071 | 0,0000 |
| Alta ebu.***     | kg/kg | 0,0030             | 0,0000 | 0,0035 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0036 | 0,0000 |

\* Compuestos orgánicos de bajo punto de ebullición

\*\* Hidrocarburos de C16

\*\*\* Compuestos de alto punto de ebullición

# ES 2 300 771 T3

TABLA 4b

|                  |       | N° de la corriente |        |        |        |        |        |        |
|------------------|-------|--------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
|                  |       | 16                 | 18     | 19     | 21     | 22     | 27     | 28     |
| Corriente másica | kg/h  | 5932               | 962    | 12066  | 5419   | 513    | 2068   | 20432  |
| Concentraciones  |       |                    |        |        |        |        |        |        |
| Dimetil éter     | kg/kg | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 1,0000 | 0,0010 |
| Metanol          | kg/kg | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0306 |
| Agua             | kg/kg | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0400 |
| Org. Baja ebu.   | kg/kg | 0,0000             | 0,0000 | 0,0006 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0004 |
| 1 Octeno         | kg/kg | 0,0000             | 0,2521 | 0,9850 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,5939 |
| 3-/4 Octeno      | kg/kg | 0,0000             | 0,0462 | 0,0071 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0064 |
| 2-Octeno         | kg/kg | 0,0000             | 0,4273 | 0,0073 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0244 |
| Nonenos          | kg/kg | 0,0002             | 0,2534 | 0,0000 | 0,0003 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0120 |
| Ciclooctano      | kg/kg | 0,0018             | 0,0168 | 0,0000 | 0,0020 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0013 |
| 1-Metoxi octano  | kg/kg | 0,8870             | 0,0014 | 0,0000 | 0,9700 | 0,0103 | 0,0000 | 0,2576 |
| 2 Octanol        | kg/kg | 0,0033             | 0,0029 | 0,0000 | 0,0036 | 0,0001 | 0,0000 | 0,0011 |
| 1 Octanol        | kg/kg | 0,0647             | 0,0001 | 0,0000 | 0,0241 | 0,4941 | 0,0000 | 0,0188 |
| HCs de C16       | kg/kg | 0,0087             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,1009 | 0,0000 | 0,0025 |
| Diocetiléter     | kg/kg | 0,0228             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,2631 | 0,0000 | 0,0066 |
| Alta ebu.        | kg/kg | 0,0114             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,1306 | 0,0000 | 0,0033 |

## 30 Ejemplo 2

(Ejemplo comparativo)

35 En el Ejemplo 2 se utilizó el modelo de simulación con el fin de reajustar la misma disposición de conexiones de la instalación que en el Ejemplo 1, pero sin decantador de cabeza (bloque 10) de la unidad separadora (6), por cálculo en el modelo. Los parámetros de las columnas permanecen inalterados con respecto al Ejemplo 1. Las resultantes corrientes de sustancias tienen las composiciones indicadas en las Tablas 5a y 5b.

40 TABLA 5a

|                  |       | N° de la corriente |        |        |        |        |        |        |
|------------------|-------|--------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
|                  |       | 1                  | 4      | 5      | 9      | 12     | 13     | 15     |
| Corriente másica | kg/h  | 22500              | 1145   | 19287  | 8      | 362    | 18917  | 12985  |
| Concentraciones  |       |                    |        |        |        |        |        |        |
| Dimetil éter     | kg/kg | 0,0928             | 0,0006 | 0,0010 | 0,5235 | 0,0429 | 0,0000 | 0,0000 |
| Metanol          | kg/kg | 0,0278             | 0,3451 | 0,0119 | 0,3159 | 0,6251 | 0,0001 | 0,0001 |
| Agua             | kg/kg | 0,0363             | 0,6525 | 0,0036 | 0,0025 | 0,0065 | 0,0036 | 0,0052 |
| Org. Baja ebu.   | kg/kg | 0,0004             | 0,0000 | 0,0005 | 0,0044 | 0,0020 | 0,0004 | 0,0006 |
| 1-Octeno         | kg/kg | 0,5393             | 0,0010 | 0,6291 | 0,1486 | 0,3122 | 0,6353 | 0,9256 |
| 3-/4-Octeno      | kg/kg | 0,0058             | 0,0000 | 0,0068 | 0,0014 | 0,0030 | 0,0068 | 0,0100 |
| 2-Octeno         | kg/kg | 0,0222             | 0,0000 | 0,0259 | 0,0037 | 0,0084 | 0,0262 | 0,0382 |
| Nórenos          | kg/kg | 0,0109             | 0,0000 | 0,0127 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0130 | 0,0188 |
| Ciclooctano      | kg/kg | 0,0012             | 0,0000 | 0,0014 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0014 | 0,0012 |
| 1-Metoxi octano  | kg/kg | 0,2339             | 0,0002 | 0,2729 | 0,0000 | 0,0000 | 0,2782 | 0,0001 |
| 2-Octanol        | kg/kg | 0,0010             | 0,0000 | 0,0012 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0012 | 0,0002 |
| 1-Octanol        | kg/kg | 0,0171             | 0,0005 | 0,0199 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0203 | 0,0000 |
| HCS de C16       | kg/kg | 0,0023             | 0,0000 | 0,0027 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0027 | 0,0000 |
| Diocetiléter     | kg/kg | 0,0060             | 0,0000 | 0,0070 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0071 | 0,0000 |
| Alta ebu         | kg/kg | 0,0030             | 0,0000 | 0,0035 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0036 | 0,0000 |

# ES 2 300 771 T3

TABLA 5b

|                  |       | N° de la corriente |        |        |        |        |        |        |
|------------------|-------|--------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
|                  |       | 16                 | 18     | 19     | 21     | 22     | 27     | 28     |
| Corriente másica | kg/h  | 5932               | 1028   | 11958  | 5419   | 513    | 2068   | 20432  |
| Concentraciones  |       |                    |        |        |        |        |        |        |
| Dimetil-éter     | kg/kg | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 1,0000 | 0,0010 |
| Metanol          | kg/kg | 0,0000             | 0,0000 | 0,0001 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0306 |
| Agua             | kg/kg | 0,0000             | 0,0000 | 0,0056 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0400 |
| Org. Baja ebu.   | kg/kg | 0,0000             | 0,0000 | 0,0007 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0004 |
| 1-Octeno         | kg/kg | 0,0000             | 0,2339 | 0,9850 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,5939 |
| 3-/4-Octeno      | kg/kg | 0,0000             | 0,0571 | 0,0059 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0064 |
| 2-Octeno         | kg/kg | 0,0000             | 0,4523 | 0,0027 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0244 |
| Nonenos          | kg/kg | 0,0002             | 0,2372 | 0,0000 | 0,0003 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0120 |
| Ciclooctano      | kg/kg | 0,0019             | 0,0155 | 0,0000 | 0,0020 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0013 |
| 1-Metoxi-octano  | kg/kg | 0,8869             | 0,0013 | 0,0000 | 0,9700 | 0,0102 | 0,0000 | 0,2576 |
| 2-Octanol        | kg/kg | 0,0033             | 0,0026 | 0,0000 | 0,0037 | 0,0001 | 0,0000 | 0,0011 |
| 1-Octanol        | kg/kg | 0,0647             | 0,0001 | 0,0000 | 0,0240 | 0,4944 | 0,0000 | 0,0188 |
| HCs de Cl6       | kg/kg | 0,0087             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,1008 | 0,0000 | 0,0025 |
| Dioctiléter      | kg/kg | 0,0228             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,2630 | 0,0000 | 0,0066 |
| Alta ebu         | kg/kg | 0,0114             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,1315 | 0,0000 | 0,0033 |

Se puede reconocer que el decantador de cabezas ausente conduce a pérdidas del producto 1-octeno con la corriente 12. Aquí se pierde aproximadamente un 1% del 1-octeno. Además queda en el producto final 1-octeno un contenido restante formal de aproximadamente 5.600 ppm de agua, que tenía que ser eliminado en etapas adicionales. De acuerdo con el esquema de conexiones del procedimiento conforme al invento, por el contrario, tanto el metanol como también el agua se pueden separar de un modo ajustado a las especificaciones, desde el producto 1-octeno.

## Ejemplo 3

Para el procedimiento conforme al invento según la Fig. 7 se elaboró una exposición de planificación, en la que se dimensionaron las corrientes de sustancias y los parámetros de los aparatos. El programa lógico de simulación y los datos de sustancias corresponden a los del Ejemplo 1.

Los parámetros de las columnas de destilación se indican en la Tabla 6. La numeración de las columnas (bloque) corresponde a las numeraciones en la Fig. 7. En el caso del bloque (39) se trata de una columna de extracción.

TABLA 6

*Parámetros de las columnas*

| Bloque | Número de etapas | Presión en la cabeza | Relación de reflujo |
|--------|------------------|----------------------|---------------------|
|        |                  | Bar                  | kg/kg               |
| 34     | 50               | 1,0                  | 2,0                 |
| 26     | 20               | 9,0                  | 1,0                 |
| 6      | 20               | 1,0                  | 3,0                 |
| 14     | 30               | 1,0                  | 1,0                 |
| 17     | 100              | 1,0                  | 8,0                 |
| 20     | 40               | 1,0                  | 3,0                 |
| 39     | 5                | 1,0                  | -                   |
| 42     | 30               | 1,0                  | 2,0                 |

# ES 2 300 771 T3

Las corrientes de sustancias que resultan de estas condiciones tienen las composiciones expuestas en lista en las Tablas 7 a, b y c. Los números de las corrientes corresponden de nuevo a las denominaciones en la Fig. 7

TABLA 7a

| N° de la corriente       |        |        |        |        |        |        |        |        |
|--------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
|                          | 1      | 4      | 5      | 9      | 12     | 13     | 15     | 16     |
| Corriente másica en kg/h | 22500  | 1145   | 19287  | 7      | 320    | 18960  | 13028  | 5932   |
| Concentraciones en kg/kg |        |        |        |        |        |        |        |        |
| HCS de C4                | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
| Dimetil éter             | 0,0928 | 0,0006 | 0,0010 | 0,7003 | 0,0462 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
| Metanol                  | 0,0278 | 0,3451 | 0,0119 | 0,1324 | 0,7161 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
| Agua                     | 0,0363 | 0,6525 | 0,0036 | 0,0111 | 0,2171 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
| Org. Baja ebu            | 0,0004 | 0,0000 | 0,0005 | 0,0754 | 0,0056 | 0,0004 | 0,0005 | 0,0000 |
| 1-Octeno                 | 0,5393 | 0,0010 | 0,6291 | 0,0795 | 0,0147 | 0,6397 | 0,9309 | 0,0000 |
| 3-/4-Octeno              | 0,0056 | 0,0000 | 0,0068 | 0,0005 | 0,0001 | 0,0069 | 0,0100 | 0,0000 |
| 2-Octeno                 | 0,0222 | 0,0000 | 0,0259 | 0,0008 | 0,0001 | 0,0263 | 0,0383 | 0,0000 |
| n-Octano                 | 0,0001 | 0,0000 | 0,0001 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0001 | 0,0002 | 0,0000 |
| Nonenos                  | 0,0108 | 0,0000 | 0,0126 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0128 | 0,0185 | 0,0002 |
| Ciclooctano              | 0,0012 | 0,0000 | 0,0014 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0014 | 0,0012 | 0,0018 |
| 3-Metoxi-octano          | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
| 1-Metoxi octano          | 0,2339 | 0,0002 | 0,2729 | 0,0000 | 0,0000 | 0,2776 | 0,0001 | 0,8870 |
| 2-Octanol                | 0,0010 | 0,0000 | 0,0012 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0012 | 0,0002 | 0,0033 |
| 1-Octanol                | 0,0171 | 0,0005 | 0,0199 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0203 | 0,0000 | 0,0647 |
| HCB de C16               | 0,0023 | 0,0000 | 0,0027 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0027 | 0,0000 | 0,0087 |
| Diocil-éter              | 0,0060 | 0,0000 | 0,0070 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0071 | 0,0000 | 0,0228 |
| Alta ebu                 | 0,0030 | 0,0000 | 0,0035 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0036 | 0,0000 | 0,0114 |

TABLA 7b

| N° de la corriente       |        |        |        |        |        |        |        |        |
|--------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
|                          | 18     | 19     | 21     | 22     | 27     | 28     | 33     | 35     |
| Corriente másica en kg/h | 962    | 12066  | 5419   | 513    | 2068   | 20432  | 29346  | 25503  |
| Concentraciones en kg/kg |        |        |        |        |        |        |        |        |
| HCS de C4                | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0001 | 0,0000 |
| Dimetil-éter             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 10000  | 0,0010 | 0,0000 | 0,0000 |
| Metanol                  | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0306 | 0,2079 | 0,0000 |
| Agua                     | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0400 | 0,0000 | 0,0000 |
| Org. Baja ebu            | 0,0000 | 0,0006 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0004 | 0,0000 | 0,0000 |
| 1-Octeno                 | 0,2521 | 0,9850 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,5939 | 0,0000 | 0,0000 |
| 3-/4-Octeno              | 0,0462 | 0,0071 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0064 | 0,0000 | 0,0000 |
| 2-Octeno                 | 0,4273 | 0,0073 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0244 | 0,0000 | 0,0000 |
| n-Octano                 | 0,0023 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0001 | 0,0057 | 0,0000 |
| Nonenos                  | 0,2510 | 0,0000 | 0,0003 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0119 | 0,0000 | 0,0000 |
| Ciclooctano              | 0,0168 | 0,0000 | 0,0020 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0013 | 0,0000 | 0,0000 |
| 3-Metoxi octano          | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0161 | 0,0010 |
| 1-Metoxi octano          | 0,0014 | 0,0000 | 0,9700 | 0,0103 | 0,0000 | 0,2576 | 0,7702 | 0,9990 |
| 2-Octanol                | 0,0029 | 0,0000 | 0,0036 | 0,0001 | 0,0000 | 0,0011 | 0,0000 | 0,0000 |
| 1-Octanol                | 0,0001 | 0,0000 | 0,0241 | 0,4941 | 0,0000 | 0,0188 | 0,0000 | 0,0000 |
| HCS de C16               | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,1009 | 0,0000 | 0,0025 | 0,0000 | 0,0000 |
| Diocil éter              | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,2631 | 0,0000 | 0,0066 | 0,0000 | 0,0000 |
| Alta ebu                 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,1316 | 0,0000 | 0,0033 | 0,0000 | 0,0000 |

# ES 2 300 771 T3

TABLA 7c

|    |                          | N° de la corriente |        |        |        |        |        |
|----|--------------------------|--------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
|    |                          | 36                 | 38     | 40     | 41     | 43     | 44     |
| 5  | Corriente másica en kg/h | 6842               | 13000  | 20241  | 746    | 13778  | 6463   |
|    | Concentraciones en kg/kg |                    |        |        |        |        |        |
|    | HCS de C4                | 0,0004             | 0,0000 | 0,0001 | 0,0019 | 0,0000 | 0,0002 |
|    | Dimetil-éter             | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0001 | 0,0000 | 0,0001 |
| 10 | Metanol                  | 0,8915             | 0,0470 | 0,3509 | 0,0029 | 0,0469 | 0,9990 |
|    | Agua                     | 0,0000             | 0,9521 | 0,6483 | 0,0039 | 0,9524 | 0,0000 |
|    | Org. Baja ebu            | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
|    | 1-Octeno                 | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0016 | 0,0000 | 0,0000 |
|    | 3 /4-Octeno              | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
|    | 2-Octeno                 | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0001 | 0,0000 | 0,0000 |
| 15 | n-Octano                 | 0,0243             | 0,0000 | 0,0002 | 0,2174 | 0,0000 | 0,0006 |
|    | Nonenos                  | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
|    | Ciclooctano              | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
|    | 3-Metoxi-octano          | 0,0659             | 0,0007 | 0,0004 | 0,6060 | 0,0005 | 0,0000 |
|    | 1-Metoxi-octano          | 0,0179             | 0,0002 | 0,0001 | 0,1653 | 0,0001 | 0,0000 |
|    | 2-Octanol                | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
| 20 | 1-Octanol                | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0008 | 0,0000 | 0,0000 |
|    | HCS de C16               | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
|    | Diocil-éter              | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |
|    | Alta ebu                 | 0,0000             | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 | 0,0000 |

Por reunión de las corrientes (4) y (36) que contienen metanol en un tratamiento en común, se pueden separar compuestos orgánicos a través de una sencilla columna de extracción. A partir de la solución (40) que contiene metanol se puede recuperar el metanol con una pureza de 99,9%.

## REIVINDICACIONES

### 1. Procedimiento para la preparación de 1-octeno por

- a) reacción catalítica de una corriente, que contiene el butadieno, con metanol mediando obtención de una corriente que contiene por lo menos el 1-metoxi-2,7-octadieno,
- b) hidrogenación catalítica de la corriente que contiene el 1-metoxi-2,7-octadieno para dar una corriente que contiene por lo menos el 1-metoxi-octano,
- c) desdoblamiento catalítico de por lo menos una parte del 1-metoxi-octano para dar un producto de desdoblamiento, que contiene por lo menos agua y el 1-octeno,

#### caracterizado porque

- d) el producto de desdoblamiento procedente de c) se separa por destilación en una fracción en forma de vapor de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene por lo menos el 1-octeno y agua, y en una fracción líquida de compuestos de alto punto de ebullición, que contiene por lo menos el 1-octeno y el 1-metoxi-octano,
- e) la fracción de compuestos de bajo punto de ebullición se condensa total o parcialmente, y se separa en una fase acuosa y en una fase no polar, que contiene el 1-octeno,
- f) la fase no polar procedente de e) se devuelve a la etapa d), y
- g) la fracción de compuestos de alto punto de ebullición procedente de d) se separa en una fracción que contiene el 1-octeno y en una fracción que contiene el 1-metoxi-octano.

### 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,

#### caracterizado porque

- d1) el producto de desdoblamiento procedente de c) contiene el dimetil-éter (DME) y se separa por destilación en una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene por lo menos el DME, y en una fracción de compuestos de alto punto de ebullición, y la fracción de compuestos de alto punto de ebullición se conduce por lo menos parcialmente a la etapa d).

### 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2,

#### caracterizado porque

la fracción de compuestos de alto punto de ebullición procedente de d1) contiene metanol y se lava con agua mediando obtención de una corriente acuosa que contiene metanol y de una corriente no polar, y la corriente no polar se conduce a la etapa d).

### 4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,

#### caracterizado porque

- d2) el producto de desdoblamiento procedente de c) contiene metanol y se lava con agua mediando obtención de una corriente acuosa, que contiene metanol, y de una corriente no polar, y porque la corriente no polar se conduce por lo menos parcialmente a la etapa d).

### 5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4,

#### caracterizado porque

la corriente no polar contiene por lo menos el DME y se separa por destilación en una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene por lo menos el DME, y en una fracción de compuestos de alto punto de ebullición, y la fracción de compuestos de alto punto de ebullición se conduce a la etapa d).

### 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5,

#### caracterizado porque

en una etapa h) la fracción que contiene el 1-octeno procedente de g) se separa en una fracción, que contiene por lo menos el 1-octeno, y en una fracción, que contiene por lo menos olefinas de C<sub>8</sub> y C<sub>9</sub>.



## ES 2 300 771 T3

7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6,

**caracterizado** porque

5 en una etapa i) la fracción que contiene el 1-metoxi-octano procedente de g) se separa en una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición que contiene por lo menos el 1-metoxi-octano, y en una fracción de compuestos de alto punto de ebullición, que contiene por lo menos el dioctil-éter.

8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7,

10

**caracterizado** porque

la fracción de compuestos de bajo punto de ebullición se devuelve a la etapa c).

15

9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8,

**caracterizado** porque

20 k) la etapa a) después de la conversión catalítica comprende una separación por destilación en la que los hidrocarburos de C4 se separan por destilación, y la corriente restante, que tiene un contenido de hidrocarburos de C4 menor que 5% en peso, se conduce a la etapa b).

10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9,

25

**caracterizado** porque

30 l) la corriente procedente de la etapa b) se separa por destilación en una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene por lo menos el metanol, el 3-metoxi-octano e hidrocarburos de C8, y en una fracción de compuestos de alto punto de ebullición, que contiene por lo menos el 1-metoxi-octano, y la fracción de compuestos de alto punto de ebullición se conduce a la etapa c).

11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 3 ó 4,

35

**caracterizado** porque

en una etapa o), a partir de la corriente acuosa que contiene metanol, se separan metanol y/o agua.

12. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11,

40

**caracterizado** porque

la fase acuosa procedente de e) se aporta asimismo a la etapa o).

13. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11 ó 12,

45

**caracterizado** porque

la fracción de compuestos de bajo punto de ebullición procedente de l) se aporta asimismo a la etapa o).

50

14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 11 a 13,

**caracterizado** porque

55 a partir de la corriente en la etapa o) se separa una fase orgánica, y la fase acuosa se separa por destilación en una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, que contiene metanol, y en una fracción de compuestos de alto punto de ebullición, que contiene agua.

15. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14,

60

**caracterizado** porque

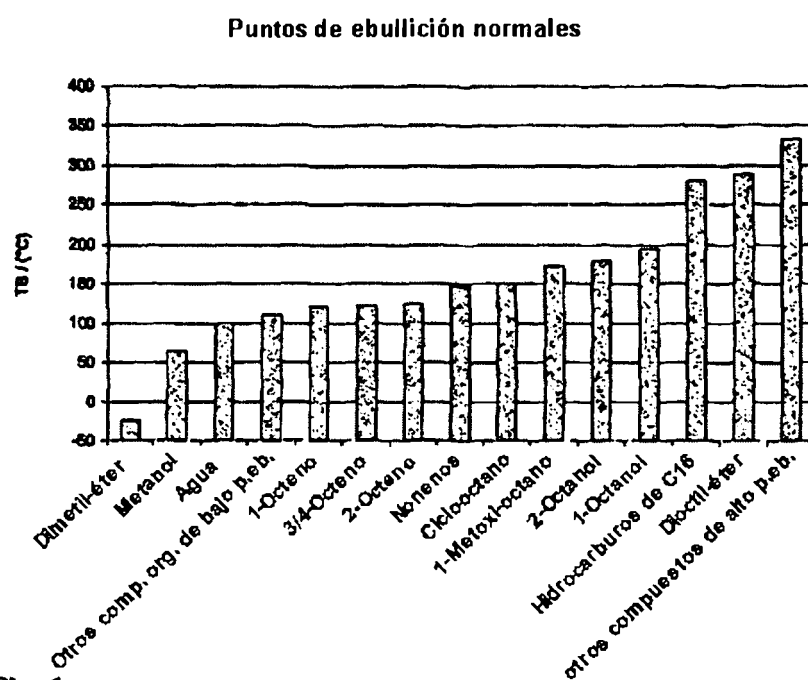
la fase orgánica se separa mediante una extracción.

16. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 11 a 15,

65

**caracterizado** porque

el metanol se devuelve total o parcialmente a la etapa a) (telomerización).



**Fig. 1**

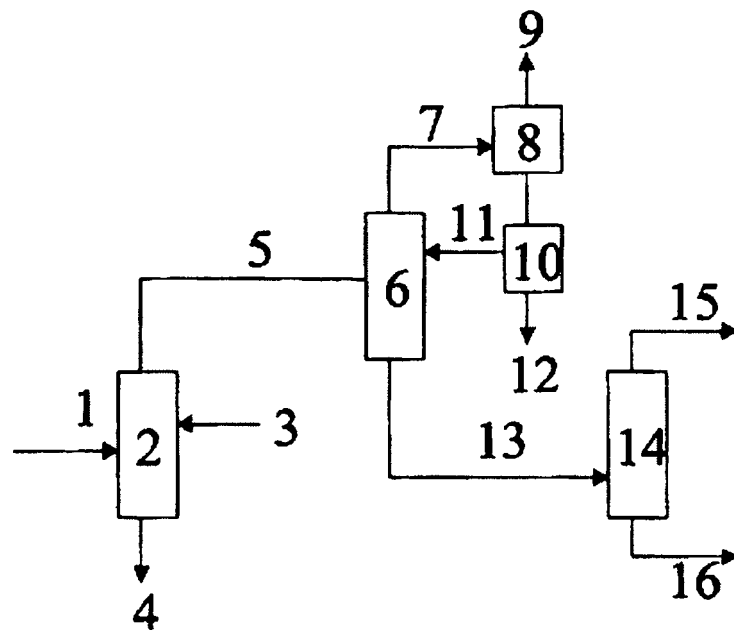


Fig 2

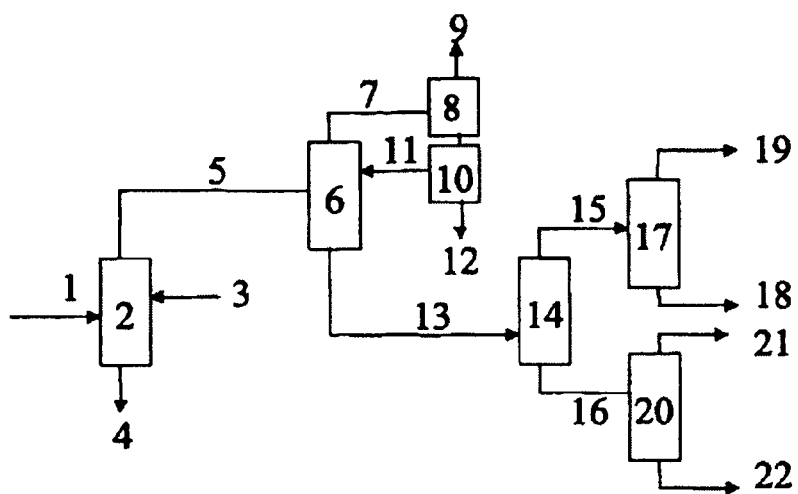


Fig. 3

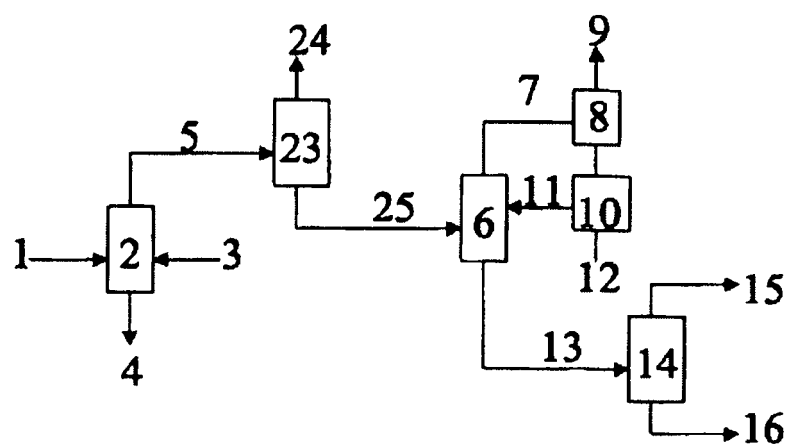


Fig. 4

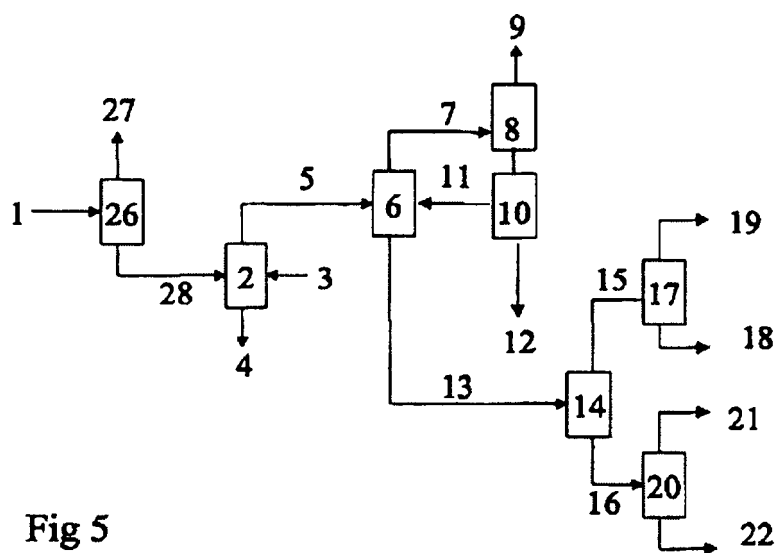


Fig 5

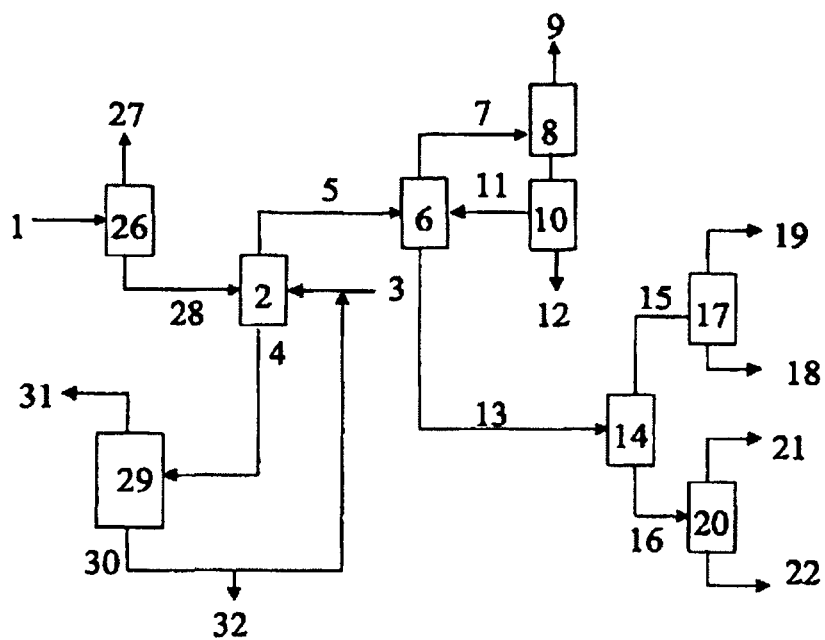


Fig. 6

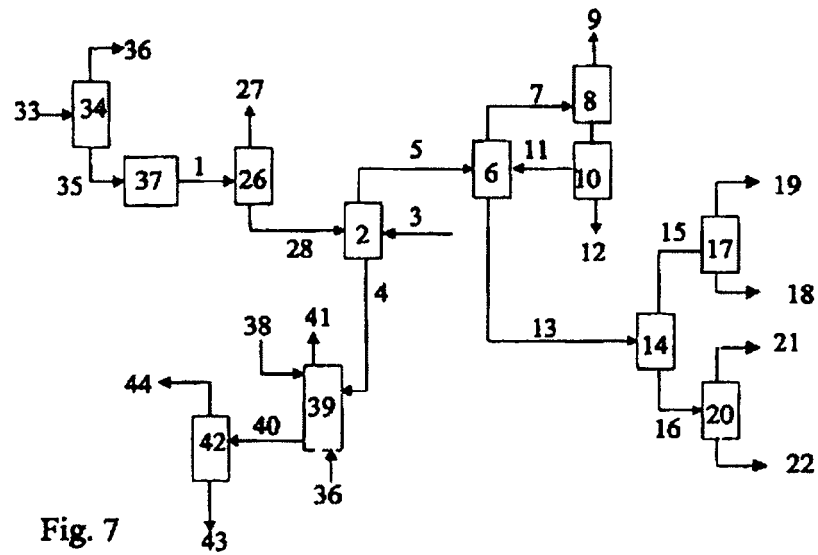


Fig. 7



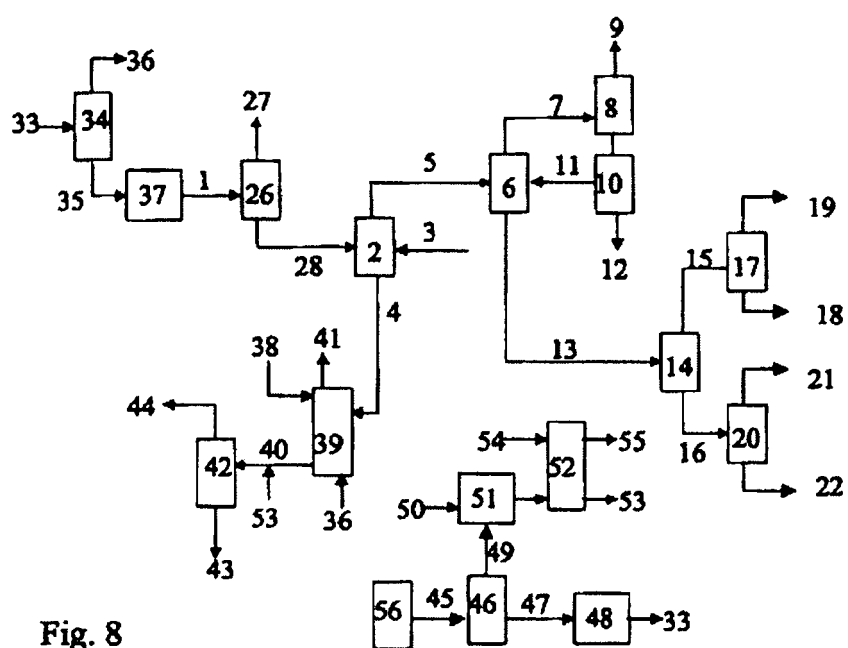


Fig. 8