

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 635 492**

51 Int. Cl.:

C07C 29/145 (2006.01)
C07C 31/10 (2006.01)
B01J 23/80 (2006.01)
B01J 25/02 (2006.01)
C07B 61/00 (2006.01)
B01J 25/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.02.2009** **PCT/JP2009/052683**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.08.2009** **WO09104597**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.02.2009** **E 09712686 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.07.2017** **EP 2243762**

54 Título: **Proceso para la producción de 2-propanol**

30 Prioridad:

21.02.2008 JP 2008040001

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

73 Titular/es:

mitsui chemicals, inc. (100.0%)
5-2, Higashi-Shimbashi, 1-chome Minato-ku
Tokyo 105-7117, JP

72 Inventor/es:

MORIZANE, KUNIIHIKO;
SHIRAHATA, TATSUO;
HIGASHI, KATSUNARI;
SENOO, SHINJI y
DOI, KENJI

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

Observaciones :

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

ES 2 635 492 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

Proceso para la producción de 2-propanol

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a procesos para producir 2-propanol. Con más detalle, la invención se refiere a procesos para producir 2-propanol de alta pureza haciendo reaccionar acetona e hidrógeno con sub-producción suprimida de impurezas.

10 Antecedentes de la invención

El 2-propanol es un intermedio importante en la síntesis orgánica y es un disolvente importante en la industria. Tiene un amplio intervalo de aplicaciones y algunas aplicaciones requieren 2-propanol de alta pureza.

Uno de los procesos para producir 2-propanol es una reacción de acetona con hidrógeno. En la producción de 2-propanol de alta pureza, el 2-propanol de la reacción se purifica generalmente por destilación. La destilación, sin embargo, implica grandes cantidades de energía.

Las clases y cantidades disponibles de impurezas varían dependiendo de las aplicaciones de uso. En algunos usos, la destilación normalmente no puede proporcionar 2-propanol de alta pureza con suficiente nivel de retirada de impurezas.

En consecuencia, reducir las impurezas que se sub-producen en la reacción para el 2-propanol es un enfoque eficaz para la producción de 2-propanol que tenga alta pureza.

Los procesos se establecen para la producción de 2-propanol reduciendo la acetona con hidrógeno. Por ejemplo, Kogyo Kagaku Zasshi (Industrial Chemical Magazine), Vol. 54, Libro 1, p. 27 (1951) (Documento Distinto de Patente 1) describe un proceso para producir 2-propanol hidrogenando acetona en presencia de un níquel Raney preparado a partir de una aleación de Ni/Al (1:1) mediante un método común.

El rendimiento de 2-propanol descrito en el Documento Distinto de Patente es del 93,3 %. Es necesario un rendimiento mayor en consideración de la producción industrial de 2-propanol.

En los procesos establecidos, aumentar la conversión de acetona para mejorar el rendimiento del 2-propanol también aumenta las cantidades de sub-productos tales como éter de diisopropilo, propano, etano y metano, provocando problemas en la separación de 2-propanol de la mezcla de reacción.

El Documento Distinto de Patente 1 enseña que la adición de agua acelera la hidrogenación y el rendimiento del 2-propanol se aumenta al 98,7 %. Cuando esta enseñanza para aumentar el rendimiento del 2-propanol se practica en la producción industrial de 2-propanol mediante acetona hidrogenante, la mezcla de reacción contendrá un 30 % de agua y se requieren grandes cantidades de energía para separar el 2-propanol de la misma, provocando costes aumentados y problemas económicos.

El documento JP-A-S62-012729 (Documento de Patente 1) describe que las impurezas se reducen por la adición de agua en la hidrogenación de acetona. La cantidad de agua se define como contenido de agua en el sistema de reacción. Sin embargo, el ejemplo funcional y los ejemplos comparativos en este documento de patente desvelan sustancialmente un contenido de agua en el sistema de reacción del 0,3 % en peso solo. Además, el proceso de acuerdo con el Documento de Patente 1 requiere que al menos el 0,5 % en peso de la acetona deba permanecer sin reaccionar. La eficiencia de reacción debe por lo tanto mejorarse.

El documento JP-A-2001-039910 (Documento de Patente 2) describe que las impurezas se reducen añadiendo agua a acetona. En detalle, el Documento de Patente 2 desvela que la acetona que tiene un contenido de agua muy pequeño se hidrogena. Con más detalle, el documento de patente describe que la acetona con un contenido de agua de no más del 1,0 % en masa se hidrogena a isopropanol. Los ejemplos funcionales en el Documento de Patente 2 no desvelan ningún contenido de agua.

El Documento de Patente 3 se refiere a un proceso en fase líquida para producir isopropanol mediante la hidrogenación de acetona en presencia de un catalizador de hidrogenación, comprendiendo el proceso poner en contacto acetona con hidrógeno en condiciones de fase líquida continua y empleando un catalizador metálico de esponja promovido con una cantidad eficaz de cromo.

El Documento de Patente 4 se refiere a un proceso para proporcionar alcoholes tales como alcohol isopropílico con alta pureza y pocas impurezas de sub-productos haciendo reaccionar una cetona tal como acetona e hidrógeno. El proceso para producir alcoholes incluye hidrogenar catalíticamente una cetona en presencia de un catalizador en un alcohol, en el que el catalizador es un catalizador Raney tratado con ácido obtenido haciendo contactar un

catalizador Raney con un ácido.

El Documento de Patente 5 describe la hidrogenación de acetona por un proceso que comprende llevar a cabo una hidrogenación en fase líquida de acetona en al menos dos fases de proceso de hidrogenación para preparar de esta manera un producto de isopropanol.

Documento de Patente 1: JP-A-S62-012729

Documento de Patente 2: JP-A-2001-039910

Documento de Patente 3: US 7.041.857 B1

Documento de Patente 4: EP 2 202 214 A1

Documento de Patente 5: EP 1 070 698 A2

Documento Distinto de Patente 1: Kogyo Kagaku Zasshi (Industrial Chemical Magazine), Vol. 54, Libro 1, p. 27 (1951)

Sumario de la invención

Se han propuesto hasta ahora procesos como anteriormente en los que la acetona se hidrogena a 2-propanol en presencia de agua. Sin embargo, los contenidos de agua en los procesos anteriormente dichos no pueden lograr un nivel suficiente de reducción de impurezas.

La presente invención se ha realizado en vista de los problemas en la técnica como se describen anteriormente. Es por lo tanto un objeto de la invención proporcionar procesos para producir 2-propanol con mayor pureza que la hasta ahora posible suprimiendo a la vez la sub-producción de impurezas.

Los presentes inventores estudiaron diligentemente para lograr el objeto anterior. Han descubierto después que los problemas convencionales en la técnica pueden resolverse cuando una mezcla de materia prima que se hace reaccionar contiene una cantidad específica de agua. La presente invención se ha completado basándose en el descubrimiento.

La presente invención se refiere a los siguientes (1) a (7).

(1) Un proceso para producir 2-propanol haciendo reaccionar acetona con hidrógeno en presencia de un catalizador, donde el proceso comprende hacer reaccionar una mezcla de materia prima que comprende agua y acetona, con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación, la mezcla de materia prima contiene agua de un 1,2 a un 2,5 % en peso basado en el 100 % del total del agua y la acetona.

(2) El proceso para producir 2-propanol como se describe en (1) anteriormente, donde el catalizador de hidrogenación es un catalizador Raney.

(3) El proceso para producir 2-propanol como se describe en (2), donde el catalizador Raney es al menos un catalizador Raney seleccionado del grupo que consiste en catalizadores de níquel Raney y catalizadores de cobalto Raney.

(4) El proceso para producir 2-propanol como se describe en (2), donde el catalizador Raney es un catalizador de níquel Raney.

(5) El proceso para producir 2-propanol como se describe en uno cualquiera de (2) a (4) anteriores, donde el 2-propanol producido por la reacción contiene no más de 10 ppm de 4-metil-2-pentanol y no más de 100 ppm de 2-metilpentan-2,4-diol.

(6) El proceso para producir 2-propanol como se describe en (1) anterior, donde el catalizador de hidrogenación es un catalizador sólido que contiene óxido de cobre-óxido de cinc.

Efectos ventajosos de la invención

En los procesos para producir 2-propanol de acuerdo con la presente invención, la acetona y el hidrógeno se hacen reaccionar en presencia de un catalizador de hidrogenación. En el proceso, la sub-producción de impurezas se suprime permitiendo que una cantidad específica de agua coexista con la acetona. El 2-propanol obtenible por el proceso de la invención tiene alta pureza con pequeños contenidos de impurezas tales como 4-metil-2-pentanol y 2-metilpentan-2,4-diol.

Breve descripción del dibujo

La Figura 1 es un diagrama de flujo que muestra una realización de un aparato de producción usado en la presente invención.

1 ... Reactor

2 ... Capa de catalizador fijado

3 ... Ruta para suministrar mezcla de materia prima

4 ... Bomba de suministro

5 ... Separador gas-líquido

- 6 ... Bomba de suministro líquido
- 7 ... Ruta de circulación
- 8 ... Ruta de suministro de hidrógeno
- 9, 10, 14, 19, 22, 25 ... Ruta
- 11 ... Entrada del reactor 1
- 12 ... Entrada del reactor 1
- 13 ... Salida del reactor 1
- 15, 17, 21 ... Intercambiador de calor
- 16, 24 ... Válvula de control
- 18 ... Tanque de desaireación
- 20 ... Filtro
- 23 ... Circulador de hidrógeno
- 26 ... Válvula de control de descarga de gas
- 27 ... Válvula de control de presión
- 28 ... Hidrógeno

Realizaciones preferidas para llevar a cabo la invención

La presente invención se describirá en detalle a continuación.

En un proceso para producir 2-propanol de acuerdo con la invención, la acetona se hace reaccionar con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación para dar 2-propanol. Al realizar la reacción, se hace reaccionar una mezcla de materia prima que contiene agua y acetona con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación. La mezcla de materia prima contiene agua de un 1,2 a un 2,5 % en peso basado en un 100 % en peso del total del agua y la acetona.

En la invención, la reacción se lleva a cabo habitualmente en un reactor que contiene el catalizador de hidrogenación. El 2-propanol producido por la reacción contiene sub-productos descritos más adelante y acetona sin reaccionar y el producto se denomina en consecuencia de otra manera la mezcla de reacción líquida a continuación en el presente documento. Después de la reacción, la mezcla de reacción líquida se recoge del reactor junto con una mezcla de reacción gaseosa basada en hidrógeno sin reaccionar. La mezcla de reacción líquida y la mezcla de reacción gaseosa también se denominan colectivamente la mezcla de reacción a continuación en el presente documento.

Los catalizadores de hidrogenación usados en la invención no se limitan particularmente. Pueden usarse generalmente catalizadores sólidos que contienen elementos metálicos tales como Ba, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pd, Pt, Zn, Zr, Ru y Rh. Los elementos metálicos pueden usarse en forma de, por ejemplo, sustancias elementales metálicas, aleaciones, óxidos metálicos o cloruros metálicos. Pueden usarse otros catalizadores de hidrogenación, preferentemente catalizadores Raney. Los catalizadores de hidrogenación pueden usarse de forma única, o pueden usarse dos o más clases en combinación.

Las sustancias elementales metálicas preferidas como los catalizadores de hidrogenación incluyen Ni, Co, Cu, Fe, Pd, Pt, Ru y Rh.

Desde el punto de vista del rendimiento de la reacción, los óxidos metálicos preferidos como los catalizadores de hidrogenación incluyen CoO.

El catalizador de hidrogenación puede ser una mezcla de sustancias elementales metálicas, una mezcla de una sustancia elemental metálica y un óxido metálico, una mezcla de óxidos metálicos o un óxido metálico mixto.

Los ejemplos de los catalizadores de hidrogenación para su uso en la invención incluyen catalizadores de cobre-cromo tales como CuO-Cr₂O₃-BaO y CuO-Cr₂O₃-BaO-MnO, catalizadores de cobre-cinc tales como CuO-ZnO, catalizadores de cinc-cromo tales como ZnO-Cr₂O₃, catalizadores de paladio-cromo tales como Pd-Cr₂O₃, catalizadores de cobalto-circonio tales como CoO-ZrO₂, catalizadores de níquel-circonio tales como Ni-ZrO₂ y catalizadores de níquel-magnesio tales como Ni-MgO. Desde el punto de vista del rendimiento de la reacción, se prefieren los catalizadores de cobre-cromo, los catalizadores de cobre-cinc, los catalizadores de cobalto-circonio y los catalizadores de níquel-circonio. De los catalizadores de cobre-cinc, es preferible óxido de cobre-óxido de cinc CuO-ZnO. Desde los puntos de vista de selectividad a una temperatura de reacción de 140 °C o por encima y con recuperación de calor económica, un catalizador de hidrogenación preferido en la invención es un catalizador sólido que contiene óxido de cobre-óxido de cinc.

Los catalizadores de hidrogenación pueden soportarse en vehículos tales como carbón activado, SiO₂, Al₂O₃, BaSO₄, TiO₂, MgO, ThO₂ y tierra de diatomeas. Desde el punto de vista de la eficiencia económica, son preferibles los vehículos reusables.

En una realización particularmente preferida en vista del rendimiento de la reacción, se usa un catalizador Raney

como el catalizador de hidrogenación en la reacción.

Los catalizadores Raney en la invención son catalizadores metálicos que se obtienen aleando un metal que es insoluble (difícilmente insoluble) en álcali o en ácido, por ejemplo, níquel, cobalto, cobre o hierro, con un metal que es soluble en álcali o ácido, por ejemplo, aluminio, silicio, cinc o magnesio, y en lo sucesivo disolver el metal soluble en álcali o base de la aleación.

Los ejemplos de los catalizadores Raney incluyen catalizadores de níquel Raney, catalizadores de cobalto Raney, catalizadores de cobre Raney y catalizadores de hierro Raney. Desde el punto de vista del rendimiento de reacción, es preferible usar al menos un catalizador Raney seleccionado de catalizadores de níquel Raney y catalizadores de cobalto Raney.

Los catalizadores de níquel Raney, cobalto Raney, cobre Raney y hierro Raney son catalizadores Raney en los que la composición metálica insoluble (difícilmente soluble) en álcali o en ácido en la aleación se basa en níquel, cobalto, cobre o hierro, respectivamente.

En la presente invención, la mezcla de materia bruta que contiene agua y acetona se hace reaccionar con hidrógeno en presencia del catalizador de hidrogenación tal como el catalizador Raney para dar 2-propanol. La mezcla de materia bruta puede estar compuesta por agua y acetona o puede contener además un disolvente.

Los ejemplos de los disolventes incluyen alcoholes tales como metanol, etanol y 2-propanol; glicoles tales como etilenglicol, propilenglicol y dietilenglicol; éteres tales como éter diisopropílico, éter dibutílico, dimetil éter de etilenglicol, diglima y triglima; disolventes polares apróticos tales como dimetilformamida, dimetilacetamida, acetonitrilo y dimetilsulfóxido e hidrocarburos tales como hexano, heptano, ciclohexano y ciclopentano. Cuando la mezcla de materia bruta contiene estos disolventes, el 2-propanol es preferible porque no es necesario retirar el disolvente de la mezcla de reacción líquida.

En el proceso de la invención, la cantidad total de acetona y agua está habitualmente en el intervalo de 95 a 100 partes en peso y preferentemente 97 a 100 partes en peso basado en 100 partes en peso de la mezcla de materia prima.

En la invención, la mezcla de materia bruta contiene agua del 1,2 al 2,5 % en peso y más preferentemente del 1,3 al 2,3 % en peso basado en el 100 % en peso del total de agua y acetona. La cantidad de agua en la mezcla de materia bruta basada en el 100 % de agua y acetona combinadas también se denomina el contenido de agua.

Si el contenido de agua está en exceso del intervalo anterior, tienden a requerirse grandes cantidades de energía y grandes costes para purificar la mezcla de reacción líquida que contiene 2-propanol para preparar 2-propanol libre de agua, de alta pureza.

Si el contenido de agua está por debajo del intervalo anterior, tienden a resultar cantidades mayores de impurezas tales como 4-metil-2-pentanol (MIBC) y 2-metilpentan-2,4-diol (HG).

La acetona habitualmente contiene agua como una impureza y por lo tanto la cantidad de agua originalmente contenida como impureza se determina de antemano en la presente invención. La cantidad total de agua originalmente presente y el agua originalmente añadida a la mezcla de materia prima representa la cantidad de agua basada en el 100 % en peso de agua y acetona combinadas.

La mezcla de materia prima puede prepararse mezclando acetona y agua en avance y la mezcla puede suministrarse al reactor que contiene el catalizador de hidrogenación. De forma alternativa, la acetona y el agua pueden suministrarse a un reactor separadamente y mezclarse juntas en el reactor.

En la invención, la reacción de acetona con hidrógeno se realiza habitualmente a una temperatura de reacción de 40 a 200 °C.

Cuando la reacción de acetona con hidrógeno se cataliza por el catalizador Raney, la temperatura de reacción está habitualmente en el intervalo de 40 a 160 °C, preferentemente 50 a 150 °C y más preferentemente 65 a 130 °C.

Cuando el catalizador de hidrogenación es un catalizador sólido que contiene óxido de cobre-óxido de cinc, la reacción de acetona con agua se realiza preferentemente a una temperatura de reacción de 100 a 160 °C.

Las temperaturas de reacción anteriores aseguran que las cantidades de sub-productos tales como éter diisopropílico, propano, etano y metano son pequeñas.

Si la temperatura de reacción está por debajo del intervalo anterior, la tasa de reacción se disminuye y la reacción normalmente requiere un tiempo de reacción extremadamente largo para lograr un alto rendimiento de 2-propanol.

Para aumentar el rendimiento de 2-propanol y proteger el reactor, la reacción de acetona con hidrógeno generalmente se lleva a cabo a una presión de reacción de 0,5 a 4,0 MPaG, preferentemente 0,7 a 3,0 MPaG y más preferentemente 0,8 a 2,5 MPaG.

- 5 La reacción de acetona con hidrógeno puede realizarse por un proceso tal como un proceso en lotes o un proceso de flujo. En el caso de un proceso de flujo, la acetona sin reaccionar puede reciclarse al sistema de reacción.

- 10 Cuando el catalizador Raney se usa como el catalizador de hidrogenación, la mezcla de reacción líquida que contiene 2-propanol contiene preferentemente 4-metil-2-pentanol a no más de 10 ppm y 2-metilpentan-2,4-diol a no más de 100 ppm y más preferentemente contiene 4-metil-2-pentanol a no más de 8 ppm y 2-metilpentan-2,4-diol a no más de 70 ppm.

- 15 Cuando el catalizador Raney se usa como el catalizador de hidrogenación, la reacción de acetona con hidrógeno se lleva a cabo preferentemente en condiciones tales que la cantidad de acetona sin reaccionar en la reacción es menos del 0,5 % en peso.

En la invención, es más preferible una cantidad más pequeña de acetona sin reaccionar. El límite inferior no está particularmente limitado. La cantidad de acetona sin reaccionar es habitualmente el 0,1 % en peso o más.

- 20 La cantidad de acetona sin reaccionar representa el contenido de acetona en el 100 % de la mezcla de reacción líquida que contiene 2-propanol que se descarga del reactor. La cantidad anterior de acetona sin reaccionar puede obtenerse realizando la reacción a la temperatura y la presión de reacción como se describen anteriormente controlando apropiadamente, por ejemplo, el tiempo de reacción.

- 25 En el caso de la reacción en una fase líquida por un proceso en lotes, el tiempo de reacción puede ser habitualmente de 10 minutos a 2 horas.

- 30 Cuando la conversión de acetona es baja con un 0,5 % en peso o más de acetona sin reaccionar, tienden a requerirse grandes cantidades de energía y grandes costes para separar el 2-propanol libre de acetona, de alta pureza de la mezcla de reacción líquida.

- 35 En el caso de un proceso en lotes, las cantidades de acetona, hidrógeno y el catalizador de hidrogenación pueden ser tales que la cantidad del catalizador de hidrogenación sea habitualmente 1 a 30 partes en peso basado en 100 partes en peso por peso de acetona y la cantidad de hidrógeno es habitualmente en el intervalo de 0,8 a 10 moles por 1 mol de acetona.

- 40 Cuando la reacción de acetona con hidrógeno se realiza por un proceso de flujo de acuerdo con la invención, la mezcla de materia prima tiene un contenido de agua en el intervalo anteriormente mencionado y la reacción se cataliza por el catalizador de hidrogenación y otras condiciones de reacción pueden ser como se describe en la Patente japonesa N.º 2834495.

Una realización de la invención se describirá con referencia a un diagrama de flujo (Figura 1) que muestra una realización de un aparato de producción usado en la presente invención.

- 45 En la Figura 1, el número 1 indica un reactor, el número 2 indica una capa de catalizador fija formada a partir del catalizador de hidrogenación que se proporciona en el reactor 1, el número 3 indica una ruta para suministrar la mezcla de materia prima que contiene acetona y agua, el número 4 indica una bomba para suministrar la mezcla de materia prima, el número 5 indica un separador gas-líquido que separa la mezcla de reacción en un gas y un líquido, el número 6 indica una bomba de suministro líquido y el número 7 indica una ruta de circulación a través de la que
50 parte de la mezcla de reacción líquida separada en el separador gas líquido 5 se circula al reactor.

- 55 En el aparato, la mezcla de materia bruta que contiene acetona y agua se bombea con la bomba de suministro 4 a través de la ruta de suministro 3 y emerge con la mezcla de reacción líquida circulada desde el separador gas-líquido 5 al reactor 1 a través de la ruta de circulación 7 y se suministra al reactor 1 a través de una entrada 11 del reactor 1.

Separadamente, el hidrógeno se suministra a través de una ruta de suministro de hidrógeno 8 en el reactor 1 desde una entrada 12 del reactor 1.

- 60 El hidrógeno, la mezcla de materia prima y la mezcla de reacción líquida circulados desde el separador gas-líquido 5 se suministran al reactor 1 y avanzan en el reactor 1 y, en la capa de catalizador fija 2, la acetona y el hidrógeno reaccionan juntos para dar 2-propanol. La mezcla de reacción que contiene 2-propanol se descarga desde una salida 13 del reactor 1 y se suministra al separador gas-líquido 5 a través de una ruta 9.

- 65 En el separador gas-líquido 5, la mezcla de reacción se separa a una mezcla de reacción líquida y una mezcla de reacción gaseosa a base de hidrógeno. Parte de la mezcla de reacción líquida se extrae y se bombea con la bomba

de suministro líquido 6 a un intercambiador de calor 15 y se enfría en el mismo. La mezcla de reacción líquida que se ha extraído se circula después al reactor 1 a través de la ruta de circulación 7.

La cantidad de mezcla de reacción líquida que se extrae se controla con una válvula de control 16. La parte que queda de la mezcla de reacción líquida se suministra a través de una ruta 10 a un intercambiador de calor 17 y se enfría en el mismo y se desairea en un tanque de desaireación 18, se purifica con un filtro 20 a través de una ruta 19 y se recoge como un producto de reacción. La mezcla de reacción gaseosa que se separa en el separador gas-líquido 5 se suministra a un intercambiador de calor 21 a través de una ruta 14 y después se enfría en el mismo para condensar la mezcla de reacción líquida contenida en la mezcla de reacción gaseosa. La mezcla de reacción líquida condensada se suministra al tanque de desaireación 18 a través de una válvula de control 24 y se desairea junto con la mezcla de reacción líquida suministrada a través de la ruta 10.

Después de que la mezcla de reacción se retire de la mezcla de reacción gaseosa en el intercambiador de calor 21, parte de la mezcla de reacción gaseosa se circula como un gas hidrógeno circulado a un circulador de hidrógeno 23 a través de una ruta 22 y se suministra de vuelta a la ruta de suministro de hidrógeno 8. El gas hidrógeno circulado se mezcla después con una cantidad de hidrógeno fresco 28 que compensa el hidrógeno consumido en la reacción y se suministra al mismo en el reactor 1 a través de la entrada 12.

La parte restante de la mezcla de reacción gaseosa descargada del intercambiador 21 se extrae al tanque de desaireación 18 a través de una válvula de control de presión 27.

En el tanque de desaireación 18, la mezcla de reacción líquida suministrada a través de la ruta 10 y la mezcla de reacción líquida condensada en el intercambiador de calor 21 y suministrada a través de la válvula de control 24 se desairean. La mezcla gaseosa liberada de estas mezclas y la mezcla gaseosa extraída a través de la válvula de presión 27 se descargan colectivamente fuera del sistema de reacción a través de una ruta 25 y una válvula de control de descarga de gas 26.

La cantidad del gas de descarga extraído a través de la válvula de control de descarga de gas 26 se controla apropiadamente de tal manera que cualquier gas de impureza distinto de hidrógeno no se acumulará en el gas hidrógeno circulado. La pureza del hidrógeno en el gas hidrógeno circulado no se limita particularmente pero no es preferentemente más del 90 % en moles. Para asegurar esta pureza de hidrógeno, el gas hidrógeno de materia prima suministrado como hidrógeno 28 tiene preferentemente una pureza de hidrógeno de no menos del 99,5 % en moles. Si la pureza de hidrógeno del gas hidrógeno de materia prima es excesivamente bajo, deberá extraerse una cantidad mayor del gas de descarga a través de la válvula de control de descarga de gas 26 para asegurar que la pureza de hidrógeno en el gas hidrógeno circulado no es menos del 90 % en moles, provocando desventajas económicas.

La válvula de control de presión indicada con el número 27 permite controlar la presión descargando parte del gas hidrógeno circulado a través de la misma. La forma del reactor 1 no se limita particularmente y puede ser un tanque, un tubo o una columna. El separador gas-líquido 5 no se limita particularmente y puede usarse cualquier separador comúnmente usado en este tipo de aparato. La bomba de suministro 4, la bomba de suministro líquido 6, los intercambiadores de calor 15, 17 y 21 y el tanque de desaireación 18 no se limitan particularmente.

El aparato usado en la invención no se limita particularmente al aparato ilustrado en la Figura 1 y pueden realizarse al mismo diversas modificaciones. En el aparato mostrado en la Figura 1, la mezcla de materia prima que contiene acetona y parte de la mezcla de reacción líquida extraída del separador gas-líquido y circulada al reactor emergen entre sí y se suministran juntas al reactor a través de la entrada de reactor 11. En este punto, puede realizarse una modificación de tal manera que la mezcla de materia prima y la mezcla de reacción líquida a circular se suministren separadamente al reactor.

En otras modificaciones, la mezcla de reacción líquida a circularse al reactor puede mezclarse con el gas hidrógeno y la mezcla puede suministrarse al reactor, o parte de la mezcla gas-líquido descargada del reactor puede enfriarse y circularse directamente al reactor.

Después de completarse la reacción, la mezcla de reacción líquida y el producto de reacción se destilan por un procedimiento conocido y se deshidratan opcionalmente según se requiera para dar 2-propanol de alta pureza.

EJEMPLOS

La presente invención se describirá con detalle presentando ejemplos y ejemplos comparativos.

[Ejemplo 1]

(Preparación del catalizador de hidrogenación)

En el medio aproximado de un reactor de acero inoxidable de 50 mm de diámetro interno y 100 mm de longitud, se

envasaron 200 g (100 ml) de aleación de níquel aluminio masiva (R-20L fabricada por Nikko Rika Corporation, diámetros de partícula: 4 a 5 mm, relación de peso Ni/Al: 50:50) para formar una capa de catalizador fija. El reactor se llenó después con agua.

- 5 Un tanque de agua de 3000 ml y el fondo del reactor se conectaron a través de una bomba de suministro líquido. Después se proporcionó una ruta a través de la cual el líquido que hubiera pasado a través del reactor pudiera volver al tanque de agua a través de la parte de arriba del reactor. La bomba de suministro líquido se dirigió a circular agua en el reactor a una velocidad de flujo de 0,25 l/min. En la circulación, una solución de hidróxido sódico acuoso al 40 % que se había preparado separadamente se goteó al tanque de agua y la solución acuosa alcalina se
- 10 circuló en el sistema de reacción. La circulación de la solución acuosa alcalina convirtió la aleación de níquel aluminio en un catalizador de níquel Raney.

Debido a que la conversión al catalizador de hidrogenación generó calor de reacción y aumentó la temperatura en el reactor, el caudal de goteo de la solución de hidróxido sódico acuoso se controló de manera que la temperatura de

15 dentro no excediera 50 °C.

La cantidad total de la solución de hidróxido sódico que se goteó correspondía a 270 g de hidróxido sódico. La solución acuosa alcalina se circuló continuamente después de completar el goteo y la conversión se realizó durante

20 20 horas en total.

Después de completarse la conversión, el agua pura como un fluido de limpieza se permitió fluir en el reactor para limpiar la capa de catalizador fija. La limpieza se continuó hasta que el pH del fluido de limpieza descargado se volvió no más de 11.

25 En lo sucesivo, la solución acuosa alcalina y el fluido de limpieza se recogieron y el aluminio disuelto en los mismos se determinó cuantitativamente por valoración quelatométrica. La tasa de conversión del catalizador de níquel Raney obtenida se determinó de acuerdo con la siguiente ecuación.

Como resultado, la capa de catalizador fijo se descubrió haberse convertido en el catalizador de níquel Raney a una

30 tasa de conversión del 58 %.

[Fórmula 1]

Tasa de conversión =

$$\frac{\text{cantidad de aluminio disuelto}}{\text{cantidad de aluminio en la aleación de níquel aluminio}} \times 100$$

(Reensamblaje del reactor)

- 35 El fondo del reactor se conectó con un separador gas-líquido que tiene una salida de descarga de gas y dos salidas de extracción de líquidos. Una de las salidas de extracción de líquidos se conectó con un lado de succión de una bomba resistente a presión para circular la mezcla de reacción. El lado de descarga de la bomba se conectó a un suministro de mezcla de materia prima en la parte de arriba del reactor, creando de esta manera una ruta a través
- 40 de la cual la mezcla de reacción líquida extraída del separador gas-líquido podría circular a la parte de arriba del reactor. Una línea de suministro de mezcla de materia prima se conectó en esta ruta de circulación de tal manera que la mezcla de materia bruta se mezclaría con la mezcla de reacción líquida que se estaba circulando. La otra salida de extracción de líquido del separador gas-líquido se conectó a través de una válvula de control de presión con un receptor de vidrio para recoger parte de la mezcla de reacción líquida como el producto de reacción. La
- 45 salida de descarga de gas del separador gas-líquido se conectó a una válvula de control de presión para descargar oxígeno adicional como un gas de descarga.

(Hidrogenación de acetona)

- 50 Se suministró 2-propanol al reactor a través de la línea de suministro de mezcla de materia prima y el reactor se purgó de agua con 2-propanol. La bomba circulante de mezcla de reacción se hizo funcionar para circular 2-propanol a una velocidad de circulación de 1600 ml/h.

El reactor se calentó por medio de una camisa alrededor del reactor. Cuando la temperatura dentro del reactor

55 alcanzó 100 °C, se suministró una mezcla de materia bruta que consistía en un 98 % de acetona (contenido de agua

en acetona: 0,3 % en peso) y un 2 % de agua a un caudal de 79 g/h (100 ml/h) desde la parte de arriba del reactor. Simultáneamente, se suministró hidrógeno a través de la línea de suministro de mezcla de materia bruta a un caudal de 66,6 ml/h.

- 5 El contenido de agua en la mezcla de materia prima de acetona y agua fue el 2,3 % en peso (cantidad de acetona usada x contenido de agua en la acetona + cantidad de agua añadida = $(98 \times 0,003 + 2)$ % en peso = 2,29 % en peso). El contenido de agua se redondeó a un lugar decimal.

- 10 La reacción se realizó continuamente a una presión interna de 2,0 MPaG y a una temperatura interna de 100 °C. La mezcla de reacción líquida obtenida se analizó por cromatografía de gases.

Se descubrió que la mezcla de reacción líquida contenía un 0,2 % en peso de acetona y un 97,5 % en peso de 2-propanol.

15 [Ejemplos 2 a 4]

La acetona se hidrogenó de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el contenido de agua en la mezcla de materia prima se cambió como se muestra en la Tabla 1.

20 [Ejemplo Comparativo 1]

La acetona se hidrogenó de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el contenido de agua en la mezcla de materia prima se cambió al 1,1 % en peso.

25 [Ejemplo Comparativo 2]

La acetona se hidrogenó de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el contenido de agua en la mezcla de materia prima se cambió al 0,3 % en peso.

- 30 Los resultados de los Ejemplos 1 a 4 se exponen en la Tabla 1 y los resultados de los Ejemplos Comparativos 1 y 2 se muestran en la Tabla 2.

[Tabla 1]

35

Tabla 1

	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4
Contenido de agua en la mezcla de materia prima (% en peso)	2,3	1,6	1,3	1,2
Cantidad de acetona sin reaccionar (% en peso)	0,2	0,2	0,1	0,2
Cantidad de 2-propanol formado (% en peso)	97,5	98,3	98,6	98,6
4-Metil-2-pentanol (MIBC) (ppm)	1	3	3	5
2-Metilpentan-2,4-diol (HG) (ppm)	21	25	30	60
Otras impurezas (ppm)	180	162	167	235

[Tabla 2]

40

Tabla 2

	Ej. Comp. 1	Ej. Comp. 2
Contenido de agua en la mezcla de materia prima (% en peso)	1,1	0,3
Cantidad de acetona sin reaccionar (% en peso)	0,3	0,3
Cantidad de 2-propanol formado (% en peso)	98,6	99,4
4-Metil-2-pentanol (MIBC) (ppm)	15	40
2-Metilpentan-2,4-diol (HG) (ppm)	190	260
Otras impurezas (ppm)	195	148

[Ejemplo 5]

- 45 (Reducción del catalizador de hidrogenación)

En el medio aproximado de un reactor de acero inoxidable de 38,4 mm de diámetro interno y 4800 mm de longitud, se envasaron 3765 g (2895 ml) de catalizador CuO-ZnO cilíndrico (fabricado por Süd-Chemie Catalysts Japan, Inc., diámetro de partícula: 3,2 mm, altura: 3,2 mm) para formar una capa de catalizador fija. El reactor se purgó después con nitrógeno.

50

Se colocó 2-propanol (contenido de agua: 2,0 % en peso) en un tambor intermedio y se bombeó desde el tambor intermedio al reactor a través de la parte de arriba del reactor a 10 l/h. Después de 2 horas después de la iniciación del suministro de 2-propanol, se suministró hidrógeno a 2 N/m³ además del suministro de 2-propanol. La presión en el reactor se ajustó a 3,0 MPaG.

Después de que la presión en el reactor alcanzara 3,0 MPaG, la temperatura en una parte superior del reactor se controló a 100 °C por medio de un intercambiador de calor de tubería doble proporcionado en la entrada del reactor mientras se suministran continuamente 2-propanol e hidrógeno. Después de que la temperatura del reactor alcanzara 100 °C, el catalizador se redujo durante tres horas manteniendo la presión interna del reactor, la temperatura del reactor y el suministro de 2-propanol e hidrógeno.

(Hidrogenación de la acetona)

Después del tratamiento de reducción, el caudal de 2-propanol se cambió a 25,6 l/h, el caudal de hidrógeno a 0,51 Nm³/h y la presión interna del reactor a 2,0 MPaG. La temperatura en una parte superior del reactor se controló a 140 °C por medio del intercambiador de calor de tubería doble.

Cuando la temperatura en la parte superior del reactor alcanzó 140 °C, una mezcla de materia prima que consiste en acetona y agua (contenido de agua: 2,0 % en peso) se suministró a un caudal de 1,64 l/h. La temperatura en una parte inferior del reactor aumentó a 160 °C debido al calor de la reacción.

La reacción se realizó continuamente a una presión interna del reactor de 2,0 MPaG y una temperatura de la parte superior del reactor de 140 °C. La mezcla de reacción líquida obtenida se analizó por cromatografía de gases.

La conversión de acetona líquida fue del 98,5 % y la selectividad del 2-propanol (% en peso) fue del 98,6 %.

[Ejemplo Comparativo 3]

La acetona se hidrogenó de la misma manera que en el Ejemplo 5, excepto que el contenido de agua en la mezcla de materia prima de acetona/agua se cambió al 0,3 % en peso y el contenido de agua en el 2-propanol se cambió al 0,3 % en peso.

Los resultados del Ejemplo 5 se exponen en la Tabla 3 y los resultados del Ejemplo Comparativo 3 se muestran en la Tabla 4.

[Tabla 3]

Tabla 3

		Ej. 5
Conversión de acetona		98,5 %
Selectividad	2-Propanol	98,6 %
	4-Metil-2-pentanol	1,08 %
	2-Metilpentan-2,4-diol	0,000

[Tabla 4]

Tabla 4

		Ej. Comp. 3
Conversión de acetona		98,5 %
Selectividad	2-Propanol	96,9 %
	4-Metil-2-pentanol	3,04 %
	2-Metilpentan-2,4-diol	0,00 %

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir 2-propanol haciendo reaccionar acetona con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación:
5 donde:
- el proceso comprende hacer reaccionar una mezcla de materia prima que comprende agua y acetona, con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación,
10 la mezcla de materia prima contiene agua del 1,2 al 2,5 % en peso basado en el 100 % en peso del total del agua y la acetona.
2. El proceso para producir 2-propanol de acuerdo con la reivindicación 1, donde el catalizador de hidrogenación es un catalizador Raney.
- 15 3. El proceso para producir 2-propanol de acuerdo con la reivindicación 2, donde el catalizador Raney es al menos un catalizador Raney seleccionado del grupo que consiste en catalizadores de níquel Raney y catalizadores de cobalto Raney.
- 20 4. El proceso para producir 2-propanol de acuerdo con la reivindicación 3, donde el catalizador Raney es un catalizador de níquel Raney.
5. El proceso para producir 2-propanol de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, donde el 2-propanol producido por la reacción contiene no más de 10 ppm de 4-metil-2-pentanol y no más de 100 ppm de 2-metilpentan-2,4-diol.
25
6. El proceso para producir 2-propanol de acuerdo con la reivindicación 1, donde el catalizador de hidrogenación es un catalizador sólido que contiene óxido de cobre-óxido de cinc.

[Fig. 1]

