

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) **PI0607761-7 A2**

(22) Data de Depósito: 15/02/2006

(43) Data da Publicação: 23/03/2010
(RPI 2046)



* B R P I 0 6 0 7 7 6 1 A 2 *

(51) *Int.Cl.:*

C07C 45/80 (2010.01)

(54) Título: **MÉTODO PARA MINIMIZAR IMPUREZAS À BASE DE ALDEÍDO EM UMA CORRENTE DO PROCESSO**

(30) Prioridade Unionista: 18/02/2005 US 11/062128

(73) Titular(es): BASF AKTIENGESELLSCHAFT

(72) Inventor(es): DOMINICK A. BURLONE, JOANN LANZA,
KARL GUST, R. MERRITT SINK

(74) Procurador(es): Momsen, Leonardos & CIA.

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006050967 de 15/02/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2006/087347 de 24/08/2006

(57) Resumo: MÉTODO PARA MINIMIZAR IMPUREZAS À BASE DE ALDEÍDO EM UMA CORRENTE DO PROCESSO. Oxidação de um alcano a uma alcanona em uma corrente do processo forma impurezas à base de aldeído. Um método de minimização das impurezas à base de aldeído introduz uma amina na corrente do processo para minimizar as impurezas à base de aldeído. A amina interage com a alcanona e com as impurezas à base de aldeído formando desse modo os produtos pesados. O método separa os produtos pesados das alcanonas para reduzir um nível das impurezas à base de aldeído. A corrente do processo de preferência inclui a ciclo-hexil cetona como a alcanona e o n-hexanal como a impureza à base de aldeído. O método é tipicamente envolvido na síntese de uma caprolactama.

“MÉTODO PARA MINIMIZAR IMPUREZAS À BASE DE ALDEÍDO EM
UMA CORRENTE DO PROCESSO”

CAMPO DA INVENÇÃO

5 A invenção em questão geralmente se refere a um método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo. Mais especificamente, a invenção em questão refere-se à introdução de uma amina na corrente do processo para minimizar as impurezas à base de aldeído.

DESCRIÇÃO DA TÉCNICA RELACIONADA

10 As correntes do processo permitem um fluxo constante de reagentes para reagir entre si para formar os compostos desejados. Tipicamente, as correntes do processo são usadas em processos comerciais para sintetizar os compostos desejados em grande escala. Por exemplo, a oxidação de alcanos a alcanonas ou de alcanos cíclicos a alcanonas cíclicas, nos processos comerciais é completada usando-se as correntes do processo.

15 Como os alcanos são oxidados para formar as alcanonas, também são formados muitos outros compostos que também incluem impurezas à base de aldeído. Pode ser desejável separar as impurezas à base de aldeído das alcanonas, isto é, dos compostos desejados. Isto é especialmente importante nos processos comerciais que são dependentes das alcanonas puras com

20 poucas ou nenhuma impureza. Um tal processo comercial que depende das alcanonas puras com poucas ou nenhuma impureza inclui a síntese de uma caprolactama. A síntese of 2-azaciclo-heptanona, um tipo de caprolactama, inclui uma oxidação do alcano cíclico, o ciclo-hexano, à alcanona cíclica, ciclo-hexil cetona, na corrente do processo. A síntese também inclui a

25 formação de hidroxilamina na presença de um catalisador de platina. A síntese também inclui a reação da ciclo-hexil cetona com a hidroxilamina para formar uma oxima. O método fornece também rearranjar quimicamente a oxima para formar a caprolactama.

Para completar com eficiência a síntese da caprolactama, as

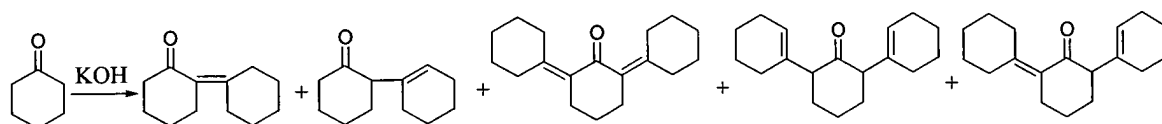
impurezas à base de aldeído devem ser separadas da alcanona. Se as impurezas à base de aldeído não forem separadas, a síntese não irá se processar com alto rendimento. Os métodos de separação das impurezas à base de aldeído das alcanonas, tais como aqueles métodos usados na síntese da caprolactama, são conhecidos na técnica.

Um primeiro método da técnica anterior para a separação das impurezas à base de aldeído das alcanonas utiliza apenas as diferenças de temperatura para destilar e separar as impurezas à base de aldeído das alcanonas. Este primeiro método da técnica anterior é deficiente porque simplesmente a destilação e a separação das impurezas à base de aldeído das alcanonas não removem todas as impurezas à base de aldeído. Em virtude das dificuldades na remoção de todas as impurezas à base de aldeído na prática, uma faixa de entre 600 e 900 partes das impurezas à base de aldeído por 1 milhão de partes da alcanona que resta depois da destilação não é incomum.

Portanto, o

Portanto, o primeiro método da técnica anterior não pode ser usado nos processos comerciais, tal como a síntese da caprolactama, que são dependentes das alcanonas puras com poucas ou nenhuma impureza.

Um segundo método da técnica anterior utiliza um hidróxido ou carbonato básico para reagir com as impurezas à base de aldeído e formar os β -hidroxialdeídos. O segundo método da técnica anterior separa os β -hidroxialdeídos das alcanonas por destilação. Este segundo método da técnica anterior é deficiente porque o uso do hidróxido ou do carbonato básicos promove uma autocondensação das alcanonas para produzir alcanonas poliméricas. Para finalidades descritivas apenas, uma reação química esquemática da autocondensação de uma alcanona representativa, uma alcanona cíclica, está ilustrada a seguir.



A polimerização das alcanonas torna as alcanonas inutilizáveis para processamento adicional em muitos processos comerciais, tal como a síntese da caprolactama. Além disso, sendo que o segundo método da técnica anterior resulta em até uma perda de até 25 % das alcanonas para autocondensação, os custos de produção são aumentados. Além disso, os materiais de partida comercialmente disponíveis das alcanonas, e, especificamente dos alcanos cíclicos, são particularmente onerosos. Portanto, este segundo método da técnica anterior não é eficiente para uso nos processos comerciais em virtude dos maiores custos de produção.

Um método da técnica anterior de minimizar as impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo, representativo do segundo método da técnica anterior geralmente descrito acima, é divulgado no Pedido de Patente G.B. Nº. 2.028.329. O pedido de patente '329 divulga a reação de hidróxido ou de carbonato básicos, tal como hidróxido de sódio ou carbonato de sódio, com as impurezas à base de aldeído presentes em uma corrente do processo que inclui alcanonas cíclicas. O hidróxido ou o carbonato básico reage com as impurezas à base de aldeído para formar os β -hidroxialdeídos que podem ser separados por destilação. Ainda, a adição do hidróxido ou do carbonato básico à corrente do processo promove a autocondensação das alcanonas cíclicas para produzir as alcanonas cíclicas poliméricas. Como descrito acima, a polimerização das alcanonas torna as alcanonas inutilizáveis para processamento adicional em muitos processos comerciais, tal como a síntese da caprolactama. O pedido de patente '329 não divulga o uso de aminas para minimizar as impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo ou em qualquer método que não promovesse a autocondensação das alcanonas. Portanto, o método divulgado no pedido de patente '329 não é adequado para uso nos processos comerciais, tal como a síntese da caprolactama, que são dependentes das alcanonas puras com poucas ou nenhuma impureza. Um outro método da técnica anterior de minimizar as

impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo, também representativo do segundo método da técnica anterior, é divulgado na Pub. da Pat. Jap. Nº. JP 49-011848. A publicação '848 divulga a adição de hidróxido de amônio a uma solução de n-hexanal e ciclopentanona. O hidróxido de amônio reage com o n-hexanal para formar o β -hidroxialdeído. A publicação '848 não divulga o uso de aminas para minimizar as impurezas à base de aldeído na corrente do processo. Especificamente, o hidróxido de amônio é um hidróxido básico e não uma amina. Portanto, o hidróxido de amônio promove a autocondensação das alcanonas cíclicas, como descrito acima. Portanto, o método divulgado na publicação '848 não é adequado para uso nos processos comerciais, tal como a síntese da caprolactama, que são dependentes de alcanonas cíclicas monoméricas puras com poucas ou nenhuma impureza.

Os vários métodos da técnica anterior descritos acima não são adequados para uso nos processos comerciais, tal como a síntese da caprolactama, para uma variedade de razões. Estes métodos da técnica anterior não foram otimizados para uso nos processos comerciais para reduzir os custos de produção. O hidróxido ou o carbonato básicos tais como hidróxido de amônio, hidróxido de sódio ou carbonato de sódio, quando adicionados às alcanonas, promovem a autocondensação das alcanonas. Qualquer autocondensação das alcanonas reduz os produtos utilizáveis e aumenta os custos de produção. Além disso, a destilação e a separação das impurezas à base de aldeído das alcanonas não eliminam facilmente as impurezas à base de aldeído na prática. Portanto, nenhum dos métodos da técnica anterior pode ser usado em processos comerciais eficientes em relação ao custo que são dependentes das alcanonas puras com poucas ou nenhuma impureza.

SUMMÁRIO DA INVENÇÃO E VANTAGENS

A invenção em questão fornece um método para minimizar as

impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo. A corrente do processo inclui uma alcanona e as impurezas à base de aldeído. O método inclui a etapa de introdução de uma amina na corrente do processo para formar um produto pesado. O método também inclui a etapa de separação da alcanona do produto pesado. O método de minimizar as impurezas à base de aldeído na corrente do processo, de acordo com a invenção em questão, é usado para diminuir os custos da produção industrial. O método utiliza as aminas para formar produtos pesados que são separados das alcanonas. Por formação de produtos pesados, as aminas reduzem significativamente os níveis das impurezas à base de aldeído na corrente do processo. As aminas também minimizam a autocondensação das alcanonas que, definitivamente, diminui os custos de produção global.

BREVE DESCRIÇÃO DAS ILUSTRAÇÕES

A Figura 1 é um gráfico de barras que ilustra um formação da percentagem de um produto pesado como uma função de certas condições de processamento;

A Figura 2 é um gráfico de barras que ilustra a redução do n-hexanal como uma função de certas condições de processamento;

A Figura 3 é um gráfico de barras que ilustra a concentração do n-hexanal e do produto pesado como uma função do pH;

A Figura 4 é um gráfico de barras tri-dimensional que ilustra a redução do n-hexanal como uma função do tempo, do calor e dos equivalentes molares da dietilenotriamina (DETA);

A Figura 5 é um gráfico de barras tri-dimensional que ilustra a redução do n-hexanal como uma função do tempo, do calor e dos equivalentes molares da trietilenotetramina (TETA);

A Figura 6 é um gráfico de barras tri-dimensional que ilustra a redução do n-hexanal como uma função da adição de DETA, da adição de TETA e do calor;

A Figura 7 é um gráfico de barras tri-dimensional que ilustra a redução do n-hexanal como uma função de certas condições de processamento a um pH de 8 e

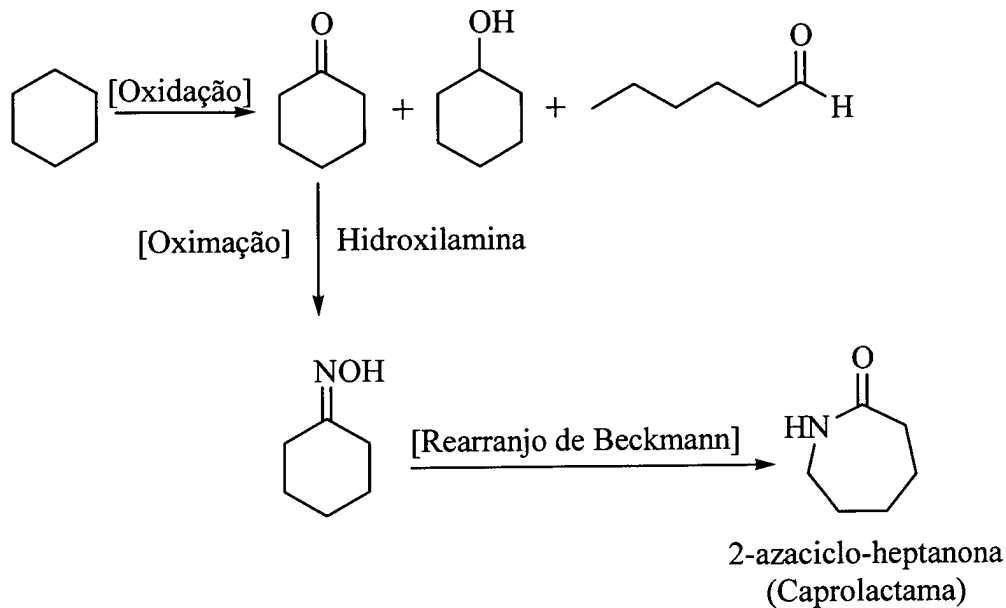
5 A Figura 8 é um gráfico de linha que ilustra uma percentagem da redução de n-hexanal como uma função do pH e do tipo da amina.

DESCRIÇÃO DETALHADA DE UMA MODALIDADE PREFERIDA

10 É fornecido um método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo. A corrente do processo da invenção em questão inclui uma alcanona e as impurezas à base de aldeído. A alcanona na corrente do processo é um produto desejado de uma oxidação de um alcano. A oxidação do alcano produz a alcanona, um álcool e as impurezas à base de aldeído, além das impurezas sem ser à base de aldeído tais como peróxidos, éteres e dióis.

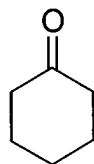
15 Preferivelmente, a corrente do processo inclui uma alcanona cíclica como um produto desejado de uma oxidação de um alcano cíclico. Se o método da invenção em questão incluir a alcanona cíclica, a alcanona cíclica pode ser usada na síntese de uma caprolactama, que pode ser polimerizada para formar um produto final de nylon. Quaisquer impurezas à base de aldeído presentes com uma alcanona cíclica na corrente do processo
20 podem contaminar a síntese da caprolactama e reduzir a viabilidade comercial da caprolactama. Portanto, as impurezas à base de aldeído são de preferência minimizadas.

25 A síntese da caprolactama inclui a reação da alcanona cíclica com uma amina para formar uma oxima. A oxima rearranja-se quimicamente para formar a caprolactama. Um exemplo da caprolactama inclui a 2-azacicloheptanona. A caprolactama pode ser polimerizada para formar o produto final de nylon que é comercializado. Uma amostra de esquema químico sintético para a síntese da caprolactama é ilustrada a seguir.



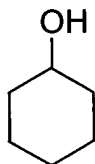
Para completar eficientemente a síntese da caprolactama, as impurezas à base de aldeído devem ser separadas de uma alcanona cíclica. Se as impurezas à base de aldeído não forem separadas, a síntese não irá se processar com alto rendimento.

- 5 A alcanona cíclica que é usada para formar a caprolactama está, de preferência, presente na corrente do processo. Se incluída na corrente do processo, a alcanona cíclica de preferência inclui, porém não está limitada a, ciclo-hexil cetona. No entanto, a alcanona cíclica pode também incluir ciclopentanonas, ciclo-heptanonas, ciclooctanonas e combinações das mesmas. A ciclo-hexil cetona pode ser substituída ou não substituída. Se não
- 10 substituída, a ciclo-hexil cetona é comumente denominada ciclo-hexanona. Para as finalidades descritivas apenas, uma estrutura química de ciclo-hexil cetona não substituída (isto é, ciclo-hexanona) está ilustrada a seguir.

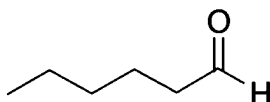


- Além da alcanona presente na corrente do processo, o álcool
- 15 também pode estar presente na corrente do processo, originando-se da oxidação do alceno. O álcool que pode estar presente na corrente do processo de preferência inclui, mas não está limitada a, um álcool cíclico. Mais

preferivelmente ainda, o álcool, se presente, inclui o álcool ciclo-hexílico. Para fins descritivos apenas, uma estrutura química de álcool ciclo-hexílico está ilustrada a seguir.



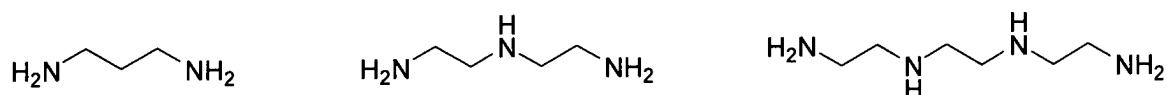
As impurezas à base de aldeído que reduzem a viabilidade comercial da caprolactama e que estão presentes na corrente do processo incluem, porém não estão limitadas a, um hexanal. Tipicamente, as impurezas à base de aldeído incluem n-hexanal. Para fins descritivos apenas, uma estrutura química do n-hexanal está ilustrada a seguir.



O método para minimizar impurezas à base de aldeído na corrente do processo geralmente as etapas de introdução da amina na corrente do processo para formar um produto pesado e separar a alcanona do produto pesado. A etapa de separação da alcanona do produto pesado está discutida a seguir com mais detalhes.

Preferivelmente, a amina introduzida na corrente do processo inclui aminas monoméricas, aminas poliméricas e combinações das mesmas. A terminologia “amina polimérica” inclui qualquer molécula inclusive $[-RN-(CR_2)_m-NR-]_n$, em que R inclui um hidrogênio ou um grupo hidrocarboneto que inclui qualquer hidrocarboneto de cadeia reta, ramificada ou cíclica, m inclui qualquer número inteiro de preferência desde 1 até 10, mais preferivelmente desde 2 até 6 e mais preferivelmente desde 2 até 3 e n inclui qualquer número inteiro de preferência de desde 1 até 10, mais preferivelmente de desde 2 até 6 e mais preferivelmente ainda de desde 2 até 3. É considerado que a terminologia “amina polimérica” também inclui uma molécula que tenha qualquer tipo de cadeia principal polimérica que tenha

funcionalidade amina na cadeia principal polimérica. Mais preferivelmente ainda a amina inclui etilenodiamina, dietilenotriamina (DETA), trietilenotetramina (TETA) e combinações das mesmas. Isto é, é necessária apenas uma amina para ser introduzida na corrente do processo, porém pode ser introduzida uma combinação na corrente do processo. Para finalidades descritivas apenas, as estruturas químicas de etilenodiamina, DETA e TETA, são apresentadas a seguir, respectivamente.



A amina é de preferência introduzida na corrente do processo em uma quantidade de desde 0,1 até 10 e mais preferivelmente ainda de desde 0,5 até 3 equivalentes molares da amina comparada à impurezas à base de aldeído.

A amina pode ser introduzida na corrente do processo em vários pontos. Preferivelmente, a amina é introduzida em um recipiente para o processo ou em uma linha do processo, tal como uma torre de destilação, depois que a alcanona e as impurezas à base de aldeído são formadas pela oxidação do alceno. Como tal, a torre de destilação inclui a alcanona e as impurezas à base de aldeído quando for introduzida uma amina.

A introdução da amina na corrente do processo pode incluir a etapa de interação da amina com as impurezas à base de aldeído para formar o produto pesado. O produto pesado formado pela interação da amina com as impurezas à base de aldeído inclui uma imina. A imina tem um ponto de ebulição mais alto do que a alcanona ou as impurezas à base de aldeído. Portanto, se desejado, o ponto de ebulição mais alto da imina pode ser explorado para fins de destilação.

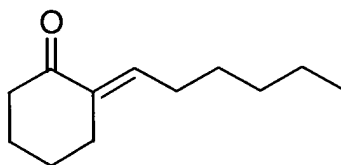
A etapa de interação da amina também pode incluir a etapa de reagir quimicamente a alcanona com as impurezas à base de aldeído para formar uma alquilenil alcanona como o produto pesado. Sem que se pretenda ser limitado por qualquer teoria em particular, acredita-se que a amina possa

facilitar a formação da alquilenil alcanona. Preferivelmente, se uma alcanona cíclica for incluída na corrente do processo, a alcanona cíclica irá reagir quimicamente com as impurezas à base de aldeído para formar uma alquilenil alcanona cíclica.

5 A terminologia “alquilenil alcanona cíclica” refere-se a um composto químico que inclui um grupamento alcanona cíclica representado como $O=C_mR_n$ - e um grupamento alquilenila representado como $-C_kR_p$. Referindo-se a um grupamento alcanona cíclica, $O=C_mR_n$ - inclui uma molécula cíclica em que m inclui qualquer número inteiro de desde 3 até 10, n
10 inclui qualquer número inteiro de desde (2m menos 4) até (2m menos 3) e R inclui um grupo hidrogênio, um grupo alquila ou alquenila que tem até 6 átomos de carbono e combinações dos mesmos. Referindo-se agora a um grupamento alquilenila, $-C_kR_p$ inclui uma molécula alquilenila linear em que k inclui qualquer número inteiro de desde 2 até 10, p inclui qualquer número
15 inteiro de desde (2k menos 1) até (2k) e R inclui um grupo hidrogênio, um grupo alquila ou alquenila que tem até 6 átomos de carbono e combinações dos mesmos.

Tipicamente, se formado a alquilenil alcanona cíclica inclui, porém não está limitada a, uma alquilenil hexanona cíclica. Sem que se
20 pretenda estar limitado por qualquer teoria em particular, acredita-se que se a ciclo-hexil cetona for reagida com o n-hexanal, será formada uma alquilenil hexanona cíclica específica, a 2-hexilideno-ciclo-hexanona. As fórmulas químicas representativas da 2-hexilideno-ciclo-hexanona incluem $O=C_6H_8=C_6H_{12}$ e $O=C_6H_9-C_6H_{11}$ dependendo de onde está localizada uma
25 dupla ligação.

Para fins descritivos apenas, uma estrutura química de 2-hexilideno-ciclo-hexanona acha-se ilustrada a seguir.



Como a imina, a alquilenil alcanona também tem um ponto de ebulição mais alto do que a alcanona ou as impurezas à base de aldeído. Como tal, o ponto de ebulição mais alto da alquilenil alcanona também pode ser explorado para fins de destilação.

5 A amina pode ser introduzida na corrente do processo por injeção. Se a amina for injetada na corrente do processo, é preferível que a amina seja injetada na torre de destilação, como introduzido acima.

Referindo-se agora à etapa de separação da alcanona do produto pesado, isto é, a imina e/ou a alquilenil alcanona, a etapa pode incluir
10 a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona. Se o produto pesado e a alcanona forem destilados, é preferível que a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona inclua a etapa de destilação a uma temperatura de desde 150 °C até 170 °C e mais preferivelmente de desde 155 °C até 165 °C.

Em aplicações comerciais, é mais preferível ainda que a
15 corrente do processo sofra uma série de destilações em múltiplas torres de destilação para separar adequadamente a alcanona do produto pesado. Se a corrente do processo sofrer a série de destilações, uma primeira destilação em uma primeira torre de destilação, sem a amina, pode remover uma parte das impurezas à base de aldeído como um produto de topo. A terminologia
20 “produto de topo” refere-se a um composto removido de um topo de uma torre de destilação. Embora uma parte das impurezas à base de aldeído possa ser removida como o produto de topo, a alcanona pode permanecer em um fundo da primeira torre de destilação e ser removida como um produto de fundo. A terminologia “produto de fundo” refere-se a um composto removido
25 do fundo de uma torre de destilação. Na primeira destilação, a corrente do processo é de preferência destilada a uma temperatura de desde 120 °C até 140 °C e mais preferivelmente de desde 128 °C até 132 °C.

Para ajudar na minimização do n-hexanal na corrente do processo no fundo da primeira torre de destilação, a amina pode ser introduzida no fundo da primeira torre de destilação. Como explicado acima, se a amina for introduzida na primeira torre de destilação, a amina pode reagir quimicamente com a alcanona para formar a imina e a alcanona pode reagir quimicamente com as impurezas à base de aldeído para formar a alquilenil alcanona como os produtos pesados, respectivamente. Se a amina for introduzida no fundo da primeira torre de destilação, a corrente do processo que inclui a alcanona, algumas impurezas à base de aldeído restantes e os produtos pesados de preferência escoam como o produto de fundo para uma segunda torre de destilação para uma segunda destilação. Se a segunda destilação ocorrer na segunda torre de destilação, a corrente do processo, neste ponto, de preferência inclui apenas a alcanona e os produtos pesados. Deve ser entendido que as impurezas à base de aldeído restantes podem estar inevitavelmente presentes na corrente do processo em virtude da remoção incompleta como o produto de topo na primeira destilação ou reação química incompleta com a alcanona. Preferivelmente, a alcanona pura é removida como o produto de topo de um topo da segunda torre de destilação e a corrente do processo escoam como o produto de fundo em um fundo da terceira torre de destilação. Na segunda torre de destilação, a corrente do processo é de preferência destilada a uma temperatura de desde 150 °C até 170 °C e mais preferivelmente de desde 155 °C até 165 °C.

Se a corrente do processo escoar para dentro da terceira torre de destilação, a corrente do processo de preferência inclui somente os produtos pesados. Deve ser entendido que as impurezas à base de aldeído restantes e a alcanona restante podem continuar a estar inevitavelmente presentes na corrente do processo com os produtos pesados. Se a corrente do processo for destilada na terceira torre de destilação, os produtos pesados de preferência permanecem no fundo da terceira torre de destilação. É

considerado que os produtos pesados podem escoar como produtos de fundo em outras torres de destilação para destilação adicional, se necessário.

Em uma outra modalidade da invenção em questão, a invenção em questão pode incluir a etapa de ajuste de um pH da corrente do processo em vários pontos no método. Se o pH da corrente do processo for ajustado, ele é de preferência ajustado até desde 2 até 7. Mais preferivelmente, o pH é ajustado a desde 3 até 5. A etapa de ajuste do pH da corrente do processo pode incluir a etapa de adição de um ácido à corrente do processo. Preferivelmente o ácido inclui, mas não está limitado a, um ácido orgânico. Mais preferivelmente o ácido inclui ácido fórmico.

Opcionalmente, a corrente do processo que inclui a amina pode ser aquecida a vários pontos no método. Sem que se pretenda ficar preso à teoria, acredita-se que o aquecimento da corrente do processo aumenta uma reação química cinética das impurezas à base de aldeído e da alcanona, ajudando assim a minimizar as impurezas à base de aldeído. Se a corrente do processo for aquecida, a corrente do processo é preferivelmente aquecida até desde 130 °C até 170 °C e mais preferivelmente de desde 130 °C até 150 °C.

O método, de acordo com a invenção em questão, que minimiza as impurezas à base de aldeído na corrente do processo fornece múltiplas vantagens, inclusive diminuindo os custos da produção industrial. O método utiliza a amina para formar os produtos pesados. Como explicado acima, a formação dos produtos pesados é vantajosa porque ela permite a separação dos produtos pesados da alcanona pura. Pela formação dos produtos pesados, a amina reduz significativamente os níveis das impurezas à base de aldeído na corrente do processo, que inclui a alcanona. A amina também minimiza possível autocondensação das alcanonas, o que elevaria os custos de produção industrial pela perda da alcanona desejada.

Referindo-se agora à Figura 1, a adição de hidróxido de potássio a uma mistura 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico é

ilustrada como um controle que representa a técnica anterior da adição do hidróxido de potássio às alcanonas cíclicas. A adição do hidróxido de potássio à mistura aumenta bastante a formação dos produtos pesados que inclui o produto de autocondensação da alcanona cíclica e de um β -hidroxialdeído, como divulgado na técnica anterior. A Figura 1 também ilustra que a adição de da DETA e da TETA à mistura de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico que inclui o n-hexanal diminui bastante a formação de dos produtos pesados diminuindo desse modo o produto de autocondensação da ciclo-hexil cetona e reduzindo os custos de produção.

Referindo-se agora à Figura 2, a adição do hidróxido de potássio a uma mistura de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico que inclui o n-hexanal é ilustrada como um controle que representa a técnica anterior da adição do hidróxido de potássio às alcanonas cíclicas. A adição do hidróxido de potássio à mistura removia totalmente o n-hexanal na mistura. A Figura 2 também ilustra que a adição do DETA e do TETA à mistura diminuiu bastante a concentração do n-hexanal na mistura. Portanto, a adição do DETA ou do TETA à mistura é eficaz para a redução das impurezas à base de aldeído na corrente do processo.

Em ambas as Figuras 1 e 2, a terminologia “Inicial” indica que não foi adicionada amina alguma às misturas de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico. A terminologia “Depois da adição de DETA” indica que 1,5 equivalente molar do DETA ao n-hexanal foi adicionado às misturas de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico. A terminologia “Depois da adição de TETA” indica que 1,5 equivalente molar do TETA ao n-hexanal foi adicionado às misturas de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico. A terminologia “Depois de KOH indica” que 1,5 equivalente molar de hidróxido de potássio ao n-hexanal foi adicionado às misturas de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico, como divulgado na técnica anterior. Em todas as condições

mencionadas antes, as misturas foram deixadas em refluxo durante 10 minutos depois da adição de uma amina à mistura de 50:50 e foram realizadas medidas em cromatografia gasosa depois de 10 minutos de refluxo das misturas de 50:50.

5 Referindo-se agora à Figura 3, é ilustrada a adição do ácido fórmico às misturas de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico que incluem o n-hexanal. A adição do ácido fórmico ajusta o pH das misturas até 2, 3, 4 ou 5. A Figura 3 também demonstra que uma diminuição no pH resulta em uma diminuição na formação dos produtos pesados e em uma
10 diminuição na concentração de n-hexanal nas misturas. Portanto, um menor pH das misturas pode resultar em menores custos de produção que resultariam da perda de uma alcanona cíclica.

 Na Figura 3, a terminologia “5” indica que o ácido fórmico foi adicionado a uma mistura de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-
15 hexílico para ajustar o pH até 5. 1 equivalente molar da DETA ao n-hexanal foi adicionado à mistura. A terminologia “4” indica que o ácido fórmico foi adicionado a uma mistura de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico para ajustar o pH até 4. 1 equivalente molar da DETA ao n-hexanal foi adicionado à mistura. A terminologia “3” indica que o ácido fórmico foi
20 adicionado a uma mistura de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico para ajustar o pH até 3. 1 equivalente molar da DETA ao n-hexanal foi adicionado à mistura. A terminologia “2” indica que o ácido fórmico foi adicionado a uma mistura de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico para ajustar o pH até 2. 1 equivalente molar da DETA ao n-hexanal
25 foi adicionado à mistura. Em todas as condições mencionadas antes, foram realizadas medidas de cromatografia depois da adição de DETA às misturas de 50:50.

 Referindo-se agora às Figuras 4 e 5, aproximadamente 400 ppm do n-hexanal foram adicionados às misturas de 50:50 da ciclo-hexil

cetona e do álcool ciclo-hexílico tal que podia ser medida uma degradação do n-hexanal por meio de medidas em cromatografia gasosa. As misturas de 50:50 foram ajustadas até um pH de 6 com a adição do ácido fórmico. A DETA e a TETA foram adicionadas às misturas de 50:50 sob refluxo em 0,5, 1, 1,5, 2 e 2,5 equivalentes molares ao n-hexanal. Foram realizadas medidas em cromatografia gasosa nos tempos zero, depois de 10 minutos de refluxo antes da adição da amina, nos tempos zero depois da adição da DETA ou da TETA e nos tempos de 3, 6, 10 e 30 minutos depois da adição da DETA ou da TETA. As Figuras 4 e 5 também apresentam a redução do n-hexanal como uma função do tempo, calor e equivalentes molares da DETA ou da TETA. As Figuras 4 e 5 também apresentam uma diminuição substancial na concentração do n-hexanal nas misturas depois da adição da DETA ou da TETA. Portanto, depois do ajuste do pH, a adição da amina e da adição de calor, as impurezas à base de aldeído na corrente do processo são reduzidas, diminuindo desse modo os custos de produção.

Referindo-se agora à Figura 6, aproximadamente 400 ppm do n-hexanal foram adicionados às misturas de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico tal que pudesse ser medida uma degradação do n-hexanal pelas medidas em cromatografia gasosa. As misturas de 50:50 foram ajustadas até um pH de 6 com a adição do ácido fórmico. A mistura foi separada em múltiplas amostras, foi adicionada a DETA ou a TETA às amostras e algumas amostras foram aquecidas. A Figura 6 apresenta uma pequena redução na concentração de n-hexanal somente com adição de calor. A Figura 6 também apresenta uma maior redução na concentração de n-hexanal com adição da DETA ou da TETA e calor opcional. Portanto, por ajuste do pH, adição de uma amina e adição de calor, as impurezas à base de aldeído na corrente do processo são reduzidas, diminuindo desse modo os custos de produção.

Referindo-se agora à Figura 7, é ilustrada uma redução na

concentração de n-hexanal com adição da DETA ou da TETA e de calor opcional. Foram adicionados aproximadamente 400 ppm do n-hexanal às misturas de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico tal que podia ser medida uma degradação do n-hexanal pelas medidas em cromatografia gasosa. As misturas de 50:50 não foram ajustada até um pH de 8. A mistura foi separada em múltiplas amostras, foi adicionado a DETA ou a TETA às amostras e algumas das amostras foram aquecidas.

A Figura 7 representa uma pequena redução na concentração do n-hexanal apenas com adição de calor. A Figura 7 também representa uma maior redução na concentração de n-hexanal com adição da DETA ou da TETA e calor opcional. Portanto, pela adição de uma amina e adição de calor, as impurezas à base de aldeído na corrente do processo são reduzidas, diminuindo desse modo os custos de produção.

Referindo-se agora à Figura 8, a DETA e a TETA reduzem eficazmente a concentração de n-hexanal em uma corrente do processo inclusive ciclo-hexil cetona e n-hexanal. O n-hexanal foi adicionado às misturas de 50:50 da ciclo-hexil cetona e do álcool ciclo-hexílico tal que pudesse ser medida uma degradação do n-hexanal por medidas em cromatografia gasosa. As misturas de 50:50 foram ajustadas até um pH de 3,1, 4,5, 5,6 e 8 com adição do ácido fórmico. 3 equivalentes molares de aminas do n-hexanal foram adicionados às misturas. As medidas em cromatografia gasosa foram realizadas antes e depois de 60 minutos de refluxo das misturas. Portanto, a Figura 8 demonstra que a DETA e a TETA são as aminas mais eficazes para a redução das impurezas à base de aldeído na corrente do processo, maximizando-se desse modo a redução dos custos de produção.

Os exemplos a seguir geralmente ilustram a natureza da invenção e não devem ser considerados como limitativos da invenção. A não ser se for indicado de outra maneira, todas as partes são fornecidas como

partes por milhão.

EXEMPLOS

O método para minimizar as impurezas à base de aldeído na corrente do processo inclusive a alcanona e as impurezas à base de aldeído inclui a introdução da amina na corrente do processo para formar o produto pesado. A amina interage com a alcanona e com as impurezas à base de aldeído para formar o produto pesado e é considerado que pode ser formado mais do que um produto pesado. O produto pesado é separado da alcanona, de preferência por destilação.

De acordo com a invenção em questão, as aminas foram adicionadas às misturas de 50:50 de ciclo-hexil cetona e álcool ciclo-hexílico que incluem o n-hexanal. As aminas interagiram com o n-hexanal para formar a imina. A ciclo-hexil cetona interagiu com o n-hexanal, na presença da amina, para formar a 2-hexilideno-ciclo-hexanona.

TABELA 1

Redução do n-Hexanal como uma Função da DETA Adicionada								
4,6 Equivalentes de DETA Adicionados; pH = 4,6			8,8 equivalentes de DETA Adicionados; pH = 4,5			13,4 equivalentes de DETA Adicionados; pH = 4,5		
n-Hexanal [ppm]	Tempo (h)	% de Redução de n-Hexanal	n-Hexanal (ppm)	Tempo (h)	% de Redução de n-Hexanal	n-Hexanal (ppm)	Tempo (h)	% de Redução de n-Hexanal
415	Antes da Adição	0	415	Antes da Adição	0	415	Antes da Adição	0
53	0,1	87,2	35	0,1	91,6	26	0,1	93,7
50	0,5	88	31	0,5	92,5	22	0,5	94,7
49	12	88,2	29	12	93	20	12	95,2

A Tabela 1 apresenta a redução do n-hexanal em uma mistura de 50:50 de ciclo-hexil cetona e álcool ciclo-hexílico que inclui 415 partes por milhão de n-hexanal no tempo 0. O pH da mistura foi ajustado com adição de ácido fórmico. A Tabela 1 também apresenta DETA adicionada em três quantidades às amostras idênticas da mistura. As amostras foram agitadas à temperatura ambiente e as medidas em cromatografia gasosa das amostras foram realizadas nos tempos 0, 0,1, 0,5 e 12 horas depois da adição de DETA.

TABELA 2

Redução do n-Hexanal como uma Função da DETA Adicionada					
DETA Adicionada; pH = 8; Temperatura Ambiente; n-Hexanal [ppm]					
Tempo (h)	1 Equiv. Molar	2 Equiv. Molar	3 Equiv. Molar	4 Equiv. Molar	5 Equiv. Molar
Antes da Adição	324	324	324	324	324
0,1	123	105	94	88	84
0,5	114	100	89	84	80
1	106	93	86	78	79
12	86	78	77	72	70

A Tabela 2 apresenta a redução do n-hexanal em uma mistura de 50:50 de ciclo-hexil cetona e álcool ciclo-hexílico que inclui 324 partes por milhão de n-hexanal no tempo 0. O pH da mistura não foi ajustado em 8. A Tabela 2 também apresenta DETA adicionada em cinco quantidades a cinco amostras idênticas em 1, 2, 3, 4 e 5 equivalentes molares ao n-hexanal. As amostras foram agitadas à temperatura ambiente e medidas em cromatografia gasosa foram realizadas nos tempos 0, 0,1, 0,5, 1 e 12 horas depois da adição de DETA.

10 TABELA 3

Redução do n-Hexanal como uma Função da DETA Adicionada					
DETA Adicionada; pH = 4,5; Temperatura Ambiente; n-Hexanal [ppm]					
Tempo (h)	1 Equiv. Molar	2 Equiv. Molar	3 Equiv. Molar	4 Equiv. Molar	5 Equiv. Molar
Antes da Adição	305	305	305	305	305
0,1	48	34	35	30	32
0,5	38	36	34	32	29
1	38	35	33	31	30
12	36	32	27	23	22

A Tabela 3 apresenta a redução do n-hexanal em uma mistura de 50:50 de ciclo-hexil cetona e álcool ciclo-hexílico que inclui 305 partes por milhão de n-hexanal no tempo 0. O pH da mistura foi ajustado até 4,5 com adição de ácido fórmico. A Tabela 3 também apresenta DETA adicionada em cinco quantidades a cinco amostras idênticas em um, dois, três, quatro e cinco equivalentes molares ao n-hexanal. As amostras foram agitadas à temperatura ambiente e foram realizadas medidas em cromatografia gasosa das amostras

nos tempos 0, 0,1, 0,5, 1 e 12 horas depois da adição de DETA.

TABELA 4

Redução do n-Hexanal como uma Função da TETA Adicionada					
TETA Adicionada; pH = 8; Temperatura Ambiente; n-Hexanal [ppm]					
Tempo (h)	1 Equiv. Molar	2 Equiv. Molar	3 Equiv. Molar	4 Equiv. Molar	5 Equiv. Molar
Antes da Adição	324	324	324	324	324
0,1	198	142	125	102	94
0,5	174	127	108	95	88
1	176	115	101	92	82
12	194	131	96	83	87

A Tabela 4 apresenta a redução do n-hexanal em uma mistura de 50:50 deciclo-hexil cetona e álcool ciclo-hexílico que inclui 324 partes por milhão de n-hexanal no tempo 0. O pH da mistura não foi ajustado até 8. A Tabela 4 também apresenta TETA adicionada em cinco quantidades a cinco amostras idênticas em 1, 2, 3, 4 e 5 equivalentes molares ao n-hexanal. As amostras foram agitadas à temperatura ambiente e foram realizadas medidas em cromatografia gasosa das amostras nos tempos 0, 0,1, 0,5, 1 e 12 horas depois da adição de TETA.

TABELA 5

Redução do n-Hexanal como uma Função da TETA Adicionada					
TETA Adicionada; pH = 4,5; Temperatura Ambiente; n-Hexanal [ppm]					
Tempo (h)	1 Equiv. Molar	2 Equiv. Molar	3 Equiv. Molar	4 Equiv. Molar	5 Equiv. Molar
Antes da Adição	318	318	318	318	318
0,1	47	38	31	32	27
0,5	31	35	30	30	25
1	33	30	28	30	25
12	45	34	27	24	26

A Tabela 5 apresenta redução do n-hexanal em uma mistura de 50:50 deciclo-hexil cetona e álcool ciclo-hexílico que inclui 318 partes por milhão de n-hexanal no tempo 0. O pH da mistura foi ajustado até 4,5 com adição de ácido fórmico. A Tabela 5 também apresenta TETA adicionada em cinco quantidades a cinco amostras idênticas em 1, 2, 3, 4 e 5 equivalentes molares ao n-hexanal. As amostras foram agitadas à temperatura ambiente e

foram realizadas medidas em cromatografia gasosa das amostras nos tempos 0, 0,1, 0,5, 1 e 12 horas depois da adição de TETA.

TABELA 6

Redução do n-Hexanal Depois de 60 Minutos de Refluxo como uma Função da Amina Adicionada						
	pH = 3,1			pH = 4,5		
Amina (3 Equiv. Molar)	Inicial ppm	Final ppm	% de Redução do n-Hexanal	Inicial ppm	Final ppm	% de Redução do n-Hexanal
Hexametileno Diamina	320	74	77	360	0	100
Ciclo-hexilamina	283	94	67	254	44	83
Hexilamina	296	48	84	312	84	77
Fenilhidrazina	292	224	24	307	218	29
Isobutilamina	270	64	69	273	23	92
Octilamina	276	200	28	273	206	25
Nonilamina	208	178	80	209	34	84
DETA	250	18	93	260	15	94
TETA	344	24	93	375	21	95

A Tabela 6 apresenta a redução percentual de n-hexanal em misturas de 50:50 de of ciclo-hexil cetona e álcool ciclo-hexílico que inclui n-hexanal no tempo 0. O pH das misturas foi ajustado até 3,1 ou 4,5 com adição de ácido fórmico. A Tabela 6 também apresenta aminas adicionadas a nove amostras em 3 equivalentes molares ao n-hexanal. Foram realizadas medidas em cromatografia gasosa das amostras antes e depois de 60 minutos de refluxo das amostras.

TABELA 7

Redução do n-Hexanal Depois de 60 Minutos de Refluxo como uma Função da Amina Adicionada						
	pH = 5,6			pH = 8		
Amina (3 Equiv. Molar)	Inicial ppm	Final ppm	% de Redução do n-Hexanal	Inicial ppm	Final ppm	% de Redução do n-Hexanal
Hexametileno Diamina	305	153	50	280	213	24
Ciclo-hexilamina	207	104	50	191	185	3
Hexilamina	322	79	74	300	281	73
Fenilhidrazina	342	303	12	324	323	0
Isobutilamina	285	81	76	246	128	48
Octilamina	306	218	29	312	245	22
Nonilamina	207	35	84	210	131	38
DETA	255	20	92	251	25	90
TETA	301	17	95	270	31	89

A Tabela 7 apresenta a redução percentual do n-hexanal em

misturas de 50:50 de ciclo-hexil cetona e álcool ciclo-hexílico que inclui o n-hexanal. O pH das misturas foi ajustado até 5,6 ou 8 com adição de ácido fórmico. A Tabela 7 também apresenta aminas adicionadas a nove amostras em 3 equivalentes molares ao n-hexanal. Foram realizadas medidas em cromatografia gasosa das amostras antes e depois de 60 minutos de refluxo das amostras.

TABELA 8

Redução do n-Hexanal e da Ciclo-hexil Cetona como uma Função do Tipo Amina				
Amina	FW	Ponto de Ebulição (°C)	% de Redução da Alcanona cíclica	% de Redução do n-Hexanal
Ciclo-hexil cetona + Álcool ciclo-hexílico	N/A	N/A	< 5%	0
Difenilamina	169,23	302	0	0
Melamina	126,12	N/A	0	4
Anilina	93,13	184	0	5
Ciclo-hexilamina	99,18	134	< 5%	5
Acetamida	59,07	221	0	6
Octilamina	129,25	175-177	< 5%	22
Hexametileno Diamina	116,21	204	< 5%	24
Nonilamina	143,27	201	< 5%	38
Isobutilamina	73,14	64-71	< 5%	48
Hexilamina	101,19	131-132	< 5%	73
TETA	146,24	266-267	0	89
DETA	103,17	199-209	0	90

A Tabela 8 apresenta a redução percentual do n-hexanal e da ciclo-hexil cetona em misturas de 50:50 de ciclo-hexil cetona e álcool ciclo-hexílico que inclui 300 partes por milhão de n-hexanal. A Tabela 8 apresenta as aminas adicionadas a doze amostras em 3 equivalentes molares ao n-hexanal. As amostras foram deixadas em refluxo durante trinta minutos. Depois de trinta minutos de refluxo das amostras, foram realizadas medidas em cromatografia gasosa das amostras.

A invenção foi descrita de uma maneira ilustrativa e precisa ser entendido que a terminologia que foi usada pretende estar na natureza das palavras da descrição em vez de limitação. Obviamente, são possíveis muitas modificações e variações da invenção em questão à luz dos ensinamentos acima e a invenção pode ser realizada sem ser como descrito especificamente.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo que compreende uma alcanona e as impurezas à base de aldeído, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

5 introduzir uma amina na corrente do processo para formar um produto pesado e
separar a alcanona do produto pesado.

2. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1 caracterizado pelo
10 fato de que a etapa de introdução da amina compreende a etapa de interação da amina com as impurezas à base de aldeído para formar o produto pesado.

3. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo
15 fato de que a etapa de interação da amina também compreende a etapa de reagir quimicamente a alcanona com as impurezas à base de aldeído para formar uma alquilenil alcanona como o produto pesado.

4. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo
20 fato de que a amina é selecionada do grupo que consiste de etilenodiamina, dietilenotriamina, trietilenotetramina e combinações das mesmas.

5. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo
fato de que a amina compreende a dietilenotriamina.

6. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em
25 uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a amina compreende a trietilenotetramina.

7. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo
fato de que a amina compreende o n-hexanal.

8. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que a alcanona compreende a alcanona cíclica.

5 9. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que a alcanona cíclica compreende a ciclo-hexil cetona.

10 10. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que a etapa de separação da alcanona do produto pesado compreende a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona.

15 11. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona compreende a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona a uma temperatura de desde 155°C até 165°C.

12. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que as impurezas à base de aldeído compreendem n-hexanal.

20 13. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a alcanona compreende a alcanona cíclica.

14. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que a alcanona cíclica compreende a ciclo-hexil cetona.

25 15. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina compreende a etapa de injeção da amina na corrente do processo.

16. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em

uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo fato de que a etapa de injeção da amina na corrente do processo compreende a etapa de injeção da amina em uma torre de destilação.

5 17. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa de separação da alcanona do produto pesado compreende a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona.

10 18. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de que a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona compreende a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona a uma temperatura de desde 150°C até 170°C.

15 19. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1 caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina em uma quantidade de desde 0,1 até 10 equivalentes molares da amina comparada às impurezas à base de aldeído.

20 20. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que também compreende a etapa de ajuste do pH da corrente do processo.

25 21. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de que a etapa de ajuste do pH da corrente do processo compreende a etapa de adição de um ácido à corrente do processo.

22. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que também compreende a etapa de aquecimento da corrente do processo até uma temperatura de desde 130°C até 150°C.

23. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo que compreende ciclo-hexil cetona e n-hexanal, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

5 introduzir uma amina à corrente do processo para formar um produto pesado e
destilar a ciclo-hexil cetona do produto pesado.

24. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 23, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina que compreende a etapa de
10 interação da amina com o n-hexanal para formar o produto pesado.

25. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 24, caracterizado pelo fato de que a etapa de interação da amina também compreende a etapa de reagir quimicamente a ciclo-hexil cetona com o n-hexanal para formar uma
15 alquilenil hexanona cíclica como o produto pesado.

26. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 23, caracterizado pelo fato de que a amina é selecionada do grupo que consiste de etilenodiamina, dietilenotriamina, trietilenotetramina e combinações das
20 mesmas.

27. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 23, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução de uma amina compreende a etapa de injeção da amina em uma torre de destilação.

25 28. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 23, caracterizado pelo fato de que a etapa de destilação da ciclo-hexil cetona do produto pesado compreende a destilação do produto pesado e da ciclo-hexil cetona a uma temperatura de desde 150°C até 170°C.

29. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 26, caracterizado pelo fato de que a etapa de destilação da ciclo-hexil cetona do produto pesado compreende a destilação do produto pesado e da ciclo-hexil cetona a uma temperatura de desde 155°C até 165°C.

30. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 23, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina também compreende a etapa de introdução da amina em uma quantidade de desde 0,1 até 10 equivalentes molares da amina comparado ao n-hexanal.

31. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 23, caracterizado pelo fato de que também compreende a etapa de ajuste do pH da corrente do processo.

32. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 23, caracterizado pelo fato de que também compreende a etapa de aquecimento da corrente do processo até uma temperatura de desde 130°C até 150°C.

33. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo usado na síntese of caprolactama, a corrente do processo compreendendo a ciclo-hexil cetona e o n-hexanal, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

introdução de uma amina na corrente do processo para formar um produto pesado e

destilação da ciclo-hexil cetona do produto pesado.

34. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 33, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina compreende a etapa de interação da amina com o n-hexanal para formar o produto pesado.

35. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 34, caracterizado pelo fato de que a etapa de interação da amina também compreende a etapa de reagir quimicamente a ciclo-hexil cetona com o n-hexanal para formar uma alquilenil hexanona cíclica como o produto pesado.

36. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 33, caracterizado pelo fato de que a amina é selecionada do grupo que consiste do grupo de etilenodiamina, dietilenotriamina, trietilenotetramina e combinações das mesmas.

37. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 33, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução de uma amina compreende a etapa de injeção da amina em uma torre de destilação.

38. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 33, caracterizado pelo fato de que a etapa de destilação da ciclo-hexil cetona do produto pesado compreende a etapa de destilação da ciclo-hexil cetona e do produto pesado a uma temperatura de desde 150°C até 170°C.

39. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 36, caracterizado pelo fato de que a etapa de destilação da ciclo-hexil cetona do produto pesado compreende a etapa de destilação da ciclo-hexil cetona e do produto pesado a uma temperatura de desde 155°C até 165°C.

40. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 33, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina também compreende a etapa de introdução da amina em uma quantidade de desde 0,1 até 10 equivalentes molares da amina comparada ao n-hexanal.

41. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 33, caracterizado pelo fato de que também compreende a etapa de ajuste do pH da corrente do processo.

5

42. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 33, caracterizado pelo fato de que também compreende a etapa de aquecimento da corrente do processo até uma temperatura de desde 150°C até 170°C.

FIG.1

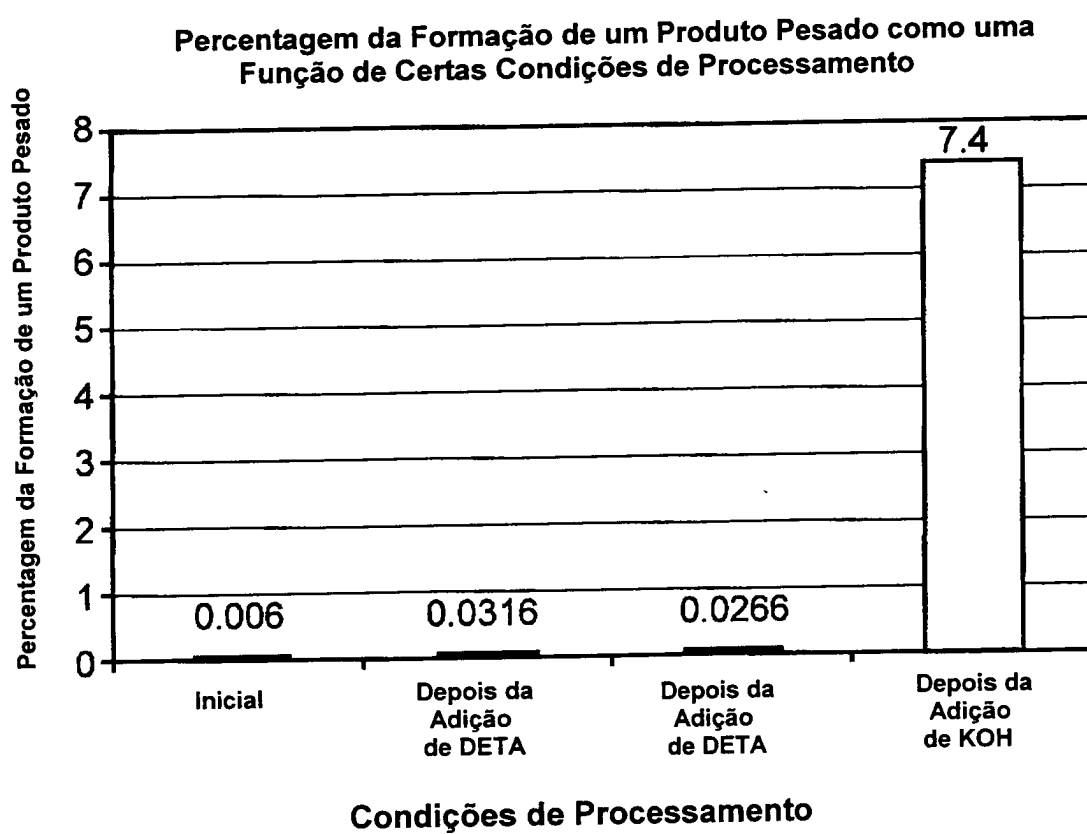


FIG.2

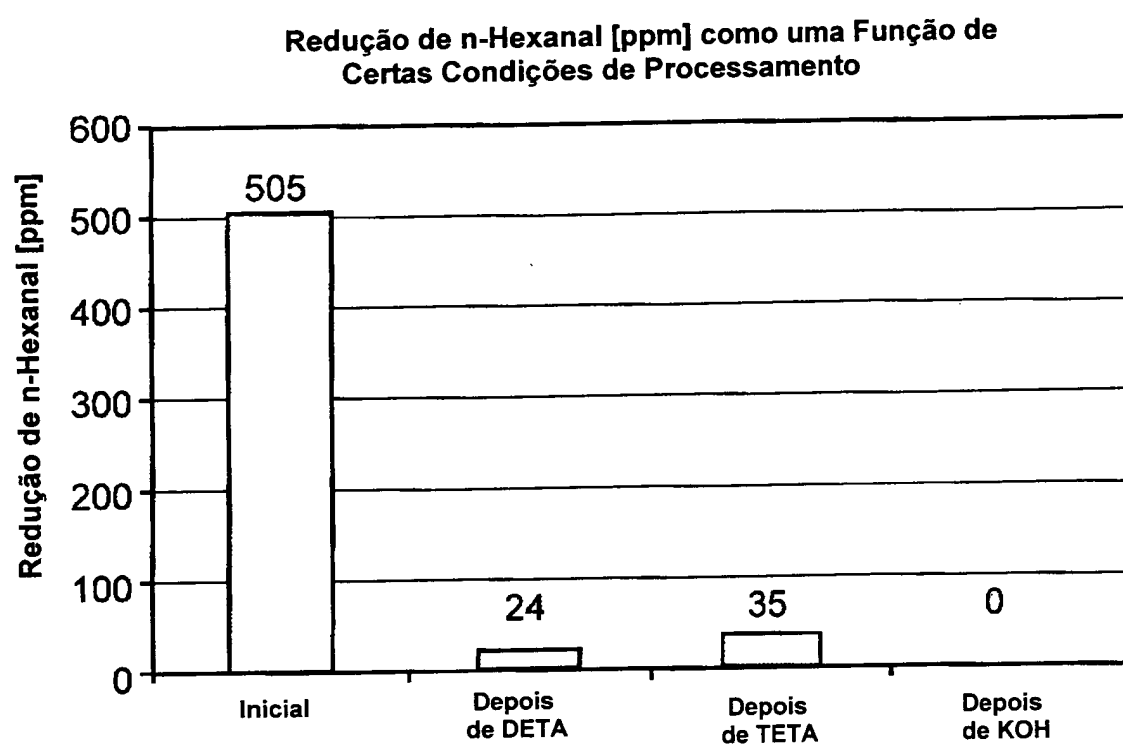


FIG.3

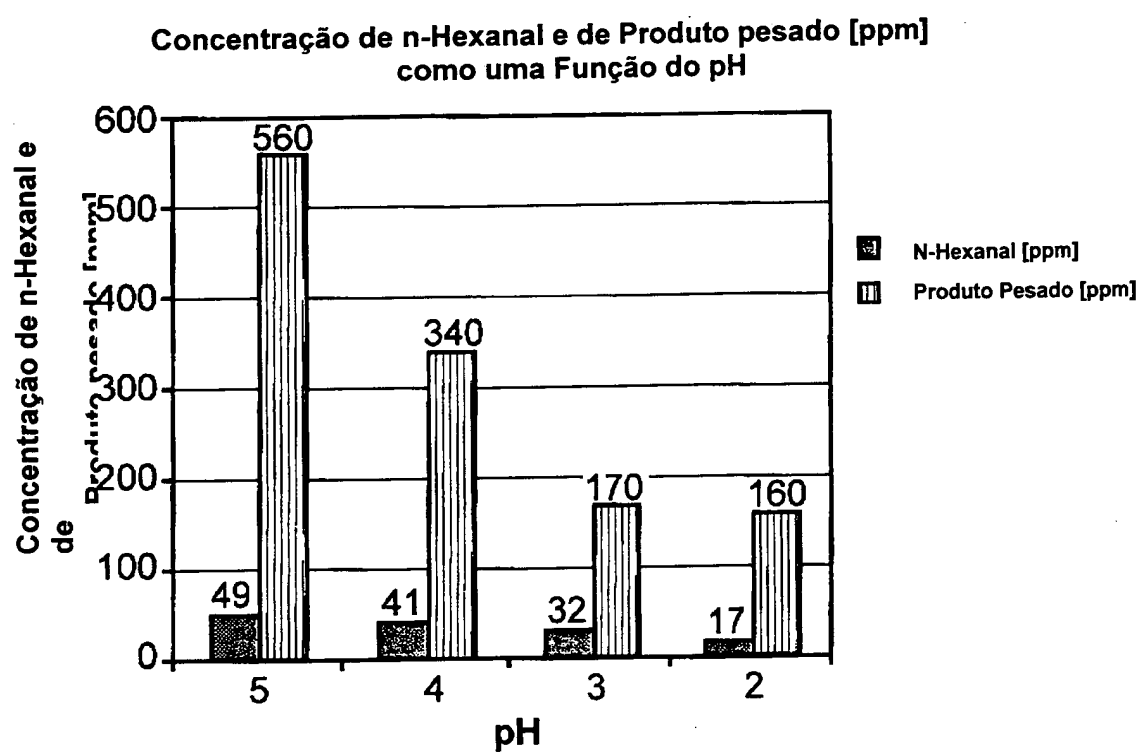


FIG.4

**Redução de n-Hexanal [ppm] como uma Função de Tempo,
Calor e Equivalentes Molares de DETA**

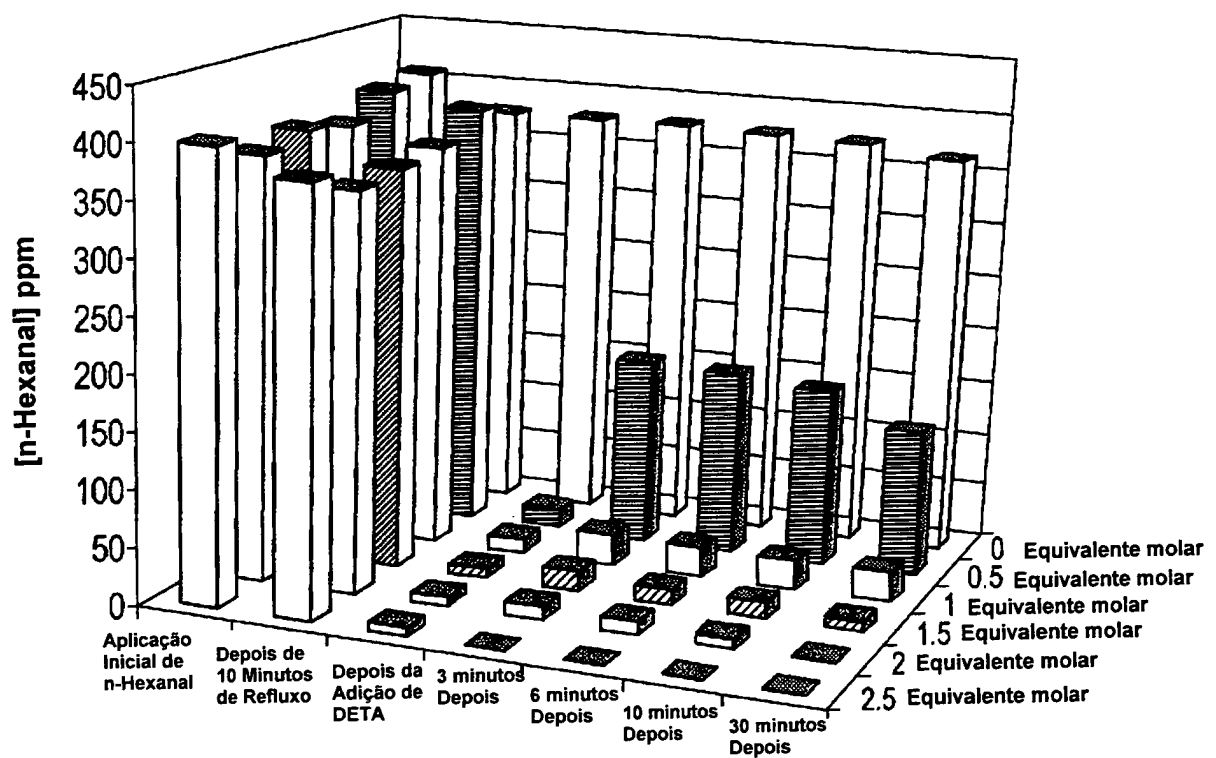


FIG.5

Redução de n-Hexanal [ppm] como uma Função de Tempo,
Calor e Equivalentes Molares de TETA

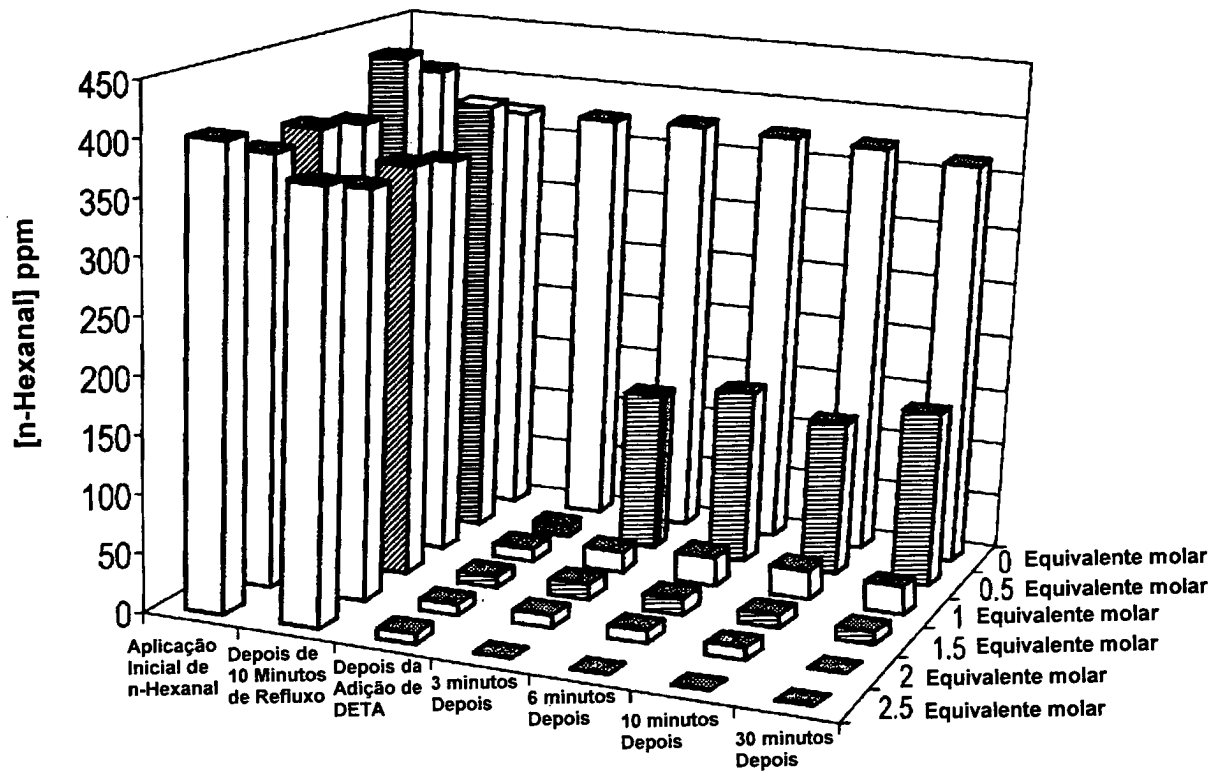


FIG.6

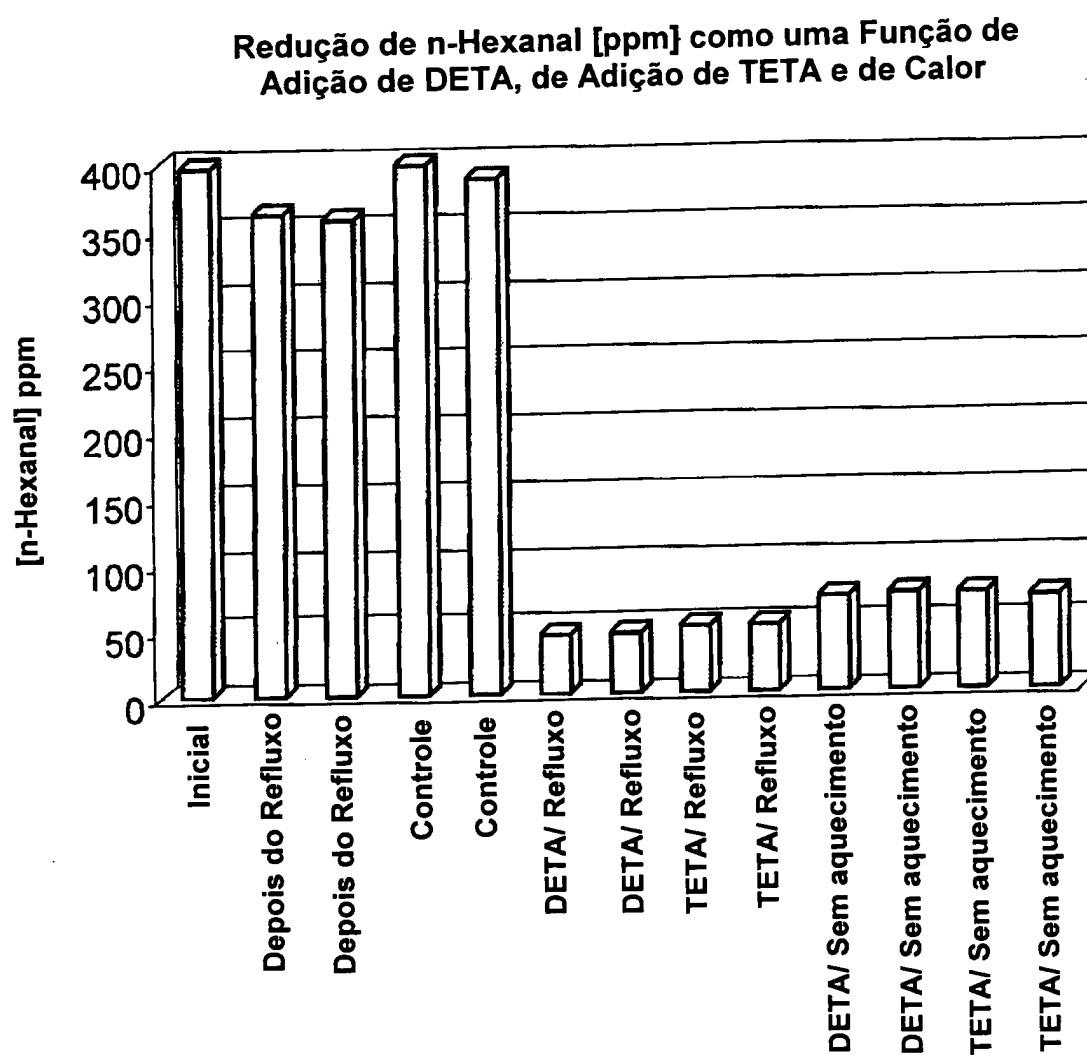


FIG.7

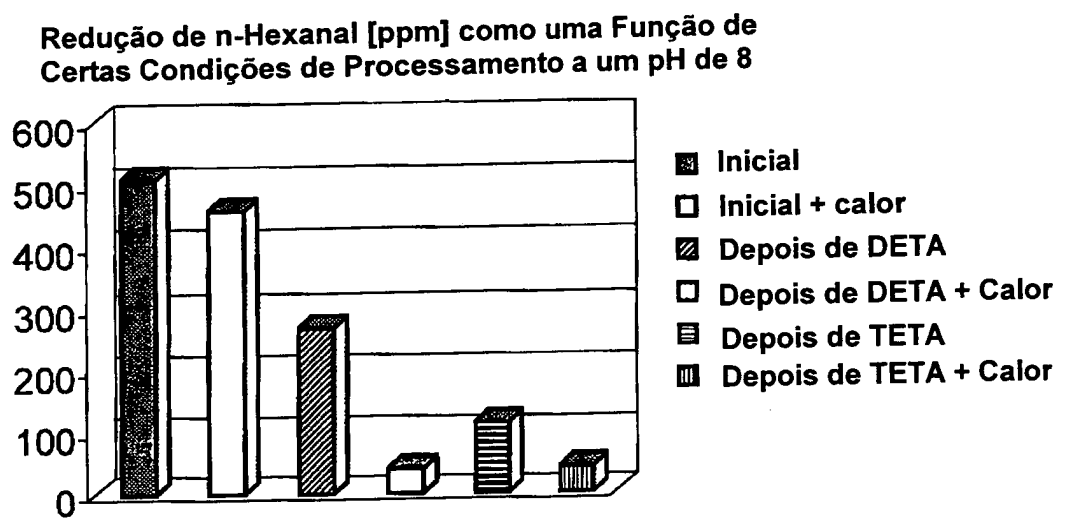
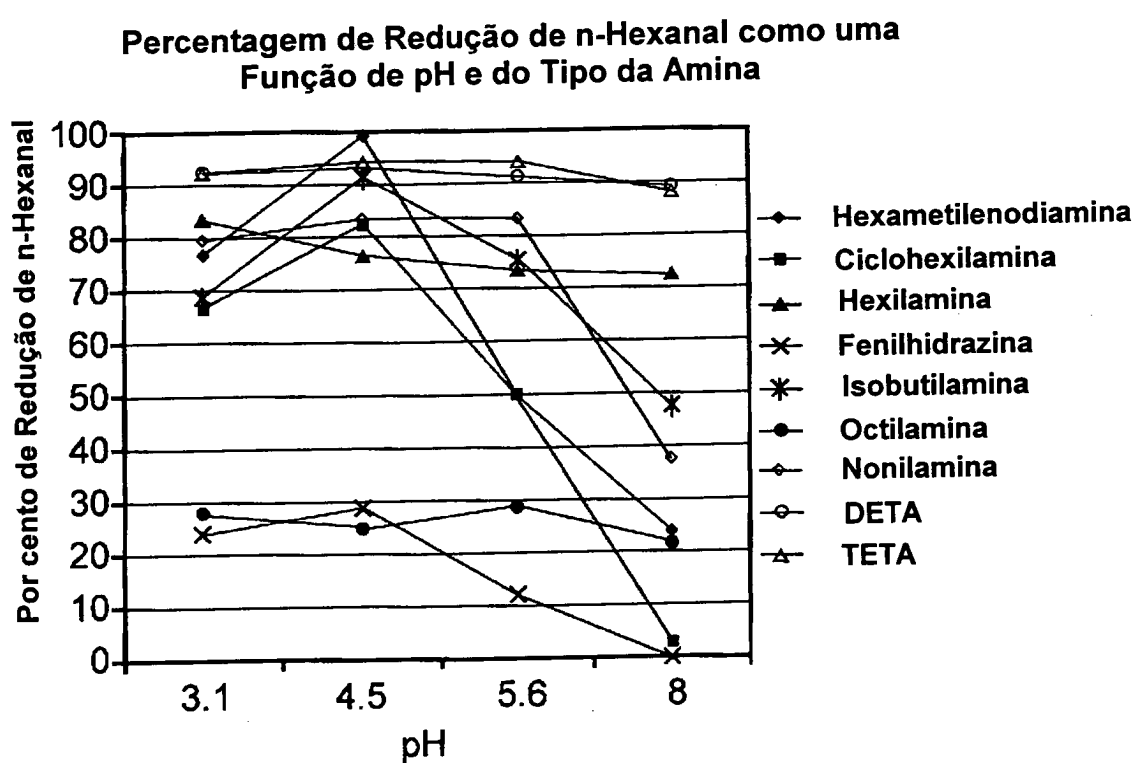


FIG.8



RESUMO

“MÉTODO PARA MINIMIZAR IMPUREZAS À BASE DE ALDEÍDO EM UMA CORRENTE DO PROCESSO”

5 Oxidação de um alceno a uma alcanona em uma corrente do processo forma impurezas à base de aldeído. Um método de minimização das impurezas à base de aldeído introduz uma amina na corrente do processo para minimizar as impurezas à base de aldeído. A amina interage com a alcanona e com as impurezas à base de aldeído formando desse modo os produtos pesados. O método separa os produtos pesados das alcanonas para reduzir um

10 nível das impurezas à base de aldeído. A corrente do processo de preferência inclui a ciclo-hexil cetona como a alcanona e o n-hexanal como a impureza à base de aldeído. O método é tipicamente envolvido na síntese de uma caprolactama.

A requerente apresenta novas vias das reivindicações para conformar o pedido com o Relatório Preliminar Internacional sobre Patenteabilidade.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo que compreende uma alcanona e as impurezas à base de aldeído, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

5 introduzir uma amina selecionada do grupo de dietilenotriamina, trietilenotetramina e combinações das mesmas na corrente do processo adicionalmente compreendendo a etapa de ajustar um pH da corrente do processo para formar um produto pesado; e separar a alcanona do produto pesado.

10 2. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1 caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina compreende a etapa de interação da amina com as impurezas à base de aldeído para formar o produto pesado.

15 3. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que a etapa de interação da amina também compreende a etapa de reagir quimicamente a alcanona com as impurezas à base de aldeído para formar uma alquilenil alcanona como o produto pesado.

20 4. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a amina compreende o n-hexanal.

 5. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a alcanona cíclica compreende a ciclo-hexil cetona.

25 6. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que a etapa de separação da alcanona do produto pesado compreende a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona.

 7. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em

uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona compreende a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona a uma temperatura de desde 155°C até 165°C.

5 8. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que as impurezas à base de aldeído compreendem n-hexanal.

 9. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo
10 fato de que a alcanona compreende a alcanona cíclica.

 10. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que a alcanona cíclica compreende a ciclo-hexil cetona.

 11. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em
15 uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina compreende a etapa de injeção da amina na corrente do processo.

 12. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 11, caracterizado
20 pelo fato de que a etapa de injeção da amina na corrente do processo compreende a etapa de injeção da amina em uma torre de destilação.

 13. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa de separação da alcanona do produto pesado compreende a
25 etapa de destilação do produto pesado e da alcanona.

 14. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona compreende a etapa de destilação do produto pesado e da alcanona a uma

temperatura de desde 150°C até 170°C.

15. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1 caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina em uma quantidade de desde 0,1 até 10 equivalentes molares da amina comparada às impurezas à base de aldeído.

16. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa de ajuste do pH da corrente do processo compreende a etapa de adição de um ácido à corrente do processo.

17. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que também compreende a etapa de aquecimento da corrente do processo até uma temperatura de desde 130°C até 150°C.

18. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo que compreende ciclo-hexil cetona e n-hexanal, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

introduzir uma amina à corrente do processo para formar um produto pesado e

destilar a ciclo-hexil cetona do produto pesado.

19. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina que compreende a etapa de interação da amina com o n-hexanal para formar o produto pesado.

20. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 19, caracterizado pelo fato de que a etapa de interação da amina também compreende a etapa de reagir quimicamente a ciclo-hexil cetona com o n-hexanal para formar uma alquilenil hexanona cíclica como o produto pesado.

21. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de que a amina é selecionada do grupo que consiste de etilenodiamina, dietilenotriamina, trietilenotetramina e combinações das mesmas.

22. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução de uma amina compreende a etapa de injeção da amina em uma torre de destilação.

23. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de que a etapa de destilação da ciclo-hexil cetona do produto pesado compreende a destilação do produto pesado e da ciclo-hexil cetona a uma temperatura de desde 150°C até 170°C.

24. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 21, caracterizado pelo fato de que a etapa de destilação da ciclo-hexil cetona do produto pesado compreende a destilação do produto pesado e da ciclo-hexil cetona a uma temperatura de desde 155°C até 165°C.

25. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina também compreende a etapa de introdução da amina em uma quantidade de desde 0,1 até 10 equivalentes molares da amina comparado ao n-hexanal.

26. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de que também compreende a etapa de ajuste do pH da corrente do processo.

27. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em

uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de que também compreende a etapa de aquecimento da corrente do processo até uma temperatura de desde 130°C até 150°C.

5 28. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo usado na síntese of caprolactama, a corrente do processo compreendendo a ciclo-hexil cetona e o n-hexanal, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

introdução de uma amina na corrente do processo para formar um produto pesado e

10 destilação da ciclo-hexil cetona do produto pesado.

29. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 28, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina compreende a etapa de interação da amina com o n-hexanal para formar o produto pesado.

15 30. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 29, caracterizado pelo fato de que a etapa de interação da amina também compreende a etapa de reagir quimicamente a ciclo-hexil cetona com o n-hexanal para formar uma alquilenil hexanona cíclica como o produto pesado.

20 31. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 28, caracterizado pelo fato de que a amina é selecionada do grupo que consiste do grupo de etilenodiamina, dietilenotriamina, trietilenotetramina e combinações das mesmas.

25 32. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 28, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução de uma amina compreende a etapa de injeção da amina em uma torre de destilação.

33. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em

uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 28, caracterizado pelo fato de que a etapa de destilação da ciclo-hexil cetona do produto pesado compreende a etapa de destilação da ciclo-hexil cetona e do produto pesado a uma temperatura de desde 150°C até 170°C.

5 34. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 31, caracterizado pelo fato de que a etapa de destilação da ciclo-hexil cetona do produto pesado compreende a etapa de destilação da ciclo-hexil cetona e do produto pesado a uma temperatura de desde 155°C até 165°C.

10 35. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 28, caracterizado pelo fato de que a etapa de introdução da amina também compreende a etapa de introdução da amina em uma quantidade de desde 0,1 até 10 equivalentes molares da amina comparada ao n-hexanal.

15 36. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 28, caracterizado pelo fato de que também compreende a etapa de ajuste do pH da corrente do processo.

20 37. Método para minimizar impurezas à base de aldeído em uma corrente do processo de acordo com a reivindicação 28, caracterizado pelo fato de que também compreende a etapa de aquecimento da corrente do processo até uma temperatura de desde 150°C até 170°C.