



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

(21) **PI 0712775-8 A2**

(22) Data de Depósito: 12/06/2007
(43) Data da Publicação: 04/09/2012
(RPI 2174)



(51) *Int.Cl.:*
C07C 29/62
C07C 31/36
C07C 31/22
C07C 43/10

(54) Título: PRODUTO COM BASE EM GLICEROL BRUTO, E, PROCESSOS PARA A PURIFICAÇÃO DO PRODUTO COM BASE EM GLICEROL BRUTO, PARA A FABRICAÇÃO DE DICLOROPROPANOL PARTINDO DE GLICEROL, PARA A FABRICAÇÃO DE EPOCLOROIDRINA, PARA A FABRICAÇÃO DE RESINAS DE EPÓXI, E, PARA A FABRICAÇÃO DE DICLOROPROPANOL

(30) Prioridade Unionista: 14/06/2006 FR 06/05325,
15/03/2007 FR 0753863

(73) Titular(es): Solvay

(72) Inventor(es): Dominique Balthasart, Patrick Gilbeau, Philippe Krafft

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

(86) Pedido Internacional: PCT EP2007055742 de
12/06/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2007/144335de
21/12/2007

(57) Resumo: "PRODUTO COM BASE EM GLICEROL BRUTO, E, PROCESSOS PARA A PURIFICAÇÃO DO PRODUTO COM BASE EM GLICEROL BRUTO, PARA A FABRICAÇÃO DE DICLOROPROPANOL PARTINDO DE GLICEROL, PARA A FABRICAÇÃO DE EPOCLOROIDRINA, PARA A FABRICAÇÃO DE RESINAS DE EPÓXI, E, PARA A FABRICAÇÃO DE DICLOROPROPANOL".

A invenção refere-se a um produto com base em glicerol bruto que compreende éteres glicerol alquílicos, a um processo de purificação compreendendo um tratamento de concentração evaporativa, de cristalização evaporativa, de destilação fracionária, de revaporização, ou de extração líquido-líquido e ao uso do produto purificado na fabricação de dicloropropanol.

“PRODUTO COM BASE EM GLICEROL BRUTO, E, PROCESSOS PARA A PURIFICAÇÃO DO PRODUTO COM BASE EM GLICEROL BRUTO, PARA A FABRICAÇÃO DE DICLOROPROPANOL PARTINDO DE GLICEROL, PARA A FABRICAÇÃO DE EPOCLOROIDRINA, PARA A FABRICAÇÃO DE RESINAS DE EPÓXI, E, PARA A FABRICAÇÃO DE DICLOROPROPANOL”

A presente invenção reivindica o benefício dos pedidos de patente Francesa FR 06/05325 e FR 07/53863 depositados respectivamente em 14 de junho de 2006 e 15 de março de 2007, cujos conteúdos são aqui incorporados por referência.

A presente invenção se refere a um produto com base em glicerol bruto, a um processo para a sua purificação e ao uso do produto purificado na fabricação de dicloropropanol.

O dicloropropanol, por exemplo, é um intermediário de reação na fabricação de resinas de epícloroidrina e epóxi (Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, Fourth Edition, 1992, Vol. 2 página 156, John Wiley & Sons Inc.).

De acordo com os processos conhecidos, o dicloropropanol pode ser obtido em particular pela hipocloração de cloreto de alila, pela cloração de álcool alílico e pela hidroclicação de glicerol. O último processo mencionado apresenta a vantagem de que o dicloropropanol pode ser obtido partindo de materiais de partida fósseis ou materiais de partida renováveis e é sabido que os recursos naturais petroquímicos, dos quais os materiais fósseis se originam, por exemplo, óleo, gás natural ou carvão, disponíveis na terra, são limitados.

Foi observado que quando o glicerol é contaminado por vários compostos, tais como éteres glicerol alquílicos, que podem interferir com as operações para a separação e tratamento dos efluentes dos processos que empregam glicerol, ele pode, todavia, ser usado como material de partida na fabricação de dicloropropanol.

A invenção conseqüentemente se refere a um produto com base em glicerol bruto que compreende éteres glicerol alquílicos em uma quantidade de 0,001 a 100 g/kg de produto bruto.

5 O produto com base em glicerol bruto geralmente contém pelo menos 200 g de glicerol per kg de produto bruto, preferivelmente pelo menos 500 g de glicerol per kg de produto bruto, mais preferivelmente pelo menos 750 g/kg, ainda mais preferivelmente pelo menos 900 g/kg, ainda mais preferivelmente pelo menos 950 g/kg e o mais preferível pelo menos 990 g/kg.

10 A quantidade de éteres glicerol alquílicos é freqüentemente no máximo 90 g/kg, comumente no máximo 50 g/kg, freqüentemente no máximo 10 g/kg, geralmente no máximo 5 g/kg, habitualmente no máximo 1 g/kg, ordinariamente no máximo 0,5 g/kg e freqüentemente no máximo 0,2 g/kg. Esta quantidade é muitas vezes pelo menos 0,005 g/kg, freqüentemente pelo menos 0,01 g/kg, comumente pelo menos 0,05 g/kg e geralmente pelo menos 0,1 g/kg.

15 Os éteres glicerol alquílicos podem ser mono-, di- e/ou triéters de glicerol, os grupos de alquila dos quais são selecionados independentemente dos radicais de alquila compreendendo pelo menos 1 átomo de carbono e no máximo 8 átomos de carbono.

20 Estes grupos de alquila são preferivelmente grupos de alquila alifáticos lineares ou ramificados ou alicíclicos e mais preferivelmente grupos alifáticos lineares ou ramificados. O grupo funcional de éter no grupo de alquila é criado através de um átomo de carbono primário, secundário ou terciário. Os grupos de alquila são preferivelmente selecionados de grupos de metila, etila, propila, butila, pentila, hexila, heptila e octila e mais preferivelmente dos grupos de metila, etila, propila e butila e particularmente preferível dos grupos de metila e etila. Muito particularmente preferível, o grupo de alquila é um grupo de metila. O grupo de propila pode ser selecionado a partir dos grupos de n-propila e isopropila e é preferivelmente um grupo de isopropila. O grupo de butila pode ser selecionado dos grupos de 1-butila, 2-butila, isobutila e terc-butila,

25

preferivelmente dos grupos de isobutila e terc-butila.

Os éteres glicerol alquílicos podem ser éteres glicerol mono-, di- e trialquílicos, preferivelmente mono- e diéteres e mais preferivelmente monoéteres. Os éteres glicerol monometílicos, monoetílicos, monopropílicos, monobutílicos, monopentílicos, monoexílicos, monoeptílicos e monooctílicos são preferidos. Os éteres monometílicos, monoetílicos, monopropílicos e monobutílicos são mais preferíveis. Os éteres monometílicos e monoetílicos são mais preferíveis ainda e os éteres glicerol monometílicos são muito particularmente preferidos.

Os éteres monopropílicos podem ser selecionados dos éteres n-propílicos ou isopropílicos ou misturas destes e são preferivelmente éteres isopropílicos. Os éteres monobutílicos podem ser selecionados a partir dos éteres 1-butílicos, 2-butílicos, isobutílicos, terc-butílicos e quaisquer misturas de pelo menos dois deles, e são preferivelmente selecionados de éteres isobutílicos ou terc-butílicos.

Quando os éteres glicerol alquílicos forem di- triéteres, os grupos de alquila podem ser idênticos ou diferentes. Estes grupos são preferivelmente idênticos.

Os monoéteres preferidos são 3-alcóxi-1,2-propanodiol e 2-alcóxi-1,3-propanodiol. O teor de 3-alcóxi-1,2-propanodiol na mistura de 3-alcóxi-1,2-propanodiol e de 2-alcóxi-1,3-propanodiol é geralmente pelo menos 50 %, preferivelmente pelo menos 60 % e muito preferivelmente pelo menos 70 %. Este teor é no máximo 95 % e preferivelmente no máximo 90 %.

Os éteres glicerol monometílicos são 3-metóxi-1,2-propanodiol e 2-metóxi-1,3-propanodiol. O teor de 3-metóxi-1,2-propanodiol na mistura de 3-metóxi-1,2-propanodiol e de 2-metóxi-1,3-propanodiol é geralmente pelo menos 50 %, preferivelmente pelo menos 60 % e muito preferivelmente pelo menos 70 %. Este teor é no máximo 95 % e preferivelmente no máximo 90 %.

Os éteres glicerol monoetílicos são 3-etóxi-1,2-propanodiol e 2-etóxi-1,3-propanodiol. O teor de 3-etóxi-1,2-propanodiol na mistura de 3-etóxi-

1,2-propanodiol e de 2-etóxi-1,3-propanodiol é geralmente pelo menos 50 %, preferivelmente pelo menos 60 % e muito preferivelmente pelo menos 70 %. Este teor é no máximo 95 % e preferivelmente no máximo 90 %.

Os éteres glicerol monopropílicos são 3-propóxi-1,2-propanodiol e 2-propóxi-1,3-propanodiol. O teor de 3-propóxi-1,2-propanodiol na mistura de 3-propóxi-1,2-propanodiol e de 2-propóxi-1,3-propanodiol é geralmente pelo menos 50 %, preferivelmente pelo menos 60 % e muito preferivelmente pelo menos 70 %. Este teor é no máximo 95 % e preferivelmente no máximo 90 %. O grupo de propóxi pode ser um n-propóxi ou isopropóxi, preferivelmente um grupo de isopropóxi.

Os éteres glicerol monobutílicos são 3-butóxi-1,2-propanodiol e 2-butóxi-1,3-propanodiol. O teor de 3-butóxi-1,2-propanodiol na mistura de 3-butóxi-1,2-propanodiol e de 2-butóxi-1,3-propanodiol é geralmente pelo menos 50 %, preferivelmente pelo menos 60 % e muito preferivelmente pelo menos 70 %. Este teor é no máximo 95 % e preferivelmente no máximo 90 %. O grupo de butóxi pode ser selecionado dos grupos de 1-butóxi, 2-butóxi, isobutóxi e terc-butóxi, preferivelmente dos grupos de isobutóxi e terc-butóxi.

O produto com base em glicerol bruto também pode compreender álcoois. Estes álcoois são preferivelmente metanol, etanol, propanol, preferivelmente n-propanol e/ou isopropanol, butanol, preferivelmente 1-butanol e/ou butanol e/ou isobutanol e/ou terc-butanol, pentanol preferivelmente 1-pentanol e/ou 2-pentanol e/ou 3-metil-1-butanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol.

O produto com base em glicero bruto pode apresentar um ou mais dos seguintes aspectos:

- os éteres glicerol alquílicos são éteres metílicos
- compreende metanol em uma quantidade de 0,1 a 20 g/kg de produto bruto
- compreende etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol,

heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol em uma quantidade total de 0,01 a 2 g/kg de produto bruto

- os éteres glicerol alquílicos são éteres etílicos
- compreende etanol em uma quantidade de 0,1 a 20 g/kg de

5 produto bruto

• compreende metanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol em uma quantidade total de 0,01 a 2 g/kg de produto bruto

- os éteres glicerol alquílicos são éteres propílicos

10 • compreende propanol em uma quantidade de 0,1 a 20 g/kg de produto bruto

• compreende metanol, etanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol em uma quantidade total de 0,01 a 2 g/kg de produto bruto

15 • os éteres glicerol alquílicos são éteres butílicos

• compreende butanol em uma quantidade de 0,1 a 20 g/kg de produto bruto

• compreende metanol, etanol, propanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol em uma quantidade total de 0,01 a 2 g/kg de produto bruto.

20 Quando os éteres glicerol alquílicos forem éteres metílicos, o metanol pode estar presente em uma quantidade de 0,1 a 20 g/kg de produto bruto e o etanol, o propanol, o butanol, o pentanol, o hexanol, o heptanol, o octanol, o etileno glicol e o propileno glicol podem estar presentes em uma quantidade total de 0,01 a 2 g/kg de produto bruto.

25 Quando os éteres glicerol alquílicos forem éteres etílicos, o etanol pode estar presente em uma quantidade de 0,1 a 20 g/kg de produto bruto e o metanol, o propanol, o butanol, o pentanol, o hexanol, o heptanol, o octanol, o etileno glicol e o propileno glicol podem estar presentes em uma quantidade total

de 0,01 a 2 g/kg de produto bruto.

Quando os éteres glicerol alquílicos forem éteres propílicos, o propanol pode estar presente em uma quantidade de 0,1 a 20 g/kg de produto bruto e o metanol, o etanol, o butanol, o pentanol, o hexanol, o heptanol, o octanol, o etileno glicol e o propileno glicol podem estar presentes em uma
5 quantidade total de 0,01 a 2 g/kg de produto bruto.

O propanol pode ser selecionado de n-propanol, isopropanol e misturas destes e é preferivelmente isopropanol.

Quando os éteres glicerol alquílicos forem éteres butílicos, o
10 butanol pode estar presente em uma quantidade de 0,1 a 20 g/kg de produto bruto e o metanol, o etanol, o propanol, o pentanol, o hexanol, o heptanol, o octanol, o etileno glicol e o propileno glicol podem estar presentes em uma quantidade total de 0,01 a 2 g/kg de produto bruto.

O butanol pode ser selecionado de 1-butanol, isobutanol, terc-
15 butanol e quaisquer misturas de pelo menos dois deles, preferivelmente de isobutanol e terc-butanol.

O produto com base em glicerol bruto também pode compreender água em uma quantidade de pelo menos 0,1 g/kg e de no máximo 100 g/kg. Esta quantidade é preferivelmente no máximo 50 g/kg e mais preferivelmente no
20 máximo 20 g/kg.

O produto com base em glicerol bruto também pode compreender ésteres alquílicos de ácidos graxos, ésteres de glicerol, tais como, por exemplo, mono- e diglicerídeos, oligômeros de glicerol e sais. As impurezas do último mencionado podem formar uma fase separada. O termo “ésteres alquílicos de
25 ácidos graxos” é planejado para significar ésteres de ácidos graxos com mono- ou poliálcoois, com a exceção de glicerol, o grupo de alquila do éster sendo um dos grupos descritos acima com relação aos éteres glicerol alquílicos. Estes ésteres alquílicos são preferivelmente ésteres metílicos, etílicos, propílicos e butílicos de ácidos graxos, mais preferivelmente ésteres metílicos e etílicos e muito

particularmente preferível ésteres metílicos de ácidos graxos.

O teor dos ésteres é geralmente de pelo menos 0,1 g/kg, muitas vezes de pelo menos 1 g/kg e freqüentemente de pelo menos 5 g/kg. O teor é geralmente de no máximo 50 g/kg, muitas vezes de no máximo 30 g/kg e
5 freqüentemente de no máximo 10 g/kg.

O teor de oligômeros de glicerol é geralmente de pelo menos 0,1 g/kg, muitas vezes de pelo menos 1 g/kg e freqüentemente de pelo menos 2 g/kg. Este teor é geralmente de no máximo 20 g/kg, muitas vezes de no máximo 10 g/kg e freqüentemente de no máximo 5 g/kg.

10 O teor de sais é geralmente de pelo menos 0,0005 g/kg, muitas vezes de pelo menos 0,001 g/kg e freqüentemente de pelo menos 0,01 g/kg. Este teor é geralmente de no máximo 10 g/kg, muitas vezes de no máximo 1 g/kg e freqüentemente de no máximo 0,1 g/kg.

Sem desejar ser cometido por qualquer explicação teórica,
15 acredita-se que os éteres glicerol alquílicos e os álcoois podem se originar do processo para a fabricação de glicerol, em particular pela conversão de gorduras ou óleos animais ou vegetais, mediante a transesterificação na presença de um álcool, e o processo sendo operado sob condições tais que os éteres de glicerol foram formados e não foram separados do glicerol.

20 A invenção portanto também se refere a um processo para a fabricação de um produto com base em glicerol bruto em que uma gordura ou óleo vegetal é reagido com um álcool sob tais condições em que os éteres de glicerol são formados e não são separados do glicerol.

Tais condições são, por exemplo, o uso de um catalisador
25 heterogêneo ácido, a presença de compostos ácidos, por exemplo, ácidos carboxílicos nas gorduras ou óleos, uma temperatura elevada de transesterificação e um tempo de permanência longo da mistura álcool/gordura ou óleo vegetal no catalisador.

O álcool é preferivelmente selecionado de metanol, etanol,

propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol e as misturas de pelo menos dois deles, mais preferivelmente selecionado de metanol, etanol, propanol, butanol, mais preferivelmente ainda de metanol e etanol. O álcool em muito particularmente preferível metanol.

5 O propanol pode ser selecionado de n-propanol, isopropanol e suas misturas e é preferivelmente isopropanol. O butanol pode ser selecionado de 1-butanol, 2-butanol, isobutanol, terc-butanol e as misturas de pelo menos dois deles, preferivelmente de isobutanol, terc-butanol e suas misturas.

10 A invenção também se refere a um processo para a purificação do produto com base em glicerol bruto em que o produto bruto é submetido a pelo menos um tratamento, opcionalmente sob pressão reduzida, de concentração evaporativa, de cristalização operativa, de destilação, de destilação fracionária, de reevaporação ou de extração líquido-líquido.

15 O termo “concentração evaporativa” é planejado para significar um processo de evaporação parcial do produto bruto que o torna possível para concentrar o produto residual em entidades menos voláteis. O termo “cristalização evaporativa” é planejado para significar um processo que resulta na cristalização de um composto mediante a remoção, por evaporação, de um composto que promove a sua dissolução no meio. Estes processos são descritos em “Perry’s
20 Chemical Engineers’ Handbook” na 11^a seção da 7^a edição, 1997.

O termo “destilação” é planejado para significar o tipo de separação convencional na engenharia química, e descrito, por exemplo, em “Perry’s Chemical Engineers’ Handbook” na 13^a seção da 7^a edição, 1997.

25 O termo “destilação fracionária” é entendido por significar uma seqüência de destilações onde o destilado é extraído por batelada.

O termo “reevaporação” é planejado para significar a separação de um substrato mediante o arrasto por meio do vapor de um material puro. No processo de acordo com a invenção, este material pode ser qualquer composto que seja inerte com respeito ao glicerol, tal como, por exemplo, vapor, ar, nitrogênio e

dióxido de carbono.

O termo “extração líquido/líquido” é entendido por significar a colocação do produto com base em glicerol bruto em contato com um solvente apropriado completa ou parcialmente imiscível que torna possível seletivamente extrair os compostos desejados, opcionalmente de acordo com um processo de contra-corrente, tal como é descrito em “Perry’s Chemical Engineers’ Handbook” na 15ª seção da 7ª edição, 1997.

Os tratamentos de reevaporação, concentração evaporativa, cristalização evaporativa, extração líquido/líquido e destilação podem ser combinados, por exemplo, em uma coluna de reevaporação dominada por uma seção de destilação ou em um evaporador parcial que alimenta uma coluna de destilação ou mediante a combinação de uma extração líquido/líquido por um solvente, uma reevaporação do solvente residual presente na corrente enriquecida com glicerol e uma destilação do solvente enriquecido nos compostos extraídos.

Os éteres glicerol alquílicos e os álcoois são convertidos na fração destilada ou reevaporada e o produto com base em glicerol purificado constitui o resíduo do tratamento de destilação ou reevaporação.

Os éteres glicerol alquílicos e os álcoois são geralmente recuperados no solvente usado para a extração líquido/líquido e o produto com base em glicerol purificado geralmente constitui o resíduo da extração líquido/líquido.

Quando o tratamento consiste de uma evaporação pelo menos parcial do produto bruto, a temperatura da região rica em glicerol é geralmente pelo menos 0°C, muitas vezes pelo menos 80°C e freqüentemente pelo menos 100°C. Esta temperatura é geralmente pelo menos 280°C, muitas vezes no máximo 250°C, e freqüentemente no máximo 200°C. A temperatura nas regiões esgotadas de glicerol é geralmente pelo menos -20°C, preferivelmente pelo menos -10°C e particularmente preferível pelo menos 0°C. Esta temperatura é geralmente no máximo igual à temperatura da região enriquecida por glicerol, preferivelmente

mais baixa em pelo menos 10°C nesta temperatura.

Quando o tratamento for realizado pela extração líquido/líquido, a temperatura é geralmente maior do que ou igual a 20°C, preferivelmente maior do que ou igual a 40°C, mais particularmente maior do que ou igual a 50°C. Esta temperatura é geralmente menor do que ou igual a 200°C, preferivelmente menor do que ou igual a 150°C e mais particularmente preferível menor do que ou igual a 120°C.

A pressão no tratamento é geralmente pelo menos 0,001 mbar absoluto. Esta pressão é geralmente no máximo 1 bar, muitas vezes no máximo 0,5 bar, freqüentemente no máximo 0,3 bar e mais especificamente no máximo 0,25 bar. Quando o tratamento compreende um estágio de evaporação separado, este é geralmente realizado em uma pressão de menos do que 2 bar absoluto, preferivelmente em uma pressão de menos do que 1 bar absoluto, particularmente preferível em uma pressão de menos do que 0,5 bar absoluto. É geralmente realizado em uma pressão de pelo menos 0,1 mbar, preferivelmente em uma pressão de pelo menos 0,2 mbar. Quando o estágio de evaporação for combinado com uma destilação ou estágio de destilação fracionária, é realizado em uma pressão pelo menos igual à pressão do estágio realizado na pressão mais baixa, preferivelmente em uma pressão maior em pelo menos 10 mbar do que a pressão do estágio realizado na pressão mais baixa. O estágio de reevaporação é geralmente realizado em uma pressão de menos do que 5 bar absoluto, preferivelmente de menos do que ou igual a 2 bar.

Nos tratamento de destilação, com ou sem reevaporação, a relação de refluxo é geralmente de pelo menos 1 %, muitas vezes de pelo menos 5 % e freqüentemente de pelo menos 10 %. Esta relação de refluxo é no máximo 99 % e muitas vezes no máximo de 50 %. O termo “relação de refluxo”, com relação a uma destilação contínua, é subentendido de significar a relação do rendimento da fração vaporizada com a caldeira de recozer pelo rendimento do resíduo.

O termo “relação de refluxo” com relação a uma destilação

fracionária, sob condições de batelada, é compreendido de significar a relação da quantidade vaporizada com respeito ao resíduo final.

A proporção da fração destilada é geralmente no máximo 150 g/kg, freqüentemente no máximo 100 g/kg, do produto com base em glicerol bruto.

A concentração evaporativa, cristalização evaporativa, destilação, destilação fracionária, reevaporação ou extração líquido-líquido, pode ser precedida ou seguida por uma operação de separação da possível fase separada mencionada acima. Esta separação pode, por exemplo, ser uma separação por sedimentação, uma centrifugação, uma filtração uma adsorção ou uma troca de íons. Quando for uma separação por sedimentação, a operação pode ser melhorada mediante a passagem através de um aglutinador. A operação de adsorção é preferivelmente uma operação com adsorção em carvão vegetal ativo.

Após o tratamento, um produto com base em glicerol purificado é obtido compreendendo éteres glicerol alquílicos em uma quantidade geralmente de menos do que ou igual a 5 g/kg de produto purificado e metanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol em uma quantidade total geralmente de menos do que 1 g/kg de produto purificado.

A quantidade de éteres glicerol alquílicos é preferivelmente no máximo 1,0 g/kg, mais preferivelmente no máximo 0,5 g/kg de produto purificado, ainda mais preferivelmente no máximo 0,2 g/kg, ainda mais preferivelmente no máximo 0,1 g/kg, e ainda preferivelmente no máximo 0,04 g/kg. Esta quantidade é mais particularmente preferível no máximo 0,01 g/kg e muito particularmente preferível no máximo 0,001 g/kg. Esta quantidade é geralmente pelo menos 0,01 mg/kg.

Quando os éteres glicerol alquílicos forem éteres metílicos, a quantidade de éteres glicerol metílicos após o tratamento é preferivelmente no máximo 1,0 g/kg, mais preferivelmente no máximo 0,5 g/kg de produto purificado, ainda mais preferivelmente no máximo 0,2 g/kg, ainda mais

preferivelmente no máximo 0,1 g/kg, e ainda preferivelmente no máximo 0,04 g/kg. Esta quantidade é mais particularmente preferível no máximo 0,01 g/kg e muito particularmente preferível no máximo 0,001 g/kg. Esta quantidade é geralmente pelo menos 0,01 mg/kg.

- 5 Quando os éteres glicerol alquílicos forem éteres etílicos, a quantidade de éteres glicerol etílicos após o tratamento é preferivelmente no máximo 1,0 g/kg, mais preferivelmente no máximo 0,5 g/kg de produto purificado, ainda mais preferivelmente no máximo 0,2 g/kg, ainda mais preferivelmente no máximo 0,1 g/kg, e o mais preferível no máximo 0,04 g/kg.
- 10 Esta quantidade é mais particularmente preferível no máximo 0,01 g/kg e muito particularmente preferível no máximo 0,001 g/kg. Esta quantidade é geralmente pelo menos 0,01 mg/kg.

- Quando os éteres glicerol alquílicos forem éteres propílicos, a quantidade de éteres glicerol propílicos após o tratamento é preferivelmente no
- 15 máximo 1,0 g/kg, mais preferivelmente no máximo 0,5 g/kg de produto purificado, ainda mais preferivelmente no máximo 0,2 g/kg, ainda mais preferivelmente no máximo 0,1 g/kg, e o mais preferível no máximo 0,04 g/kg. Esta quantidade é mais particularmente preferível no máximo 0,01 g/kg e muito particularmente preferível no máximo 0,001 g/kg. Esta quantidade é geralmente
- 20 pelo menos 0,01 mg/kg.

Os éteres propílicos podem ser selecionados de éter n-propílico, éter isopropílico e misturas destes, e são preferivelmente éteres isopropílicos.

- Quando os éteres glicerol alquílicos forem éteres butílicos, a quantidade de éteres glicerol butílicos após o tratamento é preferivelmente no
- 25 máximo 1,0 g/kg, mais preferivelmente no máximo 0,5 g/kg de produto purificado, ainda mais preferivelmente no máximo 0,2 g/kg, ainda mais preferivelmente no máximo 0,1 g/kg, e o mais preferível no máximo 0,04 g/kg. Esta quantidade é mais particularmente preferível no máximo 0,01 g/kg e muito particularmente preferível no máximo 0,001 g/kg. Esta quantidade é geralmente

pelo menos 0,01 mg/kg.

Os éteres butílicos podem ser seleccionados de éter 1-butílico, éter 2-butílico, éter isobutílico, éter terc-butílico e quaisquer misturas de pelo menos dois deles, preferivelmente de éteres isobutílicos e terc-butílicos.

5 A quantidade de metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol após o tratamento é preferivelmente no máximo 0,1 g/kg de produto purificado, mais preferivelmente no máximo 0,01 g/kg e muito particularmente preferível no máximo 0,001 g/kg.

10 Quando os éteres glicerol alquílicos forem éteres metílicos, a quantidade total de metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol após o tratamento é preferivelmente no máximo 0,1 g/kg de produto purificado, mais preferivelmente no máximo 0,01 g/kg e muito particularmente preferível no máximo 0,001 g/kg.

15 Quando os éteres glicerol alquílicos forem éteres etílicos, a quantidade total de metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol após o tratamento é preferivelmente no máximo 0,1 g/kg de produto purificado, mais preferivelmente no máximo 0,01 g/kg e muito particularmente preferível no máximo 0,001 g/kg.

20 Quando os éteres glicerol alquílicos forem éteres propílicos, a quantidade total de metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol após o tratamento é preferivelmente no máximo 0,1 g/kg de produto purificado, mais preferivelmente no máximo 0,01 g/kg e muito particularmente preferível no máximo 0,001 g/kg.

25 Quando os éteres glicerol alquílicos forem éteres butílicos, a quantidade total de metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol após o tratamento é preferivelmente no máximo 0,1 g/kg de produto purificado, mais preferivelmente no máximo 0,01 g/kg e muito particularmente preferível no máximo 0,001 g/kg.

O propanol pode ser seleccionado de n-propanol, isopropanol e

misturas destes, e é preferivelmente isopropanol. O butanol pode ser selecionado de 1-butanol, 2-butanol, isobutanol, terc-butanol e qualquer mistura de pelo menos dois deles, e é preferivelmente isobutanol ou terc-butanol.

O tratamento também torna possível reduzir o teor de água e de ésteres alquílicos do produto com base em glicerol bruto.

O teor de água no produto com base em glicerol purificado é geralmente de pelo menos 0,01 g/kg, muitas vezes de pelo menos 0,1 g/kg e freqüentemente de pelo menos 0,5 g/kg. Este teor é geralmente de no máximo 1 g/kg, muitas vezes de no máximo 5 g/kg e freqüentemente de no máximo 1 g/kg.

O teor dos ésteres no produto com base em glicerol purificado é geralmente de pelo menos 0,01 g/kg, muitas vezes de pelo menos 0,1 g/kg e freqüentemente de pelo menos 0,5 g/kg. Este teor é geralmente de no máximo 10 g/kg, muitas vezes de no máximo 5 g/kg e freqüentemente de no máximo 1 g/kg.

A invenção da mesma forma se refere a um produto com base em glicerol purificado que compreende éteres glicerol alquílicos em uma quantidade de 0,01 mg/kg a 1 g/kg de produto purificado, preferivelmente de 10 mg/kg a 500 mg/kg de produto purificado e mais preferivelmente de 40 mg/kg a 200 mg/kg de produto purificado.

O produto com base em glicerol purificado pode ser obtido por submeter o produto com base em glicerol bruto da invenção a pelo menos um tratamento, opcionalmente sob pressão reduzida, de concentração evaporativa, de cristalização evaporativa, de destilação, de destilação fracionária, de reevaporação ou de extração líquido-líquido, como descrito acima.

A invenção também diz respeito a um processo para a fabricação de dicloropropanol partindo de glicerol em que um produto com base em glicerol bruto é submetido a pelo menos um tratamento, opcionalmente sob pressão reduzida, de concentração evaporativa, de cristalização evaporativa, de destilação, de destilação fracionária, de reevaporação ou de extração líquido-líquido de modo a reduzir o teor dos éteres glicerol alquílicos e obter um produto com base em

glicerol purificado que é reagido com um agente de cloração.

Os éteres glicerol alquílicos são preferivelmente éteres metílicos ou éteres etílicos, mais preferivelmente éteres metílicos.

5 A invenção também se refere a um processo para a fabricação de epicloroidrina, compreendendo o processo para a fabricação de dicloropropanol em que o produto com base em glicerol purificado é reagido com um agente de cloração, seguido por um processo para a desidrocloração de dicloropropanol.

10 O produto com base em glicerol bruto no processo para a fabricação de dicloropropanol de acordo com a invenção pode ser obtido partindo de matérias primas fósseis ou partindo de matérias primas renováveis, preferivelmente partindo de matérias primas renováveis, como descrito na WO 2005/054167 da SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, e especialmente as passagens da página 1, linha 26 até a página 4, linha 2, e como descrito na WO 2006/100312 da SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado
15 por referência, e especialmente as passagens da página 3, linha 29, até a página 5, linha 24.

No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, o glicerol pode ter um teor de metal alcalino e/ou metal terroso alcalino como descrito na WO 2006/100315 da SOLVAY SA, cujo conteúdo é
20 aqui incorporado por referência, e especialmente as passagens da página 7, linha 11, até a página 9, linha 10.

No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, o glicerol pode conter elementos diferentes de metais alcalinos e metais terrosos alcalinos como descrito na WO 2006/100319 da SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da
25 página 2, linha 3 até 8, e da página 6, linha 20, até a página 9, linha 14.

No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, o glicerol contém geralmente uma quantidade de compostos pesados diferentes de glicerol e cuja temperatura de ebulição sob uma pressão de 1 bar

absoluto é pelo menos 15°C maior do que a temperatura de ebulição do dicloropropanol como descrito na WO 2006/100319 da SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 9, linha 15, até a página 10, linha 15.

5 No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção o agente de cloração geralmente compreende cloreto de hidrogênio. O cloreto de hidrogênio pode ser cloreto de hidrogênio gasoso, opcionalmente anídrico, uma solução de cloreto de hidrogênio aquoso ou uma mistura dos dois.

10 O agente de cloração pode se originar pelo menos parcialmente de um processo para a fabricação de cloreto de vinila e/ou de diisocianato de 4,4-metilenodifenila e/ou para a pirólise de compostos orgânicos clorados e/ou para a decapagem dos metais e/ou para a produção de dicloropropanol mediante a hipocloração de cloreto de alila e/ou ser gerado in situ no meio de reação partindo de um ácido inorgânico e de um cloreto de metal, tal como descrito no Pedido
15 WO 2005/054167 em nome de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 4, linha 32, até a página 5, linha 18.

20 O agente de cloração pode se originar pelo menos parcialmente de um processo para a fabricação de cloreto de alila e/ou um processo para a fabricação de clorometanos e/ou de um processo de clorólise e/ou de um processo para a oxidação de compostos clorados em uma temperatura de mais do que ou igual a 800°C, tal como descrito no Pedido WO 2006/106153 em nome de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 2, linha 10, até a página 3, linha 20.

25 O agente de cloração também pode se originar pelo menos parcialmente de um processo para a fabricação de sílica mediante a decomposição de clorossilano, tal como descrito em Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Fifth Completely Revised Edition, Volume A 23: Refractory Ceramics to Silicon Carbide, 1993, pages 635-636. O cloreto de hidrogênio é fornecido

neste caso geralmente na forma de uma solução aquosa de cloreto de hidrogênio.

O agente de cloração também pode se originar pelo menos parcialmente de um processo para a fabricação de cloreto de hidrogênio pela síntese direta partindo de cloro e hidrogênio, tal como descrito em Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Fifth Completely Revised Edition, Volume A 13: High-Performance Fibers to Imidazole and Derivatives, 1989, pages 289. O cloreto de hidrogênio é fornecido neste caso geralmente na forma de um gás ou de um gás liquefeito ou de uma solução aquosa. Neste processo para a fabricação de cloreto de hidrogênio, o cloro e hidrogênio podem se originar de qualquer processo. O cloro e hidrogênio preferivelmente se originam pelo menos parcialmente de um processo para a eletrólise de uma salmoura, mais preferivelmente de uma salmoura predominantemente compreendendo cloreto de sódio, cloreto de potássio ou uma mistura dos dois e particularmente preferível de uma salmoura predominantemente compreendendo cloreto de sódio. O processo de eletrólise pode ser um processo de eletrólise de diafragma ou membrana de mercúrio.

O agente de cloração também pode se originar pelo menos parcialmente de um processo de troca de cloro/flúor nos compostos orgânicos, tais como os processos para a fabricação de clorofluoroidrocarbonos (HPFCs) e/ou de hidrofluorocarbonos (HFCs). Este agente de cloração pode estar na forma de gás ou na forma de uma solução aquosa. Uma descrição de processos para a fabricação de H(C)FCs pode ser observada no trabalho de referência Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Fifth Completely Revised Edition, Volume A 11: Fibers, 5. Synthetic Inorganic, to Formaldehyde, 1988, pages 354-360. Preferência é dada entre estes processos para os processos para a fabricação de HFC-134a, HFC-152a, CFC-11, CFC-12, HFC-32, HCFC-142b, HCFC-141b e HFC-143a. O cloreto de hidrogênio resultante destes processos geralmente apresenta um teor de fluoreto de hidrogênio no cloreto de hidrogênio de menos do que ou igual a 200 mg/kg, preferivelmente de menos do que ou igual a 50 mg/kg e

muito preferivelmente de menos do que ou igual a 10 mg/kg. Sem desejar ser restrito por qualquer uma explicação teórica, acredita-se que um teor excessivamente elevado de fluoreto de hidrogênio no cloreto de hidrogênio usado como material de partida resultaria na corrosão rápida dos materiais geralmente usados no equipamento para a produção de dicloropropanol a partir do glicerol, tal como o esmalte do aço esmaltado, por exemplo.

A invenção também se refere a um processo para a fabricação de dicloropropanol a partir de glicerol, de acordo com que o glicerol obtido pelo processo para a purificação do produto com base em glicerol bruto descrito acima é submetido a uma reação com um agente de cloração que compreende cloreto de hidrogênio que foi obtido pelo menos parcialmente em um processo para a fabricação de sílica mediante a decomposição de clorossilano e/ou em um processo para a fabricação de cloreto de hidrogênio pela síntese direta partindo de cloro e hidrogênio e/ou em um processo de troca de cloro/flúor nos compostos orgânicos.

A invenção da mesma forma diz respeito a um processo para a fabricação de dicloropropanol de acordo com que o glicerol é submetido a uma reação com um agente de cloração compreendendo cloreto de hidrogênio que foi obtidos pelo menos parcialmente em um processo para a fabricação de sílica mediante a decomposição de clorossilano e/ou em um processo para a fabricação de cloreto de hidrogênio pela síntese direta partindo de cloro e hidrogênio e/ou em um processo de troca de cloro/flúor nos compostos orgânicos.

A invenção também se refere a um agente de cloração que compreende cloreto de hidrogênio e no máximo 200 mg/kg de fluoreto de hidrogênio per kg de cloreto de hidrogênio.

Este agente de cloração pode ser obtido em um processo de troca de cloro/flúor nos compostos orgânicos, tais como os processos para a fabricação de clorofluoroidrocarbonos (HCFCs) e/ou de hidrofluorocarbonos (HFCs).

No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com

a invenção, a reação de glicerol com o agente de cloração pode ser realizada em um reator como descrito no pedido WO 2005/054167 da SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 6, linha 3 até a linha 23.

5 No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, a reação de glicerila com o agente de cloração pode ser realizada no mecanismo que é produzido coberto com materiais que são resistentes aos agentes de cloração, como descrito na patente WO 2006/100317 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página
10 2, linha 29, até a página 3, linha 7, e da página 23, linha 22, até a página 27, linha 25.

 No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, a reação de glicerol com o agente de cloração pode ser realizada em um meio de reação como descrito na WO 2006/106154 de SOLVAY SA, cujo
15 conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 14, linha 15, até a página 17, linha 10.

 No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, a reação de glicerol e o agente de cloração pode ser realizada na presença de um catalisador como descrito na WO 2005/054167 de SOLVAY SA,
20 cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 6, linha 24, até a página 7, linha 35.

 Menção é feita particularmente de um catalisador com base em um ácido carboxílico ou em um derivado de ácido carboxílico tendo um ponto de ebulição atmosférico de mais do que ou igual a 200°C, especialmente ácido
25 adípico e derivados de ácido adípico.

 No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, a reação de glicerol e o agente de cloração pode ser realizada em uma concentração, temperatura e pressão de catalisador e pelos tempos de permanência como descrito na WO 2005/054167 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui

incorporado por referência, especialmente as passagens da página 8, linha 1, até a página 10, linha 10.

Menção é feita particularmente de um temperatura de pelo menos 20°C e não mais do que 160°C, de uma pressão de pelo menos 0,3 bar e não mais do que 100 bar e de um tempo de permanência de pelo menos 1 h e não mais do que 50 h.

No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, a reação de glicerol e o agente de cloração pode ser realizada como descrito na WO 2007/054505 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 1, linha 24 até 31, e da página 2, linha 24, até a página 6, linha 18. O glicerol é preferivelmente reagido com um agente de cloração que compreende ácido clorídrico em um meio líquido em equilíbrio com uma fase vapor e em que a condensação de uma fração que apresenta a composição da fase vapor é impedida. No processo, o meio líquido está em um recipiente, e está em equilíbrio com uma fase vapor e pelo menos uma parte da parede interna do recipiente que está acima do nível do meio líquido no recipiente é mantido em uma temperatura mais baixa do que 120°C ou em uma temperatura pelo menos 1°C mais elevada do que a temperatura de condensação da fase vapor e/ou está escoando com um líquido.

A reação de cloração pode ser realizada na presença de um solvente.

No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, a reação de glicerol com o agente de cloração pode ser realizada na presença de um solvente como descrito na WO 2005/054167 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 11, linha 12 até a linha 36.

No processo para preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, a reação de glicerol e o agente de cloração pode ser realizada na presença de uma fase líquida que compreende compostos pesados diferentes de

glicerol, como descrito na WO 2006/100316 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 2, linha 18 até 20, e da página 15, linha 32, até a página 17, linha 33.

5 A reação de cloração é preferivelmente realizada em um meio de reação líquido, como descrito na WO 2006/100319 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 2, linha 3 a 8, e da página 17, linha 12, até a página 19, linha 9.

10 No processo de acordo com a invenção, a separação do dicloropropanol e dos outros compostos da mistura de reação pode ser realizada de acordo com os métodos como descritos na WO 2005/054167 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 12, linha 1, até a página 17, linha 20.

15 Partícula menção é feita da separação pela destilação azeotrópica de uma mistura de água/dicloropropanol/agente de cloração sob condições que minimizam as perdas de agente de cloração, seguido pelo isolamento do dicloropropanol por decantação.

20 No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, o isolamento do dicloropropanol e dos outros compostos da mistura de reação de cloração de glicerol pode ser realizado de acordo com os métodos do tipo descrito na WO 2006/100312 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 2, linha 3 a 10, da página 20, linha 28, até a página 25, linha 2, e da página 25, linha 21, até a página 28, linha 20.

25 No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, a separação do dicloropropanol e dos outros compostos da mistura de reação a partir de cloração de glicerol pode ser realizada de acordo com os métodos descritos na WO 2006/100313 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 2, linha 1 a linha 13, e da página 21, linha 13, até a página 25, linha 25.

No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, a separação do dicloropropanol e dos outros compostos da mistura de reação a partir de cloração de glicerol pode ser realizada de acordo com os métodos descritos na WO 2006/100314 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui
5 incorporado por referência, especialmente as passagens da página 2, linha 6 a 31, e da página 18, linha 33, até a página 22, linha 29.

No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, a separação do dicloropropanol e dos outros compostos da mistura de reação a partir de cloração de glicerol, pode ser realizada de acordo com os
10 métodos descritos na WO 2006/100320 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 1, linha 30, até a página 2, linha 12, e da página 6, linha 25, até a página 10, linha 28.

No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, o isolamento e o tratamento dos outros compostos da mistura de
15 reação a partir de cloração de glicerol podem ser realizados de acordo com os métodos descritos na WO 2006/100315 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 2, linha 3 a linha 13, e da página 23, linha 3, até a página 24, linha 13. Um tratamento preferido consiste em submeter uma fração dos subprodutos da reação a uma
20 oxidação de alta temperatura.

No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, o dicloropropanol é geralmente obtido na forma de uma mistura de compostos compreendendo os isômeros de 1,3-dicloropropan-2-ol e 2,3-dicloropropan-1-ol, como descrito na WO 2006/100319 de SOLVAY SA, cujo
25 conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 23, linha 34, até a página 24, linha 25.

No processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, o dicloropropanol pode incluir uma quantidade elevada de cetonas halogenadas, em particular de cloroacetona, como descrito na WO 2006/100311

de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 2, linha 22 a 25, da página 22, linha 8, até a página 23, linha 35.

O dicloropropanol formado pode ser separado dos outros constituintes do meio de reação por qualquer tratamento de separação, por exemplo, mediante destilação, reevaporação, extração ou adsorção. Após este tratamento, os outros constituintes do meio de reação podem ser submetidos aos tratamentos de separação adicionais, tais como, por exemplo, uma filtração, onde os sais de ácido graxo podem ser separados.

Quando o tratamento de separação for uma destilação e quando um produto com base em glicerol bruto de acordo com a invenção for usado para a fabricação de dicloropropanol, o dicloropropanol separado pode ser contaminado por vários isômeros de cloroalcóxipropanol ou de dialcoxipropanol. Os isômeros de cloroalcóxipropanol ou dialcoxipropanol são preferivelmente aqueles para os quais o grupo de alcóxi é selecionado dos grupos de metóxi, etóxi, propóxi, butóxi, pentóxi, hexóxi, heptóxi e octóxi, preferivelmente dos grupos de metóxi, etóxi, propóxi e butóxi, mais preferivelmente dos grupos de metóxi e etóxi. O grupo de alcóxi é muito particularmente preferível o grupo de metóxi. O grupo de propóxi é selecionado do grupo de n-propóxi, isopropóxi e mistura destes, e é preferivelmente um grupo de isopropóxi. O grupo de butóxi é selecionado do grupo de 1-butóxi, 2-butóxi, isobutóxi, terc-butóxi, e misturas de pelo menos dois deles, é preferivelmente um grupo de isobutóxi ou terc-butóxi. O tratamento do produto com base em glicerol bruto de acordo com a invenção apresenta a vantagem de redução da contaminação do dicloropropanol por estes isômeros.

Finalmente, a invenção se refere a um processo para a fabricação de epicloroidrina compreendendo o processo para a fabricação de dicloropropanol partindo de glicerol em que um produto com base em glicerol bruto é submetido a pelo menos um tratamento, opcionalmente sob pressão reduzida, de concentração

evaporativa, de cristalização evaporativa, de destilação, de destilação fracionária, de reevaporação ou de extração líquido-líquido de modo a reduzir o teor de éteres glicerol alquílicos e obter um produto com base em glicerol purificado que é reagido com um agente de cloração, seguido por um processo para a
5 desidrocloração de dicloropropanol.

Quando o dicloropropanol for contaminado por vários isômeros de cloroalcoxipropanol, a epicloroidrina pode ser contaminada por éteres alquil glicidílicos. Os éteres alquil glicidílicos são preferivelmente aqueles para os quais o grupo de alquila é selecionado dos grupos de metila, etila, propila, butila,
10 pentila, hexila, heptila e octila, preferivelmente dos grupos de metila, etila, propila e butila, mais preferivelmente dos grupos de metila e etila. O grupo de alquila é muito particularmente preferível o grupo de metila. O grupo de propila é selecionado de n-propila, grupo de isopropila e misturas destes, e é preferivelmente um grupo de isopropila. O grupo de butila é selecionado do grupo
15 de 1-butila, 2-butila, isobutila, terc-butila, e misturas de pelo menos dois deles, e é preferivelmente um grupo de isobutila ou terc-butila. A contaminação pode ser reduzida mediante o uso de um dicloropropanol fabricado a partir do produto com base em glicerol purificado de acordo com a invenção. Estes éteres alquil glicidílicos apresentam pontos de ebulição muito próximos daqueles da
20 epicloroidrina e são, por esta razão, muito difícil de separá-los.

No processo para a preparação de epicloroidrina de acordo com a invenção, o dicloropropanol pode ser submetido a uma reação de desidrocloração como descrito na WO 2005/054167 cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 19, linha 15, até a página 22,
25 linha 30 e WO 2006/100311, da SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 2, linha 22, e da página 22, linha 27, até a página 23, linha 32.

A desidrocloração de dicloropropanol também pode ser realizada como descrito na WO 2006/100318 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui

incorporado por referência, especialmente as passagens da página 2, linha 23 a 28, e da página 24, linha 17, até a página 32, linha 3.

O processo para a preparação de dicloropropanol de acordo com a invenção, pode ser integrado dentro de um plano global para a preparação de epocloroidrina, como descrito na WO 2006/106155 de SOLVAY SA, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência, especialmente as passagens da página 2, linha 26, até a página 31, e da página 21, linha 18, até a página 23, linha 6.

Por último, a invenção diz respeito a um processo para a fabricação de resinas de epóxi compreendendo um processo para a fabricação de epicloroidrina mediante a desidrocloração de dicloropropanol, obtido mediante a cloração de um produto com base em glicerol purificado, em que a epicloroidrina é submetida a uma reação com um composto contendo pelo menos dois átomos de hidrogênio ativos. Estes compostos incluem compostos polifenólicos, mono- e diaminas, amino fenóis, imidas e amidas heterocíclicas, dióis e polióis alifáticos, e ácidos graxos diméricos.

Os exemplos abaixo são destinados para ilustrar a invenção sem, no entanto, limitá-la.

Exemplo 1

Um glicerol bruto resultante da fabricação de biodiesel por um processo para a transesterificação de óleo de semente de colza em metanol na presença de um catalisador heterogêneo e operado sob condições tais que os éteres de glicerol têm se formado e não foram separados do glicerol, foi obtido. Tais condições são, por exemplo, o uso de um catalisador heterogêneo ácido, a presença de compostos ácidos, por exemplo, ácidos carboxílicos no óleo de colza, uma temperatura elevada de transesterificação e um tempo de permanência longo da mistura metanol/óleo de soja no catalisador. O glicerol bruto foi destilado sob pressão. A operação foi realizada em uma disposição composta de um frasco de fundo redondo equipado com uma cavidade tendo um par térmico, com uma barra magnética para a agitação, com uma ponta de destilação com uma

cavidade tendo um par térmico, com um condensador de refluxo lateral esfriado par 0°C e com um frasco de fundo redondo para coletar o evaporado. Os compostos não coletados no frasco de fundo redondo foram condensados em um coletor esfriado para -78°C. A água e o metanol foram destilados a princípio sob uma pressão reduzida de 9 torr em temperatura ambiente. As frações enriquecidas em éteres glicerol metílicos foram subsequentelemente coletadas em uma pressão constante de 3 torr com um ponto de ebulição da mistura de 159 a 160°C e uma temperatura de vapor medida de 151 a 155°C. Três frações destiladas foram coletadas. Os teores de vários compostos do glicerol bruto (produto com base em glicerol bruto), das frações coletadas, do coletor e do resíduo de destilação (produto com base em glicerol purificado) são fornecidos na Tabela 1 abaixo.

Tabela 1

	Produto com base em glicerol bruto	Fração 1	Fração 2	Fração 3	Coletor	Produto com base em glicerol purificado
Quantidade (in g)	100,09	4,00	3,78	5,02	1,98	83,26
Constituintes (in 1/kg)						
Metanol	2,4		0,006	0,009	0,035	0,008
Etanol	0,014					
Propanol	0,016					
Etileno glicol	0,22	2,2	0,22	0,088	5,4	0,02
Propileno glicol	0,14	0,85	0,056	0,024	10	
Isômeros de 2 metoxipropanodiol	11,3	176	36	11,7	36,7	0,9
Glicerol	965	744	957	981	37	992
Monoacetato de glicerol	0,35	1,4	1,1	0,71	0,12	0,21
Isômeros de 3 diglicerol	2,8	0,01	0,096	1,1		3,4
Oleato de metila + linoleato de metila	6,8	78	1,8	0,04		< 0,001
Monooleato de glicerol + monolinoleato de glicerol	3,9	1,1	0,92	1,8		2,2
Água	6,8	1,4	0,4	0,5		0,2

Exemplo 2

Um glicerol bruto resultante da fabricação de biodiesel por um processo para a transesterificação de óleo de semente de colza em metanol na presença de um catalisador heterogêneo e operado sob condições tais que os éteres de glicerol têm se formado e não foram separados do glicerol, foi obtido. Tais condições são, por exemplo, o uso de um catalisador heterogêneo ácido, a presença de compostos ácidos, por exemplo, ácidos carboxílicos no óleo de colza, uma temperatura elevada de transesterificação e um tempo de permanência

longo da mistura metanol/óleo de soja no catalisador. Este glicerol bruto foi tratado com vapor sob pressão reduzida. A operação foi realizada em uma disposição composta de um frasco de fundo redondo equipado com uma cavidade tendo um par térmico, com uma barra magnética para a agitação, com um tubo de imersão para a injeção de vapor, com uma ponta de destilação com uma cavidade tendo par térmico, com um condensador de refluxo lateral esfriado para 0°C e com um frasco de fundo redondo para a coleta do evaporado. Os compostos não coletados no frasco de fundo redondo foram condensados em um coletor esfriado para -78°C. O vapor a 140°C (33,19 g) foi injetado em 63 minutos. O condensado foi coletado sob uma pressão constante de 26 torr com um ponto de ebulição da mistura de 127 a 139°C e uma temperatura de vapor medida de 91 a 97°C. Os teores de vários compostos do glicerol bruto (produto com base em glicerol bruto) e do resíduo de reevaporação (produto com base em glicerol purificado) são fornecidos na seguinte Tabela 2.

Tabela 2

	Produto com base em glicerol bruto	Produto com base em glicerol purificado
Quantidade (in g)	148,6	141,64
Constituintes (in g/kg)		
Água	6,8	4,9
Metanol	2,4	0,017
Etanol	0,014	<0,005
Propanol	0,016	<0,005
Etileno glicol	0,22	0,03
Propileno glicol	0,14	<0,001
Isômeros de 2 metoxipropanodiol	11	3,9
Glicerol	MC(960-965)	MC (994)
Monoacetato de glicerol	0,35	0,37
Isômeros de 3 diglicerol	2,8	2,9
Oleato de metila + linoleato de metila	6,8	<0,001
Monooleato de glicerol + monolinoleato de glicerol	3,9	1,7

REIVINDICAÇÕES

1. Produto com base em glicerol bruto, caracterizado pelo fato de que compreende éteres glicerol alquílicos em uma quantidade de 0,001 a 100 g/kg de produto bruto.

5 2. Produto de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os éteres glicerol alquílicos são mono-, di- e/ou triéteres de glicerol, os grupos de alquila dos quais são selecionados independentemente a partir dos grupos de metila, etila, propila, butila, pentila, hexila, heptila e octila.

10 3. Produto de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que os éteres de glicerol são éteres glicerol monometílicos e/ou monoetílicos.

4. Produto de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 3, caracterizado pelo fato de que apresenta um ou mais dos seguintes aspectos:

15 • os éteres glicerol alquílicos são éteres metílicos
 • compreende metanol em uma quantidade de 0,1 a 20 g/kg de produto bruto

 • compreende etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol em uma quantidade total de 0,01 a 2 g/kg de produto bruto

20 • os éteres glicerol alquílicos são éteres etílicos
 • compreende etanol em uma quantidade de 0,1 a 20 g/kg de produto bruto

25 • compreende metanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol em uma quantidade total de 0,01 a 2 g/kg de produto bruto

 • os éteres glicerol alquílicos são éteres propílicos
 • compreende propanol em uma quantidade de 0,1 a 20 g/kg de produto bruto

 • compreende metanol, etanol, butanol, pentanol, hexanol,

heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol em uma quantidade total de 0,01 a 2 g/kg de produto bruto.

5. Processo para a purificação do produto com base em glicerol bruto de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 4, caracterizado pelo fato de que o produto bruto é submetido a pelo menos um tratamento, opcionalmente sob pressão reduzida, de concentração evaporativa, de cristalização evaporativa, de destilação, de destilação funcional, de reevaporação ou de extração líquido-líquido.

6. Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que um produto com base em glicerol purificado é obtido o qual compreende éteres glicerol alquílicos em uma quantidade de menos do que 5 g/kg de produto purificado e metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol, etileno glicol e propileno glicol em uma quantidade total de menos do que 1 g/kg de produto purificado.

7. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que os éteres glicerol alquílicos são selecionados de éteres glicerol metílicos, éteres glicerol etílicos, éteres glicerol propílicos, éteres glicerol butílicos e quaisquer misturas de pelo menos dois deles.

8. Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que um produto com base em glicerol purificado é obtido, apresentando um ou mais dos seguintes aspectos:

- compreende éteres glicerol metílicos em uma quantidade de menos do que 5 g/kg de produto purificado

- compreende éteres glicerol etílicos em uma quantidade de menos do que 5 g/kg de produto purificado

- compreende éteres glicerol propílicos em uma quantidade de menos do que 5 g/kg de produto purificado

- compreende metanol, etanol, propanol, butanol, etileno glicol e propileno glicol em uma quantidade total de menos do que 1 g/kg de produto

purificado.

9. Processo para a fabricação de dicloropropanol partindo de glicerol, caracterizado pelo fato de que um produto com base em glicerol bruto de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 4 é submetido a pelo menos um tratamento, opcionalmente sob pressão reduzida, de concentração evaporativa, de cristalização evaporativa, de destilação, de destilação fracionária, de reevaporação ou de extração líquido-líquido, de modo a reduzir o teor de éteres glicerol alquílicos e obter um produto purificado que é reagido com um agente de cloração.

10. Processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que os éteres alquílicos são éteres metílicos ou éteres etílicos, preferivelmente éteres metílicos.

11. Processo para a fabricação de epocloroidrina, caracterizado pelo fato de que compreende o processo de acordo com a reivindicação 9 ou 10 seguido por um processo para a desidrocloração de dicloropropanol.

12. Processo para a fabricação de resinas de epóxi, caracterizado pelo fato de que compreende o processo para a fabricação de epicloroidrina de acordo com a reivindicação 11, seguido por um processo em que a epicloroidrina é submetida a uma reação com um composto contendo pelo menos dois átomos de hidrogênio ativos.

13. Processo para a fabricação de dicloropropanol, caracterizado pelo fato de que compreende o processo para a purificação do produto com base em glicerol bruto de acordo com qualquer uma das reivindicações de 5 a 8, submetendo o glicerol assim obtido a uma reação com um agente de cloração compreendendo cloreto de hidrogênio que foi obtido pelo menos parcialmente em um processo para a fabricação de sílica mediante a decomposição de clorossilano e/ou em um processo para a fabricação de cloreto de hidrogênio pela síntese direta partindo de cloro e hidrogênio e/ou em um processo de troca de cloro/flúor nos compostos orgânicos.

14. Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que o cloro e o hidrogênio foram obtidos pelo menos parcialmente em um processo para a eletrólise de uma salmoura.

15. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 13 ou 14, caracterizado pelo fato de que o agente de cloração, compreende cloreto de hidrogênio e no máximo 200 mg de fluoreto de hidrogênio per kg de cloreto de hidrogênio.

16. Processo para a fabricação de dicloropropanol, caracterizado pelo fato de que o glicerol é submetido a uma reação com um agente de cloração compreendendo cloreto de hidrogênio que foi obtido pelo menos parcialmente:

a) em um processo para a fabricação de sílica mediante a decomposição de clorossilano, e/ou

b) em um processo para a fabricação de cloreto de hidrogênio pela síntese direta partindo de cloro e hidrogênio, e/ou

c) em um processo de troca de cloro/flúor nos compostos orgânicos.

RESUMO

“PRODUTO COM BASE EM GLICEROL BRUTO, E, PROCESSOS PARA A
PURIFICAÇÃO DO PRODUTO COM BASE EM GLICEROL BRUTO, PARA
A FABRICAÇÃO DE DICLOROPROPANOL PARTINDO DE GLICEROL,
5 PARA A FABRICAÇÃO DE EPOCLOROIDRINA, PARA A FABRICAÇÃO
DE RESINAS DE EPÓXI, E, PARA A FABRICAÇÃO DE
DICLOROPROPANOL”

A invenção refere-se a um produto com base em glicerol bruto
que compreende éteres glicerol alquílicos, a um processo de purificação
10 compreendendo um tratamento de concentração evaporativa, de cristalização
evaporativa, de destilação fracionária, de revaporização, ou de extração líquido-
líquido e ao uso do produto purificado na fabricação de dicloropropanol.