



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1006528A6

NUMERO DE DEPOT : 09400597

Classif. Internat. : C07C

Date de délivrance le : 04 Octobre 1994

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 23 Juin 1994 à 11H15 à l'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : G.K. ANALYTICAL SCIENCES Limited
Fitzwilliam Place 33, DUBLIN 2(IRLANDE)

représenté(e)s par : GOEGBEUR Erik, BUGNION S.A., Rue de Namur, 43 bte 3 - B
1000 BRUXELLES.

un brevet d'invention d'une durée de 6 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PURIFICATION D'UN SOLVANT.

INVENTEUR(S) : Kenny Gerard, Mount Anville Wood 14, Stillorgan, County Dublin (IE)

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Bruxelles, le 04 Octobre 1994
PAR DELEGATION SPECIALE :

WUYTS L
Directeur.

"PURIFICATION D'UN SOLVANT"

5 La présente invention concerne la purification d'un solvant, et en particulier une méthode destinée à purifier du méthanol contenant des impuretés tel que l'acétone, le cétone d'éthyl méthylique, l'eau, l'acide formique, l'aldéhyde formique, l'ester d'acide acétique et l'ester méthylique, les quantités catalytiques d'acide et autres solvants de ce type.

10 Le méthanol est largement utilisé lors de la recristallisation sélective et lors de la distillation extractive. En raison de ses propriétés diélectrique, solvable et optique favorables, le méthanol est également largement utilisé en chimie analytique, particulièrement en chromatographie liquide à haut rendement (HPLC), en synthèse organique, en analyse des résidus de pesticides, en spectroscopie dans l'ultraviolet et
15 dans l'infrarouge, en analyse de purification et de séparation de l'eau, en synthèse d'ADN et de peptides.

Vu que les techniques de chimie analytique et les machines analytiques sont toujours plus sophistiquées, il est nécessaire de développer des méthodes de production de
20 méthanol dont le niveau de pureté est très élevé afin qu'il puisse être utilisé comme solvant standard dans un tel équipement.

L'objectif de la présente invention est donc de fournir une méthode de production à haut rendement de méthanol dont le niveau de pureté est très élevé.

25 Conformément à l'invention, il est prévu une méthode de purification destinée à purifier du méthanol contenant des impuretés tels que l'acétone, le cétone d'éthyl méthylique, l'eau, l'acide formique, l'aldéhyde formique, l'ester d'acide acétique et l'ester méthylique afin de produire du méthanol dont le niveau de pureté est élevé,
30 la méthode comprenant les étapes de :

- addition d'un agent de réduction au méthanol contenant lesdites impuretés;

- addition d'une base forte à la mixture;

5 - distillation de la mixture dans une colonne de distillation; et

- récupération du méthanol purifié à partir de la colonne de distillation.

10 Selon une forme de réalisation particulièrement préférée de l'invention, le méthanol est une nouvelle fois purifié par addition d'une base supplémentaire à la mixture avant la distillation. De préférence, la base supplémentaire est une base faible tel que du carbonate de sodium.

15 De préférence, la mixture est chauffée après addition de l'agent de réduction. De manière avantageuse, la mixture est chauffée à une température d'au moins 65°C pendant une durée d'une heure.

20 Selon une forme de réalisation préférée de l'invention, après addition de la base, la mixture est chauffée jusqu'au reflux et un échantillon de la mixture est prélevé plusieurs fois afin de contrôler les niveaux d'impuretés.

 Selon une forme de réalisation de l'invention, la mixture est refroidie avant l'addition de la base.

25 De préférence, l'agent de réduction est de l'hydruroaluminate de lithium.

 La présente invention fournit également du méthanol purifié par la méthode décrite par l'invention.

30 L'invention sera mieux comprise à partir de la description suivante donnée à titre

d'exemple et faisant uniquement référence au dessin annexé, lequel est une représentation schématique d'un appareil de distillation adapté aux besoins particuliers de l'utilisateur et utilisé dans la méthode décrite par l'invention.

5 Si l'on se réfère au dessin, celui-ci représente un appareil de distillation adapté aux besoins particuliers de l'utilisateur et utilisé dans la méthode décrite par l'invention, cet appareil de distillation comprenant une colonne de distillation 1 d'anneaux Raschig condensés présentant 30 à 40 plateaux théoriques. La substance de base est ajoutée dans une bouilloire 2 au travers d'une valve d'arrivée 3. La substance de base
10 est chauffée par passage au travers d'un rebouilleur 5 présentant une bobine 6 chauffée par vapeur. La vapeur contenue dans la colonne de distillation 1 est condensée par le passage d'eau de refroidissement à travers une bobine 7 située dans le condenseur 8. La substance de reflux est renvoyée vers le colonne 1 à travers une ligne de reflux 9. Une fois le niveau de pureté désiré atteint, la substance est
15 acheminée à travers une ligne de sortie 10 vers un récipient collecteur 12. La substance peut traverser des tamis moléculaires 11 avant d'être acheminée vers le récipient collecteur 12.

EXEMPLE

20 La charge de méthanol contenant des impuretés, tel que l'acétone, le cétone d'éthyl méthylique, l'eau, l'acide formique, l'aldéhyde formique, l'ester d'acide acétique et l'ester méthylique a été purifiée par la méthode suivante.

25 100 litres de méthanol sont ajoutés dans le récipient de reflux décrit ci-dessus de même que 50 grammes d'un agent de réduction tel que de l'hydruroaluminate de lithium. Une petite quantité d'une base forte tel que de l'hydroxyde de potassium est alors ajoutée. La base forte agit comme un agent d'hydrolyse.

30 La mixture est alors chauffée pendant au moins une heure à une température de

5 minimum 65°C. Une base faible tel que du carbonate de sodium est ensuite ajoutée à la mixture suivant une quantité d'au moins 100 grammes (maximum 500 grammes) et la mixture est chauffée jusqu'au reflux. Les niveaux d'impuretés présentes sont contrôlées. Lorsque les niveaux d'impuretés ont atteint la valeur désirée, la mixture peut être refroidie.

10 Le méthanol purifié par cette méthode présente un degré de pureté atteignant au moins 99,9%, moins de 0,1% de teneur en eau, moins de 0,001% d'acidité et moins de 0,0001% de résidus.

15 Le méthanol ayant atteint un niveau élevé de purification est utilisé dans des méthodes d'analyse telle que la chromatographie liquide à haut rendement (HPLC) et permet de nombreuses applications, y compris des applications en synthèse organique et en analyse des résidus, analyse de purification et de séparation d'eau, de même qu'en spectroscopie dans l'ultraviolet et dans l'infrarouge.

La présente invention ne se limite pas au mode de réalisation décrit ci-dessus qui peut varier dans ses détails.

REVENDICATIONS

5 1. Une méthode destinée à purifier du méthanol contenant des impuretés tel que l'acétone, le cétone d'éthyl méthylique, l'eau, l'acide formique, l'aldéhyde formique, l'ester d'acide acétique et l'ester méthylique, le procédé comprenant les étapes suivantes :

- 10 - addition d'un agent de réduction au méthanol contenant lesdites impuretés;
- addition d'une base forte à la mixture;
- distillation de la mixture dans une colonne de distillation; et
- 15 - récupération du méthanol purifié à partir de la colonne de distillation.

2. Une méthode selon la revendication 1, caractérisée en ce que la base forte est de l'hydroxyde de potassium.

20 3. Une méthode selon l'une ou l'autre des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que le méthanol est une nouvelle fois purifié par addition d'une base supplémentaire à la mixture avant la distillation.

25 4. Une méthode selon la revendication 3, caractérisée en ce que la base supplémentaire est une base faible.

5. Une méthode selon la revendication 4, caractérisée en ce que la base supplémentaire est du carbonate de sodium.

30 6. Une méthode selon l'une ou l'autre des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que

la mixture est chauffée après addition de l'agent de réduction.

5 7. Une méthode selon la revendication 6, caractérisée en ce que la mixture est chauffée à une température d'au moins 65°C pendant une durée d'au moins une heure.

10 8. Une méthode selon l'une ou l'autre des revendications 2 à 7, caractérisée en ce que, après addition de la base, la mixture est chauffée jusqu'au reflux et un échantillon de la mixture est prélevé plusieurs fois afin de contrôler les niveaux d'impuretés.

9. Une méthode selon l'une ou l'autre des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'agent de réduction est de l'hydruroaluminate de lithium.

15 10. Du méthanol purifié par une méthode selon l'une ou l'autre des revendications précédentes.

