



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 281 014**

(51) Int. Cl.:
C07D 301/04 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **04785085 .4**

(86) Fecha de presentación : **27.09.2004**

(87) Número de publicación de la solicitud: **1678155**

(87) Fecha de publicación de la solicitud: **12.07.2006**

(54) Título: **Recuperación de productos a partir de mezclas supercríticas.**

(30) Prioridad: **22.10.2003 US 691142**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.09.2007

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.09.2007

(73) Titular/es: **Lyondell Chemical Technology, L.P.**
Two Greenville Crossing
4001 Kennett Pike, Suite 238
Greenville, Delaware 19807, US

(72) Inventor/es: **Cochran, Robert, N. y**
Miller, Jay, F.

(74) Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 281 014 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Recuperación de productos a partir de mezclas supercríticas.

El presente invento se refiere a la recuperación de productos tal como óxido de propileno a partir de mezclas de productos de reacción constituidas por un disolvente supercrítico tales como propano o propileno - dióxido de carbono supercrítico sin la necesidad de una descompresión sustancial del disolvente supercrítico, realizándose la recuperación por un procedimiento de extracción del disolvente.

Antecedentes del invento

Se han desarrollado procedimientos para la producción de productos químicos importantes tal como óxido de propileno que implica el uso de disolventes supercríticos o de fase densa tales como CO₂ supercrítico o propano o propileno supercríticos. Con respecto a esto, se hace referencia a la solicitud de EE.UU. copendiente de n° de serie 09/981.198 presentada el 16 de Octubre de 2001.

En tales procedimientos, el producto deseado puede recuperarse fácilmente a partir de la mezcla de reacción por descompresión y vaporización del disolvente. Sin embargo, por razones económicas, es necesario que el disolvente se recupere y reutilice. Cuando el disolvente se ha vaporizado en la separación, es necesario que se usen procedimientos de recompresión y/o refrigeración costosos para la recuperación y reutilización del disolvente.

El presente invento proporciona un procedimiento mejorado, por medio del cual la descompresión de la mezcla de reacción y recompresión del disolvente puede evitarse sustancialmente.

Exposición del invento

Según el presente invento, una mezcla de reacción en condiciones supercríticas o de fase densa, se pone en contacto con un líquido de extracción relativamente no comprensible tal como agua que es sustancialmente inmiscible con el disolvente supercrítico y en el que los productos de reacción son solubles selectivamente. El disolvente supercrítico puede separarse para reutilizarlo y los productos de reacción extraídos pueden recuperarse por destilación.

Breve descripción del dibujo

El dibujo adjunto ilustra una práctica del invento.

Descripción detallada

El presente invento puede ilustrarse por referencia a la producción de óxido de propileno como se ha descrito en la solicitud de n° de serie 09/981.198 presentada el 16 de Octubre de 2001. Refiriéndose al dibujo, la columna 1 es una columna de extracción líquido-líquido convencional que proporciona un contacto y mezclado estrechos de las corrientes líquidas inmiscibles a contracorriente. Una mezcla de reacción constituida por el producto óxido de propileno en un disolvente de dióxido de carbono en condiciones de fase densa o supercríticas se introduce en la columna a través de la línea 2 y una corriente extractante acuosa se introduce en la columna 1 a través de la línea 3. En la columna 1, la corriente acuosa más pesada pasa hacia abajo, mientras que la corriente de dióxido de carbono más ligera pasa hacia arriba a través de la columna. En la columna 1, el contacto estrecho de las corrientes se consigue por técnicas convencionales y como resultado de este contacto el producto óxido de propileno y otros materiales solubles en agua se extraen en el extractante acuoso a partir de la corriente

de dióxido de carbono. La corriente del extracto que contiene los productos extraídos se retira de la columna 1 a través de la línea 4, mientras que la corriente de dióxido de carbono supercrítico reducida en óxido de propileno se retira de la columna 1 a través de la línea 5.

Una ventaja destacada de la práctica del invento es que la corriente de dióxido de carbono retirada a través de la línea 5 está esencialmente a la presión de reacción supercrítica empleada en la producción del óxido de propileno y así, esta corriente puede reciclarse eficazmente al reactor de epoxidación con sólo un mínimo de tratamiento.

La corriente del extracto retirada a través de la línea 4 se trata fácilmente por destilación para la separación de varios componentes y recuperación del óxido de propileno. Puede reciclarse el extractante acuoso después de la separación del óxido de propileno y de otros materiales.

Realizando el invento, la selección de un disolvente de extracción adecuado es una consideración crítica. Por lo general, los disolventes adecuados para uso en el invento son los que tienen el parámetro de solubilidad total como se ha definido por Hoy en "Handbook of Solubility Parameters and Other Cohesion Parameters", Barton, A.F.M., CRC Press (1991), mayor que 24 MPa^{0.5} con el hidrógeno que se une a la parte del parámetro de solubilidad mayor que 15 MPa^{0.5}. Véase la Tabla 18 en las páginas 123-138 de la anterior publicación. Por razones de coste, disponibilidad y eficacia, el agua y acetonitrilo, especialmente el agua, son los disolventes preferidos. Pueden usarse mezclas de varios disolventes.

Como se ha indicado anteriormente, las mezclas de reacción preferidas que se tratan según el invento son las que contienen óxido de propileno que resultan de la reacción de propileno, oxígeno e hidrógeno que usan un metal noble en un catalizador de silicalita de titanio en dióxido de carbono. Tales mezclas de reacción comprenden generalmente entre 50 y 99 por ciento en peso de disolvente y preferentemente entre 65 y 95 por ciento en peso de disolvente. Las mezclas de reacción pueden contener pequeñas cantidades de sub-productos oxigenados así como propileno sin reaccionar. Generalmente, las mezclas de reacción están a temperaturas de 20 a 100°C y presiones de 65 a 300 atm.

La extracción de disolvente se realiza en condiciones de fase densa o supercríticas, por medio de la cual, la separación ventajosa del producto se consigue sin necesidad de recompresión sustancial del disolvente.

El siguiente ejemplo ilustra la práctica del invento.

Refiriéndose al dibujo adjunto, una mezcla de reacción que contiene óxido de propileno a partir de la reacción supercrítica de propileno, oxígeno e hidrógeno en un disolvente de dióxido de carbono como se ha descrito en SN 09/981.198 se introduce en la columna de extracción 1 a través de la línea 2. La mezcla de reacción está a 60°C y 135 atm y comprende en peso 10% de óxido de propileno, 70% de dióxido de carbono, 10% de propileno y 10% de otros componentes.

Se introduce agua a través de la línea 3 en la columna 1 a una proporción en peso de alrededor de 50% de la velocidad de alimentación. Las condiciones mantenidas en la columna 1 son 60°C y 135 atm, y los materiales de alimentación se mezclan estrechamente allí según procedimientos convencionales.

Una corriente de extracto se retira de la columna

1 a través de la línea 4. Esta corriente comprende en peso 14% de óxido de propileno y 80% de agua junto con 6% de otros componentes y pasa a un procedimiento de separación por destilación convencional (no mostrado) para la recuperación del producto óxido de propileno. Después de esta separación, el extractante de agua se recicla convenientemente para la extracción.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Una corriente de dióxido de carbono de fase densa se retira de la columna 1 a través de la línea 5; esta corriente comprende en peso 85% de dióxido de carbono, 12% de propileno y 3% de otros y se recicla convenientemente para la reacción de epoxidación.

A través de la práctica de este procedimiento, se recupera más del 95% del óxido de propileno producido en la corriente de extracción acuosa.

REIVINDICACIONES

1. El procedimiento para la separación de productos de oxidación de una mezcla de reacción constituida por dichos productos en un disolvente en condiciones de fase densa, en el que la mezcla de reacción se pone en contacto con un disolvente de extracción que es sustancialmente inmiscible con el disolvente de fase densa y separando una fase líquida que contiene los productos de oxidación de una corriente de disolvente de fase densa.

2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el disolvente de extracción tiene un parámetro de solubilidad total mayor que 24 MPa^{0.5} con el hidrógeno que se une a la parte del parámetro de solubilidad

mayor que 15 MPa^{0.5}.

3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el disolvente de fase densa es dióxido de carbono.

4. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el disolvente de fase densa es propano.

5. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el disolvente de fase densa es propileno.

6. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que los productos de oxidación comprenden óxido de propileno.

7. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el disolvente inmiscible es un disolvente acuoso.

8. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el disolvente inmiscible es acetonitrilo.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

