



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 275 658**

51 Int. Cl.:
C07D 301/19 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **01912504 .6**

86 Fecha de presentación : **19.03.2001**

87 Número de publicación de la solicitud: **1266890**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **18.12.2002**

54 Título: **Un procedimiento para producir óxido de propileno.**

30 Prioridad: **24.03.2000 JP 2000-83961**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.06.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.06.2007

73 Titular/es: **Sumitomo Chemical Company, Limited**
27-1, Shinkawa 2-chome
Chuo-ku, Tokyo 104-8260, JP

72 Inventor/es: **Tsuji, Junpei y**
Yamamoto, Jun

74 Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 275 658 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

Un procedimiento para producir óxido de propileno.

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un proceso para producir óxido de propileno. Más en particular, la presente invención se refiere a un proceso para producir óxido de propileno, presentando dicho proceso para producir óxido de propileno unas características excelentes según las cuales se convierte propileno en óxido de propileno empleando hidropéroxido de isopropilbenceno obtenido a partir de isopropilbenceno, como un vehículo de oxígeno, se puede utilizar repetidamente dicho isopropilbenceno, se puede llevar a cabo la epoxidación para obtener óxido de propileno a partir de propileno en un alto rendimiento, y se puede reducir la carga en la etapa de purificación del óxido de propileno como producto.

15 **Técnica anterior**

El proceso en el que se oxida propileno empleando hidropéroxido de etilbenceno como vehículo de oxígeno para dar óxido de propileno y estireno es conocido como proceso de Halcon. Dado que en este proceso se produce de manera inevitable estireno junto con el óxido de propileno, resulta insatisfactorio si se tiene en cuenta que solamente ha de producirse selectivamente óxido de propileno.

Por otra parte, en la patente checoslovaca N° CS 140.743 se describe el concepto de proceso en el que se convierte propileno a óxido de propileno utilizando hidropéroxido de isopropilbenceno obtenido a partir de isopropilbenceno, como vehículo de oxígeno, y se utiliza repetidamente dicho isopropilbenceno. El proceso descrito en dicha patente no contiene descripciones precisas sobre las etapas necesarias, a excepción de la etapa de oxidación, la etapa de epoxidación y la etapa de hidrogenólisis. En la práctica, el reciclado de isopropilbenceno implica varios problemas y, por lo tanto, no se puede decir que la patente sea suficiente para su puesta en marcha a nivel industrial.

30 **Descripción de la invención**

En tales circunstancias, uno de los objetos de la presente invención consiste en proporcionar un proceso para producir óxido de propileno, teniendo dicho proceso para producir óxido de propileno características excelentes según las cuales se convierte propileno en óxido de propileno utilizando hidropéroxido de isopropilbenceno a partir de isopropilbenceno, un vehículo de oxígeno, se puede utilizar repetidamente dicho isopropilbenceno, se puede llevar a cabo la epoxidación para obtener óxido de propileno a partir de propileno en un alto rendimiento, y se puede reducir la carga en la etapa de purificación de óxido de propileno como producto.

En concreto, la invención se refiere a un proceso para producir óxido de propileno, que comprende las etapas que se describen a continuación, siendo la concentración de agua en la solución que contiene hidropéroxido de isopropilbenceno que se va a suministrar en la etapa de epoxidación de 1% en peso o menos:

Etapas de oxidación: una etapa en la que se oxida isopropilbenceno para obtener hidropéroxido de isopropilbenceno.

Etapas de epoxidación: una etapa en la que se hace reaccionar el hidropéroxido de isopropilbenceno obtenido en la etapa de reacción con propileno para obtener óxido de propileno y alcohol cumílico, y

Etapas de hidrogenólisis: una etapa en la que se somete a hidrogenólisis el alcohol cumílico obtenido en la etapa de epoxidación para obtener isopropilbenceno, y se recicla dicho isopropilbenceno para la etapa de oxidación como materia prima para la etapa de oxidación.

Mejor modo de realización de la invención

La etapa de oxidación en la presente invención es una etapa en la que se oxida isopropilbenceno para obtener hidropéroxido de isopropilbenceno. La oxidación del isopropilbenceno se lleva a efecto normalmente por autooxidación con un gas con contenido en oxígeno, como por ejemplo aire, un aire enriquecido con oxígeno o similares. La reacción de oxidación se puede llevar a cabo sin ningún aditivo o con un aditivo, como por ejemplo un álcali. La temperatura de reacción está comprendida normalmente entre 50 y 200°C, y la presión de reacción es normalmente la comprendida entre la presión atmosférica y 5 MPa. En la oxidación con un aditivo, el álcali incluye compuestos de metal alcalino como NaOH, KOH y soluciones acuosas de los mismos; y compuestos metálicos alcalinotérreos, carbonatos de metal alcalino como Na₂CO₃, NaHCO₃, amoníaco, (NH₄)₂CO₃, carbonatos de amonio de metal alcalino y similares, y soluciones acuosas de los mismos.

La etapa de epoxidación en la presente invención es una etapa en la que se hace reaccionar el hidropéroxido de isopropilbenceno obtenido en la etapa de oxidación con propileno para obtener óxido de propileno y alcohol cumílico. Teniendo en cuenta que el producto deseado debe obtenerse en un alto rendimiento y en virtud de una alta selectividad, la etapa de epoxidación se lleva a cabo preferiblemente en presencia de un catalizador que contiene un óxido de silicio con contenido en titanio. El catalizador es preferiblemente un catalizador que contiene titanio químicamente unido al

óxido de silicio, denominado catalizador de silicio y titanio. Entre los ejemplos se pueden incluir productos en los que el compuesto de titanio está soportado sobre un vehículo de silicio, productos en los que el compuesto de titanio forma compuesto con un óxido de titanio a través de un método de co-precipitación o de sol-gel, compuestos de zeolita con contenido en titanio o similares.

En la presente invención, el hidroperóxido de isopropilbenceno utilizado como materia prima para la etapa de epoxidación puede ser un producto diluido o espeso, con purificación o sin purificación.

La reacción de epoxidación se lleva a cabo normalmente poniendo en contacto propileno e hidroperóxido de isopropilbenceno con un catalizador. La reacción se puede llevar a cabo en una fase líquida utilizando un disolvente. El disolvente puede ser un líquido a la temperatura y presión de reacción, y sustancialmente inerte para los reactivos y el producto. El disolvente puede estar compuesto de una sustancia que existe ya en una solución del hidroperóxido utilizada. Cuando, por ejemplo, hidroperóxido de isopropilbenceno es una mezcla con isopropilbenceno como materia prima, es posible también utilizar dicho material, sin añadir un disolvente en particular como disolvente. Otros disolventes útiles incluyen compuestos de anillo simple aromáticos (como por ejemplo benceno, tolueno, clorobenceno y o-diclorobenceno), alcano (como por ejemplo octano, decano y dodecano) y similares.

La temperatura de epoxidación es generalmente de 0 a 200°C, preferiblemente de 25 a 200°C. La presión puede ser cualquier presión que sea suficiente para mantener el estado líquido de la mezcla de reacción. Generalmente, la presión es ventajosamente de 100 a 10.000 kPa.

La epoxidación se puede llevar a cabo ventajosamente con un catalizador en forma de una suspensión espesa o un lecho fijo. Es preferible el lecho fijo en el caso de una operación industrial a gran escala. Por otra parte, se puede llevar a cabo la reacción a través de un proceso discontinuo, un proceso semi-continuo, un proceso continuo o similares. Cuando se pasa un líquido que contiene las materias primas para reacción a través de un lecho fijo, el catalizador no está contenido en absoluto o sustancialmente en la mezcla líquida descargada desde la zona de reacción.

La etapa de hidrogenolisis de la presente invención es una etapa en la que se somete el alcohol cumílico obtenido en la etapa de epoxidación a hidrogenolisis para obtener isopropilbenceno y se recicla dicho isopropilbenceno para la etapa de oxidación como materia prima para la etapa de oxidación. Es decir, se recupera el mismo producto, es decir, isopropilbenceno, utilizado en la etapa de oxidación. La hidrogenolisis se lleva a cabo normalmente poniendo en contacto un alcohol cumílico e hidrógeno con un catalizador.

Como catalizador, se puede utilizar cualquier catalizador con capacidad de hidrogenación. Entre los ejemplos de catalizadores se incluyen catalizadores metálicos de metales del grupo 8 y 10, como por ejemplo cobalto, níquel, paladio y similares y catalizadores metálicos de metales del grupo 11 y 12 de los metales, como por ejemplo cobre, zinc y similares. Son preferibles los catalizadores de cobre desde el punto de vista de la supresión de los productos secundarios. Entre los catalizadores de cobre se incluyen cobre, cobre de Raney, cobre-cromo, cobre-zinc, cobre-cromo-zinc, cobre-sílice, cobre-alúmina y similares. La reacción se puede llevar a cabo en una fase líquida empleando un disolvente o en una fase gaseosa. El disolvente debe ser sustancialmente inerte para los reactivos y el producto. El disolvente puede contener una sustancia que exista ya en la solución del alcohol cumílico utilizada. Cuando por ejemplo, el alcohol cumílico es una mezcla con isopropilbenceno como el producto, es posible utilizarla sin adición de ningún disolvente en particular como disolvente.

Entre otros disolventes útiles se incluyen alcano (como por ejemplo octano, decano y dodecano), compuestos de anillo único aromáticos (como por ejemplo benceno, etilbenceno y tolueno) y otros. La temperatura para la reacción de hidrogenolisis es generalmente de 0 a 500°C, preferiblemente de 30 a 400°C. Generalmente, la presión es ventajosamente la comprendida entre 100 y 10.000 kPa. La hidrogenolisis puede llevarse a cabo ventajosamente con un catalizador en forma de suspensión espesa o un lecho fijo.

El proceso para la presente invención se puede llevar a cabo a través de un proceso discontinuo, un proceso semi-continuo o un proceso continuo. Cuando se pasa a través de un lecho fijo una solución o un gas que contiene las materias primas para la reacción, el catalizador no está contenido en absoluto o sustancialmente en la mezcla líquida descargada desde la zona de reacción.

En la presente invención, es necesario que la concentración de agua en la solución que contiene hidroperóxido de isopropilbenceno que se vaya a suministrar para la etapa de epoxidación se controle en un 1% en peso o menos, preferiblemente 0,5% en peso o menos. Se hace reaccionar agua con óxido de propileno en la etapa de epoxidación para formar glicoles y, por tanto, disminuye el rendimiento de óxido de propileno. Por otra parte, se separa óxido de propileno del líquido de reacción.

No obstante, dado que se separa el agua en el líquido de reacción hacia el lado de óxido de propileno, se requiere una energía extra adicional para separar el óxido de propileno y agua.

Desde este punto de vista, es necesario controlar la concentración de agua en la solución que contiene hidroperóxido de isopropilbenceno que se vaya a suministrar hacia la etapa de epoxidación dentro del intervalo de la presente invención.

ES 2 275 658 T3

Como método para controlar la concentración de agua, se puede aplicar cualquier método que sirva para eliminar toda o parte del agua hacia el exterior del sistema de las etapas de la presente invención por destilación, extracción o similar; un método para convertir a otro compuesto a través de una reacción; un método de reducción de la concentración por absorción o similares; y similares.

5 Cuando se elimina fuera del sistema, se puede llevar a cabo una etapa de eliminación de agua (en adelante, se denominará "etapa de eliminación de agua") en al menos un punto de la etapa de oxidación, la etapa de epoxidación y la etapa de hidrogenolisis o en al menos un punto comprendido entre la conexión entre dichas etapas. Y, teniendo en cuenta que se produce agua en la etapa de oxidación, que hay casos en los que se añade agua en la etapa de oxidación, 10 y la operación de lavado de agua tras la etapa de oxidación, es preferible la eliminación de agua antes de la etapa de epoxidación desde el punto de vista de una eliminación discontinua eficaz.

Por otra parte, en la presente invención, la concentración del ácido orgánico en la solución que contiene hidrope- 15 róxido de isopropilbenceno que se ha de suministrar en la etapa de epoxidación es preferiblemente 0,5% en peso o menos, preferiblemente 0,1% en peso o menos.

De manera más específica dentro de este intervalo, se puede mantener la actividad del catalizador utilizado en la etapa de epoxidación a un nivel alto y se puede mantener la vida del catalizador durante un período más prolongado.

20 Asimismo, en la presente invención, es preferible que el hidroperóxido de isopropilbenceno suministrado en la etapa de epoxidación no haya experimentado una historia de calor, incluyendo el calentamiento a una temperatura no inferior a la temperatura (t°C) representada mediante la siguiente ecuación (1):

$$t\text{ (°C)} = 150 - 0,8 \times W(x)$$

25 W: contenido (% en peso) de hidroperóxido de isopropilbenceno en una solución que contiene hidroperóxido de isopropilbenceno.

30 De manera específica, dentro de este intervalo, la actividad del catalizador utilizado en la etapa de epoxidación puede mantenerse en un nivel alto y la vida del catalizador se puede mantener durante un período más prolongado.

Por otra parte, en la presente invención, la concentración de sodio de la solución que contiene hidroperóxido de isopropilbenceno que se ha de suministrar para la etapa de epoxidación es preferiblemente 0,1% en peso o menos.

35 De manera específica, dentro de este intervalo, la actividad del catalizador utilizado en la etapa de epoxidación puede mantenerse en un nivel alto y la vida del catalizador se puede mantener durante un período más prolongado.

40 Ejemplo 1

Se pasa de manera continua una solución que contiene hidroperóxido de isopropilbenceno que tiene una concen- tración de agua de 0,2% en peso, a través de un reactor de flujo de lecho fijo en presencia de un catalizador de óxido de silicio con contenido en titanio a una velocidad de 10 veces mayor en moles de propileno por cada 1 mol de hidrope- 45 róxido de isopropilbenceno. Se mantiene la conversión de hidroperóxido de cumeno en 99% y se estabiliza de manera continua la reacción controlando la temperatura de entrada. En este caso, la temperatura de la reacción es 60°C, y la selectividad del óxido de propileno es de 95%.

50 Ejemplo comparativo 1

Cuando se lleva a cabo la epoxidación de la misma manera que en el ejemplo 1, a excepción de que la concentración de agua es de 2% en peso, la selectividad de óxido de propileno disminuye a 91,4%. Cuando se separa el óxido de propileno desde el líquido de reacción tras la epoxidación, es necesaria una energía extra adicional para la etapa de 55 separación del óxido de propileno, ya que se separa agua del líquido de reacción en el lado del óxido de propileno.

Aplicación industrial

60 Tal como se ha descrito, según la presente invención, se puede proporcionar un proceso para producir óxido de pro- pileno, presentando dicho proceso para producir óxido de propileno unas características excelentes según las cuales se convierte propileno a óxido de propileno utilizando hidroperóxido de isopropilbenceno obtenido desde isopropil- benceno, como vehículo de oxígeno, se puede utilizar repetidamente dicho isopropilbenceno, se puede llevar a cabo la etapa de epoxidación en un alto rendimiento, y se puede reducir la carga en la etapa de purificación de la etapa de purificación de óxido de propileno.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir óxido de propileno, que comprende las etapas que se describen a continuación, siendo la concentración de agua en la solución que contiene hidroperóxido de isopropilbenceno que se va a suministrar en la etapa de epoxidación 1% en peso o menos:

etapa de oxidación: una etapa en la que se oxida isopropilbenceno para obtener hidroperóxido de isopropilbenceno,

etapa de epoxidación: una etapa en la que se hace reaccionar el hidroperóxido de isopropilbenceno obtenido en la etapa de oxidación con propileno para obtener óxido de propileno y alcohol cumílico; y

etapa de hidrogenolisis: una etapa en la que se somete a hidrogenolisis el alcohol cumílico obtenido en la etapa de epoxidación para obtener isopropilbenceno, y se recicla dicho isopropilbenceno para la etapa de oxidación, como una materia prima para la etapa de oxidación.

2. El proceso según la reivindicación 1, que comprende la etapa de eliminar agua fuera del sistema en al menos un punto de las etapas o entre la conexión de dichas etapas.

3. El proceso según la reivindicación 1 ó 2, en el que la concentración de agua es 0,5% en peso o menos.