



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 290 520**

51 Int. Cl.:
C07C 41/36 (2006.01)
C07C 43/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03777745 .5**
86 Fecha de presentación : **09.09.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1562883**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **17.08.2005**

54 Título: **Purificación de metil terc-butil éter.**

30 Prioridad: **21.11.2002 US 301441**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.02.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.02.2008

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

72 Inventor/es: **Karas, Lawrence, J.;**
Candela, Lawrence, M. y
Kahn, Andrew, P.

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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

Purificación de metil terc-butil éter.

5 Antecedentes del invento**Campo del invento**

10 El presente invento se refiere a la purificación de metil terc-butil éter (MTBE) y especialmente a la separación de cantidades pequeñas de impurezas oxigenadas de punto de ebullición próximo, poniendo en contacto el MTBE impuro con una zeolita de tamaño de poro grande tal como zeolita 13X o zeolita Y.

Descripción de la técnica anterior

15 En general, el MTBE producido mediante procesos tales como la reacción de isobutileno y metanol contiene cantidades pequeñas pero importantes de impurezas, incluyendo agua, metanol, acetona, metil etil cetona, alcohol butílico terciario y similares. En determinadas aplicaciones, la presencia de tales impurezas causa problemas con respecto a la utilización deseada. Resulta deseable proporcionar un proceso mediante el cual sea posible separar convenientemente las impurezas.

20 Se sabe que las impurezas oxigenadas de punto de ebullición próximo pueden separarse, en mayor medida, del MTBE por medio de un procedimiento de destilación minucioso y progresivo. No obstante, tales procedimientos requieren tiempo, e implican importantes inversiones y gastos de instalación.

25 La patente de EE.UU. 5.401.887 muestra el tratamiento de etil terc-butil éter (ETBE), formado mediante reacción de isobutileno y etanol y que contiene etanol, con zeolita 13X para retirar etanol. No obstante, de acuerdo con la patente de EE.UU. 5.621.150 relacionada, el alcohol butílico terciario (TBA) no se separa mediante el tratamiento de adsorción sino que permanece con el ETBE.

30 La patente de EE.UU. 4.605.787 muestra la separación de metanol de MTBE y TBA mediante contacto con una zeolita de tamaño de poro pequeño. El ejemplo 19 demuestra que el TBA no se separa.

En muchos casos, resulta claramente ventajoso separar de MTBE tanto el metanol que contiene como el TBA que contiene, y el presente invento proporciona tal procedimiento.

35 La patente de EE.UU. 6.417.412 muestra la separación de varias impurezas de TBA mediante contacto con una zeolita de tamaño de poro grande tal como 13X en la forma de sodio.

40 Resulta deseable disponer de un procedimiento simplificado a través del cual puedan tratarse de forma conveniente las corrientes de proceso de MTBE para separar impurezas de punto de ebullición próximo, incluyendo metanol y TBA mediante un procedimiento directo y relativamente simple.

Sumario del invento

45 De acuerdo con el presente invento, se pone en contacto una corriente de proceso de MTBE, que contiene cantidades pequeñas de las impurezas que normalmente están asociadas al MTBE, en la fase líquida con una zeolita de tamaño de poro grande tal como zeolita 13X o zeolita Y, que puede estar en forma de sodio. Como resultado de este contacto, las impurezas tales como metanol y TBA quedan retenidas en la zeolita y de esta forma son retiradas o separadas del MTBE; el producto de MTBE con contenido reducido de impurezas contaminantes se recupera fácilmente. En general, resulta ventajoso operar con una pluralidad de zonas de contacto, ya que el material de contacto debe regenerarse de vez en cuando a medida que pierde su eficacia con el uso, desde el punto de vista de la retirada de impurezas. Con una pluralidad de zonas de tratamiento, el MTBE puede tratarse en una zona al tiempo que una zona separada está siendo regenerada.

55 Descripción detallada

60 El MTBE producido comercialmente, por ejemplo mediante la reacción de metanol e isobutileno, contiene cantidades pequeñas pero importantes de impurezas, por ejemplo de 0,1 a alrededor de 2,0% en peso. Ejemplos de tales impurezas son agua, metanol, acetona, metil etil cetona (MEK), TBA, y similares. De manera ilustrativa, la corriente de MTBE a tratar comprende en peso de alrededor de 10 ppm a 2% de cada una de las impurezas anteriores, normalmente de alrededor de 20 ppm a 1% de cada una. Otros materiales que pueden separarse fácilmente mediante destilación, tales como diisobutileno, también pueden estar presentes y no interferir con la separación del invento.

65 De acuerdo con el presente invento, el MTBE impuro en fase líquida se pone en contacto con una zeolita de tamaño de poro grande, tal como zeolita 13X o zeolita Y, en el que las impurezas quedan retenidas sobre el sólido de zeolita de contacto y se separa de forma conveniente un producto líquido de MTBE con un contenido de impurezas reducido. El contacto tiene lugar a temperaturas moderadas, por ejemplo de 0 a 150°C, aunque la temperatura no es crítica. El sólido de contacto retiene las impurezas adsorbidas sobre él y es posible separar el MTBE purificado. Inicialmente, puede

existir una retirada considerablemente completa de las impurezas y recuperarse un MTBE de pureza excepcional. Durante el transcurso del tiempo, el sólido de contacto se hace gradualmente menos eficaz con respecto a la retirada de estos componentes, y en un momento pre-determinado en el que la eficacia de separación ha caído por debajo del punto deseado, el material de contacto sólido puede regenerarse de forma eficaz, mediante contacto con una corriente de vapor caliente tal como nitrógeno o aire. Resulta ventajoso emplear una pluralidad de zonas de contacto paralelas de manera que mientras una zona esta siendo regenerada, la alimentación se pasa a través de una zona que contiene material de contacto nuevo o regenerado, de forma que pueda lograrse una retirada óptima de impurezas.

Los materiales de contacto zeolíticos empleados en el presente invento son los de diámetro de poro grande (10 Angstroms) ilustrados como zeolita 13X o zeolita Y; las zeolitas de tamaño de poro grande pueden estar en forma de sodio o de hidrógeno.

Las zeolitas de tamaño de poro grande resultan útiles para la retirada de prácticamente todas las impurezas descritas anteriormente, que normalmente están asociadas a corrientes de proceso, excepto diisobutileno que puede separarse fácilmente por destilación.

Con el fin de ilustrar la práctica del invento se proporcionan los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

Se introdujeron 90 cc de Zeolita 13X que había sido molida hasta un tamaño de malla de 14/30 y calentada durante 18 horas a 300°C en nitrógeno en una columna revestida con diámetro interno de 1,0 cm. Se pasó a través de la columna a 25°C y a un caudal de 90 cc/h una corriente de alimentación formada por 97,5% en peso de MTBE contaminado con 0,12% de metanol, 0,37% de acetona, 1,12% de TBA, 0,15% de metil etil cetona y 0,27% de diisobutileno.

Los primeros 75 cc recuperados de la columna mostraron una retirada completa de acetona y metil etil cetona, 99,3% de retirada de TBA, y más de 80% de retirada de metanol para dar lugar a un producto de MTBE de alrededor de 99,3% de pureza.

Ejemplo 2

Se introdujeron 48 cc de Zeolita 13X que había sido molida hasta un tamaño de malla de 30/50 y secada durante la noche en una columna con diámetro interno de 1,5 cm. Se pasó a través de la columna a 25°C y a un caudal de 24 cc/h una corriente de alimentación formada por 99,7% en peso de MTBE contaminado con 0,20% de TBA, 0,15% de acetona y 0,35% en peso de MEK.

Los primeros 288 cc de producto recuperados de la columna mostraron una retirada completa de acetona y MEK y 98% de retirada de TBA para dar lugar a un producto de MTBE de alrededor de 99,95% de pureza.

Ejemplo Comparativo 1

Se repitió el Ejemplo 2 empleando carbón activo (48 cc, Calgon CAL 12 x 40). No se observó mejora alguna en la pureza del producto, lo que es indicativo de que este material resulta inaceptable para la purificación de MTBE.

Ejemplo Comparativo 2

Se repitió el Ejemplo 2 empleando tamices moleculares 5A (48 cc, Grace Davison, tamaño de malla de 30/50). No se observó retirada de TBA y se observó únicamente una ligera disminución de las impurezas de acetona y de MEK, lo que es indicativo de que esta zeolita de tamaño de poro pequeño resulta inaceptable para la purificación de MTBE.

Los resultados anteriores demuestran que mientras las zeolitas de tamaño de poro grande retiran de manera eficaz las diferentes impurezas oxigenadas del MTBE, ni el carbón activo ni las zeolitas de tamaño de poro pequeño proporcionan una separación comparable.

REIVINDICACIONES

5 1. Un método para separar impurezas de una corriente de alimentación de proceso de MTBE que contiene una cantidad pequeña de dichas impurezas, que comprende poner en contacto la corriente de alimentación de MTBE en fase líquida con una zeolita sólida de tamaño de poro grande y recuperar la corriente de producto de MTBE con contenido reducido de dichas impurezas.

10 2. El método de la reivindicación 1, en el que la zeolita es zeolita 13X.

3. El método de la reivindicación 1, en el que la zeolita es zeolita Y.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65