



24 JUL  
PATENTE DE INVENCION  
=====

Ref: Your Case No. 818 Spain.

343385

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento para recuperar glicidol de una  
mezcla de éste compuesto y alcohol alílico."

---

*Solicitante:* HALCON INTERNATIONAL, INC., entidad norteamericana,  
residente en: 2 Park Avenue, New York, N.Y. 10016,  
EE. UU. de A.

=====

Este invento se refiere a un procedimiento  
perfeccionado para recuperar glicidol de otros com-  
puestos orgánicos que contengan oxígeno y, más espe-  
cialmente, a un procedimiento para recuperar glicidol  
del alcohol alílico.

5.

- 2 -  
343385

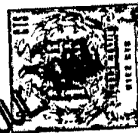


El glicidol es un producto químico intermedio muy útil, por ejemplo, en la preparación de monoglicéridos de ácidos grasos. Los métodos anteriores para preparar glicidol, tales como por tratamiento del 1,3 dihidroxi-2-cloropropano con álcali diluido, adolecen de inconvenientes bien conocidos.

Recientemente, sin embargo, se ha descubierto que el glicidol puede formarse ventajosamente por la epoxidación de alcohol alílico. Esta epoxidación puede llevarse a cabo haciendo reaccionar alcohol alílico con un hidróperóxido orgánico, en presencia de un catalizador adecuado, tal como se describe mas detalladamente en la Solicitud de Patente Norteamericana nº de serie 419.568, presentada el 18 de diciembre de 1.964. Este procedimiento dá por resultado la formación de una mezcla de reacción que contiene una variedad de compuestos, incluyendo glicidol y alcohol alílico sin reaccionar, además de materiales de punto de ebullición elevado. En la mezcla de reacción puede hallarse también presente algo de agua. La separación de esta mezcla de reacción ó de cualquier mezcla análogamente constituida, resulta especialmente difícil a causa de la inestabilidad del glicidol, o sea la tendencia del glicidol al descomponerse a las temperaturas precisas para la destilación, aunque ésta se lleve a cabo a presión reducida. Además, aunque puede ser factible el proporcionar presiones suficientemente bajas para permitir la obtención de temperaturas de destilación bastantes reducidas para evitar la descomposición, ésto resulta prohibitivamente costoso, en escala comercial.

De acuerdo con este invento, se ha comprobado que

343385



24

- el glicidol puede separarse de dichas mezclas, ó sea de mezclas que contengan este compuesto y alcohol alílico, junto con materiales de punto de ebullición elevado, por destilación azeotrópica, empleando como agente azeotrópico
5. un hidrocarburo susceptible de formar un azeotropo mínimo con el glicidol. Así, en una aplicación de este invento, la destilación se realiza en presencia de un hidrocarburo que forma un azeotropo mínimo con el glicidol, pero que no forme azeotropo alguno con el alcohol alílico; un hidrocarburo adecuado de este tipo, es el cumeno. En otro tipo es
10. especialmente preferido de este invento, la destilación se realiza en presencia de un hidrocarburo que forma dos azeotropos, separados, mínimos, primero con el alcohol alílico y luego con el glicidol, azeotropos fácilmente separables,
15. sin descomposición del glicidol, por medio de la destilación. Un hidrocarburo adecuado para la formación de dichos azeotropos con el alcohol alílico y con el glicidol es el etilbenceno.

- Los hidrocarburos de uso posible como agentes
20. azeotrópicos, al aplicar el procedimiento de este invento, son los susceptibles de formar mezclas azeotrópicas con el glicidol. Son especialmente útiles los hidrocarburos alifáticos, naftenicos y aromáticos dotados de la misma estructura primaria de carbono que el hidroperóxido empleado
25. en la reacción de epoxidación en la que el alcohol alílico se convierte en glicidol. Por ejemplo, si el hidroperóxido empleado es el hidroperóxido de etilbenceno ( ó sea, alfa-feniletihidroperóxido ), un agente azeotrópico especialmente bueno sería el etilbenceno. Cuando se emplea el hidroperóxido de cumeno en la epoxidación, el cumeno es el
- 30.

343385

- 4 -



- agente azeotrópico preferido. Como variante, pueden emplearse otros agentes azeotrópicos, tales como, por ejemplo: benceno, tolueno, p-etiltolueno, isobutilbenceno, tetralina, diisopropilbenceno, xilenos (orto, meta o para, ó mezclas de los mismos), ciclohexano, ciclohexanos alquil-substituidos, y análogos. Las mezclas de los agentes azeotrópicos que acaban de indicarse son de uso posible, pero el empleo de dichas mezclas hará más compleja la instalación para el proceso.
- 5.
10. En muchas circunstancias, resultará innecesario el separar el glicidol del agente azeotrópico, dado que en muchas reacciones del glicidol, el agente azeotrópico es a la vez inerte y, además, un disolvente útil para la reacción. Como variante, una vez separados el alcohol alílico y el glicidol, y éste separado de los materiales de punto de ebullición elevado, el azeotropo de glicidol puede tratarse para recuperar glicidol prácticamente puro. Esto puede llevarse a cabo por extracción líquida del azeotropo del glicidol, con un disolvente en el que el glicidol sea soluble y no lo sea el agente azeotrópico. El producto de extracción preferido es el agua. El glicidol puro se separa fácilmente de la solución acuosa por destilación a presión reducida, dado que el glicidol y el agua no forman mezcla azeotrópica.
- 15.
- 20.
25. En los productos introducidos en el proceso de este invento, se encuentran normalmente presentes otros materiales de punto de ebullición elevado, tales como hidrocarburos oxigenados incluyendo alcoholes, glicerina y oligómeros glicidoeter-alcohol, también se halla presente en el producto introducido, el alcohol formado por la descomposición del hidroperóxido en el curso de la reacción de epoxi-
- 30.

343385<sup>5</sup> -



5. dación, por ejemplo el alfa-feniletanol, cuando como agente de epoxidación se emplea el hidroperóxido de etilbenceno. Estos materiales no tienen efecto esencial sobre la destilación azeotrópica; se separan y se retiran como corriente residual.

10. A menudo, no será necesario añadir el agente azeotrópico a la mezcla de reacción de epoxidación, que comprende glicidol y alcohol alílico, dado que frecuentemente se emplea un agente azeotrópico adecuado, como disolvente, durante la reacción de epoxidación y, por tanto, está ya presente en la mezcla de dicha reacción. Estos disolventes en la reacción de epoxidación, no solamente no la obstaculizan, sino que además son beneficiosos para la misma.

15. La destilación azeotrópica puede realizarse por partidas, escalonadamente o de modo continuo. Los agentes azeotrópicos, pueden añadirse todos inicialmente, escalonadamente ó de modo continuo durante la destilación. El agente azeotrópico puede introducirse en la destilación mezclado con la corriente de alimentación del glicidol-alílico, ó separadamente de la misma.

20. En el procedimiento de este invento, el alcohol alílico es el de inferior punto de ebullición de los dos componentes esenciales de la mezcla de alimentación. La mezcla glicidol-azeotropo, es el producto inmediato a destilar. El agua, si se halla presente en la mezcla de reacción de epoxidación, hierve antes que el alcohol alílico. La glicerina y otros subproductos oxigenados de la epoxidación se encuentran normalmente presentes en la mezcla de la reacción de epoxidación, y tienen puntos de ebullición

25.

30.

- 6 -  
343385



más elevados que el azeotropo de glicidol. Si el agente azeotrópico elegido, forma un azeotropo con el alcohol alílico así como con el glicidol, el orden en que los productos se destilan, permanece inalterado.

5. Consiguientemente, el proceso de este invento se lleva a cabo en dos etapas de destilación como mínimo. En la primera, el alcohol alílico ó un azeotropo de alcohol alílico es el producto de cabeza. En la segunda, el azeotropo de glicidol es el producto de cabeza mientras que los
10. productos de cola de esta destilación, contienen glicerina y subproductos de glicidol eter-alcohol, así como otras impurezas oxigenadas.
15. La cantidad de agente azeotrópico presente en el sistema de destilación, ha de ser por lo menos, suficiente para formar mezclas azeotrópicas con todo el glicidol de los productos introducidos y, adecuadamente, ha de ser como mínimo superior en un 1% a esta exigencia teórica mínima, y con preferencia ha de hallarse en proporción superior, por lo menos, en un 5% con respecto a este mínimo. Cuando el
20. agente azeotrópico forma azeotropos con el alcohol alílico y con el glicidol, la cantidad de agente azeotrópico presente ha de ser suficiente para satisfacer las necesidades estequiométricas de los azeotropos del alcohol alílico y de glicidol. Convenientemente se halla presente un exceso de
25. por lo menos el 1% con respecto a esta proporción; con preferencia está presente un exceso de 5% como mínimo sobre dicha proporción. Las cantidades de agentes azeotrópicos en exceso de estas mínimas, pueden hallarse presentes, y se utilizan frecuentemente. Cuando se emplea un exceso de agente
30. azeotrópico, dicho exceso es un producto de cola del sis-

343385<sup>-7-</sup>



tema. Las composiciones azeotrópicas para los agentes azeotrópicos preferidos, se indican en la tabla 1.

T A B L A 1

<u>Agente azeo- trópico.</u>	<u>Composición del azeotropo (peso %) †</u>		<u>Temperatura (°C)</u>	<u>Presión (mm mercurio)</u>
	<u>Alcohol alílico</u>	<u>Glicidol</u>		
Cumeno	(††)	21	72	65
Etilbenceno	67	--	42	65
Etilbenceno	--	11	63	65

† La cantidad de agente azeotrópico presente en el azeotropo, puede determinarse por diferencia. Los análisis se consideran exactos con  $\pm 2\%$

†† No se forma azeotropo cumeno-alcohol alílico.

- Corrientemente, sin embargo, se emplean como mínimo 10 partes del agente azeotrópico para cada parte de glicidol presente y, con preferencia, de 10 a 50 partes del agente azeotrópico por parte de glicidol presente en el producto introducido para la destilación. Las destilaciones se llevan a cabo a una presión total de, alrededor de 20 a 100 mm de mercurio aproximadamente, correspondientes a una temperatura en la cola de las columnas de destilación, de alrededor de 30 a 110°C, aproximadamente. Con preferencia se elige una presión de 70 mm de mercurio para las colas con objeto de conseguir una temperatura para la destilación de las mismas, de 50 a 80°C. Cada una de las destilaciones, ó sea, la eliminación de alcohol alílico y la del azeotropo de glicidol, requiere columnas de destilación dotadas de 2 a 30 platos teóricos, de contacto que funcionen
- 20.
- 25.
- 30.

343385

- 8 -



24

con relaciones de reflujo variables entre 1:1 y 15:1.

- El tipo especial de las columnas necesarias para estas operaciones como comprenderán fácilmente los peritos en la materia, se modificará para conseguir la construcción más económica para una instalación de capacidad determinada en una situación específica, y en general se alterará de acuerdo con los límites citados. Pueden, sin embargo, emplearse columnas dotadas de mayor número de platos teóricos de contacto y que funcionen a relaciones de reflujo más elevadas, aunque su empleo supone gastos superiores a lo preciso.
- 5.
- 10.

Como antes se indicó, la recuperación de glicidol prácticamente puro del azeotropo de glicidol, está también comprendida entre los límites de este invento. Se realiza por:

- 15.
- a) - Extracción del azeotropo de glicidol con un disolvente selectivo para glicidol, adecuadamente, agua.
  - b) - Destilación de la solución agua-glicidol, para recuperar como producto un glicidol prácticamente puro.

- La operación de extracción puede realizarse a
- 20.
- temperaturas de 0 a 60°C, a una presión suficiente para mantener la fase líquida. Con preferencia, se emplean temperaturas de 10 a 30°C. Adecuadamente se emplean de 0,1 a 5 partes de agua, por parte de glicidol, en la extracción. Esta parte puede llevarse a cabo en aparatos del tipo de
- 25.
- mezclador separador, ó en dispositivos de contracorriente líquido-líquido de extracción, por ejemplo en contactores de discos rotativos, en torres de platos perforados, ó similares. En esta extracción pueden emplearse uno ó una serie de platos teóricos de contacto.

- 30.
- El glicidol puede recuperarse, de la solución

343385<sup>9</sup> -



5. acuosa, por destilación. El agua se destila primero a presión reducida (por ejemplo a 60 mm de mercurio y a una temperatura en cabeza de 41°C) para evitar la hidrólisis del glicidol a temperatura superior. A continuación se destila el glicidol, típicamente a una temperatura de 60°C en la cabeza de la columna de destilación, correspondiente a una presión de 15 mm de mercurio. Pueden emplearse columnas dotadas de 1 a 20 platos teóricos de contacto que funcionen con relaciones de reflujo de 1:1 a 10:1. Pueden conseguirse purezas del 97% superiores, fácilmente, en el glicidol producto.

10. El procedimiento de este invento se comprenderá más fácilmente haciendo referencia a la fig. 1, que es una representación esquemática de una aplicación del procedimiento en el que este se realiza de modo continuo y se utiliza un hidrocarburo susceptible de formar azeótropos con el alcohol alílico y, a la vez, con el glicidol, por ejemplo, etilbenceno.

15. En la columna de destilación 10 y por el conducto 11, se introduce una corriente de alimentación que contiene alcohol alílico y glicidol, así como otros subproductos oxigenados. Dado que se utilizan ventajosamente disolventes de hidrocarburos, tales como etilbenceno, en la reacción de epoxidación de la que se deriva la corriente de alimentación, en esta corriente puede existir agente azeotrópico de etilbenceno suficiente para llevar a cabo el proceso de este invento, sin necesidad de añadir etilbenceno adicional. En caso contrario, se añade etilbenceno al conducto 11 a través del conducto 12. El calor para llevar a cabo la destilación se suministra a la columna 10 retirando un
- 20.
- 25.
- 30.



343385

2

5. producto de cola de la columna, a través del conducto 13, y haciendo pasar una parte de estas colas a través del conducto 14, al intercambiador de calor 15 en el que por lo menos una parte de la corriente que pasa a través del conducto 14 se evapora y se devuelve a la columna 10, por el conducto 16. El producto neto de las colas se retira de la columna 10 a través de un conducto 13 y pasa por el conducto 17 a la columna de destilación 30.

10. Los productos de cabeza de la columna 10, se retirarán por el conducto 18 y se condensan en el intercambiador de calor 19 desde el cual circulan por el conducto 20 al tambor de reflujo 21. Los productos de cabeza de la columna 10 se retiran del calderín de reflujo 21, a través del conducto 22, y se dividen en dos partes: La primera se devuelve a la columna 10 como reflujo, a través del conducto 23. El producto neto de cabeza se retira por el conducto 24. Se aplica vacío o aspiración a la columna 10, mediante un generador de vacío adecuado (que no se representa) tal como bombas de vacío o expulsores de chorro de vapor a través del conducto 25 que desemboca en el calderín de reflujo 21 que comunica con la columna 10 por el conducto 20, condensador 19 y conducto 18.

25. En la columna 10, el azeótropo alcohol-alílico-etilbenceno, es el producto primario de cabeza. Cualquier agua ó hidrocarburos ligeros presentes en la alimentación de la columna 10, se incluyen también en el producto de cabeza de la misma. Si se desea, el alcohol alílico presente en el producto de cabeza, de la columna 10, puede separarse del agente azeotrópico y reciclarse a la reacción de epoxidación, en la que el glicidol se prepara por epoxidación del

30.

343385<sup>11</sup> -



alcohol alílico, aunque éste no es esencial.

- Convenientemente, la columna 10 puede tener 20 platos teóricos de contacto y funcionar a una relación real de reflujo (reflujo: producto de cabeza) de 8:1 con una temperatura en cabeza de la columna de 42°C y una presión absoluta de 75 mm de mercurio. El número real de platos de contacto, dependerá de la eficiencia de los mismos que, a su vez, depende del tipo de plato de contacto elegido y de la dinámica del fluido de cada plato; éstas características las comprenderán perfectamente los peritos en la materia.

- El producto neto de cola retirado de la columna 10 por los conductos 13 y 17, contiene glicidol, etilbenceno y cualesquiera materiales más densos, por ejemplo glicerina, presentes en la mezcla de la reacción de epoxidación. Estos productos netos de cola, pasan a la columna 30 por el conducto 17.

- El producto de cabeza de la columna 30, se retira por el conducto 31, se condensa en el intercambiador de calor 32 y luego pasa, por el conducto 33, al calderín de reflujo 43. El producto total de cabeza se retira del calderín de reflujo 34 por el conducto 35, y una parte de aquel se retorna a la columna 30, como reflujo, por el conducto 36. El producto neto de cabeza se retira por el conducto 37. A la columna 30, se le suministra calor retirando una corriente de colas, a través del conducto 38, que luego se divide en dos corrientes. El producto neto de cola se retira por el conducto 39. El producto restante de colas pasa, por el conducto 40, al intercambiador de calor 41 en el que se vaporiza por lo menos parcialmente; el vapor (y



el líquido, si existe) se retiran luego a la columna 30 por el conducto 42. Se aplica vacío o aspiración a la columna 30, por el conducto 43, del mismo modo que se describió anteriormente para la columna 10.

5. El producto neto de la cabeza de la columna 30, se retira por el conducto 37 y es el azeotropo glicidol-etilbenceno. El producto de cola de la columna 30, contiene materiales densos presentes en la corriente de alimentación al procedimiento de este invento, junto con cualquier exceso del agente azeotrópico, etilbenceno, presentes o añadidos a la alimentación.

10. Adecuadamente, la columna 30 tiene 20 platos teóricos de contacto y funciona con una relación de reflujo de 5:1, con una temperatura en cabeza de 60°C, correspondiente a una presión de 60 mm de mercurio. El número de platos de contacto, relaciones de reflujo, temperaturas y presiones de funcionamiento, puede graduarse dentro de los límites antes indicados, para conseguir un tipo económicamente óptimo para una instalación específica.

15. Para recuperar el glicidol en estado prácticamente puro, si se desea, el azeotrópico glicidol-etilbenceno, neto, de cabeza de la columna, puede introducirse por el conducto 37 al dispositivo de contacto 50 que, por ejemplo, puede ser un tubo-mezclador ó un mezclador de corriente tipo de orificios u otro dispositivo de contacto adecuado.

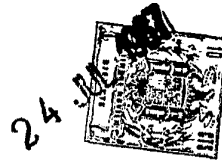
20. Se añade agua, antes del dispositivo de contacto 50, por el conducto 51. En el dispositivo de contacto 50, el azeotropo etilbenceno-glicidol se mezcla íntimamente con agua por cuyo medio el glicidol se extrae por el agua, y se forma una mezcla de dos fases líquidas inmiscibles. La primera
- 25.
- 30.

343385

- 13 -



- fase líquida es una solución glicidol-agua, y la segunda, es esencialmente etilbenceno, con quizás, un contenido de pequeñas cantidades de glicidol. Este sistema de dos fases circula desde el dispositivo de contacto 50, por el conducto 52, al decantador 53, en el que se dejan separar las dos fases líquidas. La fase superior es el agente azeotrópico etilbenceno, y se retira del decantador 53, por el conducto 54. Si se desea, este etilbenceno puede reciclarse a la columna 10 por conductos adecuados, (no representados) que comunican con el conducto 12, ó puede reciclarse para usarse en la reacción de epoxidación. La fase inferior acuosa comprende una solución de glicidol y agua, y se retira del decantador 53, por el conducto 55 desde el cual pasa a la columna 70.
5. En lugar del dispositivo de contacto 50 y del decantador 53, pueden usarse una variedad de otros dispositivos de contacto líquido-líquido. Son ejemplos de ello las columnas de extracción en contracorriente, de platos perforados, y los contactores de discos rotativos. Otros dispositivos de contacto líquido-líquido son conocidos por los peritos en la materia y pueden emplearse en lugar de los dispositivos específicamente descritos, anteriormente.
10. En la columna 70, la solución líquido-agua retirada del decantador 53 por el conducto 55, se fracciona a vacío para producir glicidol prácticamente puro, ó sea glicidol al 90% ó superior, como producto de cola. El producto de cabeza es, predominantemente, agua.
15. El producto de cabeza se retira de la columna 70 por el conducto 71, se condensa en el condensador 72 y circula por el conducto 73, al caerán de reflujo 74. El pro
- 20.
- 25.
- 30.



- ducto de cabeza se retira del calderín de reflujo 74 por el conducto 75, y se divide en dos partes; una de ellas se devuelve, como reflujo, a la columna 70, por el conducto 76. La otra es el producto neto de cabeza, predominantemente
5. agua, y se retira del sistema por el conducto 77. Se suministra calor a la columna 70, mediante una parte del producto de cola, retirado de la columna 70 por el conducto 78 y haciéndolo pasar, por el conducto 80, al intercambiador de calor 81 en el que se vaporiza por lo menos parcialmente y
10. se devuelve a la columna 70 por el conducto 82. El producto neto de cola es el glicidol producto, prácticamente en estado puro y que se retira de la columna 70 por los conductos 78 y 79.

- Si se desea, el agua producto de cabeza puede hacerse circular nuevamente en lugar de retirarse, ya que contiene pequeñas cantidades de glicidol. La nueva circulación requiere conductos adecuados (no representados) que comuniquen, por un extremo, con el conducto 77 y, por el otro extremo, con el conducto 51. Si se desea, puede suministrarse
15. calor a la columna 70, por inyección de vapor vivo, mejor que por intercambio indirecto de calor, a través del intercambiador de calor 81 como se representa en la fig. 1.
20. Se aplica vacío ó aspiración a la columna 70, por el conducto 83, que comunica, por un extremo, con el calderín de reflujo 74 y desde él, de modo análogo al antes descrito en
25. relación con la columna 10, con el interior de la columna 70. El otro extremo del conducto 83 comunica con un medio adecuado para producir vacío (que no se representa).

- Adecuadamente, la columna 70 puede tener de 10 a
30. 20 platos teóricos de contacto y hacerse funcionar a una re



lación real de reflujo de 1:1, con una temperatura de trabajo en cabeza de 44°C, y una presión de 65 mm de mercurio. Estos parámetros de trabajo y el número de platos teóricos de contacto, pueden variarse entre los límites anteriormente indicados.

5.

Quando el agente azeotrópico elegido forma un azeotrope con el glicidol pero no con el alcohol alílico, por ejemplo, cuando el cumeno es el agente azeotrópico, la disposición de las etapas y su modo de trabajo es el mismo antes descrito en relación con la fig. 1, excepto que el producto de cabeza de la columna 10 es prácticamente alcohol alílico, y no un azeotropo.

10.

Este invento se describirá mejor en combinación con los ejemplos siguientes que se facilitan por vía de ilustración y no como limitación del mismo.

15.

Salvo indicación en contra, todas las partes y los porcentajes de los ejemplos siguientes, son en peso.

EJEMPLO 1.

Se prepara una mezcla de 70 % de etilbenceno, 9,54 % de hidropéroxido de etilbenceno, 0,4 % de naftenato de vanadio, y alcohol alílico, con la relación molar de alcohol alílico a hidropéroxido de etilbenceno de 5:1, y se hace reaccionar en un autoclave a 110°C, durante 15 minutos, a una presión suficiente para mantener una fase líquida durante toda la reacción. En esta epoxidación, se convierte el 90,1 % del hidropéroxido de etilbenceno, predominantemente, en alfa-feniletanol. El 18,6 % del alcohol alílico se convierte, y las selectividades del glicidol son 82,2 % moles sobre la base de hidropéroxido de etilbenceno, y 87,8 moles % sobre la base de alcohol alílico.

20.

25.

30.

343385



El autoclave se vacía a continuación y su contenido está constituido predominantemente por alcohol alílico, glicidol, alfa-feniletanol y etilbenceno que se destilan por partidas, a 66 mm de mercurio, en una columna

5. Oldershaw de 2,54 cm de diámetro y 15 platos. La primera fracción, recogida mientras la temperatura del depósito es del orden de 52 a 66°C y la temperatura del depósito está comprendida entre 40 y 50°C, y la relación de reflujo es del orden de 3:1 a 8:1, es una mezcla azeotrópica de 67 % de alcohol alílico en etilbenceno. Esta primera fracción es el 24,2 % de la carga. Una segunda fracción se recoge a continuación y es de 10 a 11 % de azeotropo de glicidol-etilbenceno. Durante la recogida de esta segunda fracción, la temperatura del depósito varía entre 90 y 105°C, mientras que la temperatura de cabeza es de 63°C, y la relación de reflujo, de 1:1. La recuperación de glicidol en esta destilación, en forma de un azeotropo de glicidol-etilbenceno, es superior al 95 %.

- El azeotropo glicidol-etilbenceno, se trata para recuperar glicidol prácticamente puro, del modo siguiente: Se ponen en contacto 55,4 partes de azeotropo glicidol-etilbenceno sucesivamente, con 4 partidas de agua, cada una de 15 partes de líquido. De este modo, se extrae el 99 % del glicidol presente en el azeotropo. La solución agua-glicidol se destila a continuación en una columna Vigreux de 30 cm que funciona a una presión de 55 a 62 mm de mercurio y a una temperatura en cabeza de 40°C, para eliminar la masa de agua como primera fracción. Una segunda fracción, constituida prácticamente por glicidol puro, se obtiene a continuación haciendo funcionar dicha columna Vigreux a 15 mm de mercurio y a una temperatura de cabeza de 58°C. La segun
- 20.
  - 25.
  - 30.



da fracción contiene glicidol con una pureza de 99,7 % y representa el 72,9 % del glicidol cargado para esta destilación. La recuperación total del glicidol en todas las fracciones, incluyendo las colas, es de 94 % aproximadamente.

5.

EJEMPLO 2.

Se prepara una mezcla para la reacción de epoxidación, haciendo reaccionar un producto introducido que contenga 9,8 % de hidroperóxido de cumeno, alcohol alílico, 66,8 % de alcohol cumílico y 3 % de una solución de naftenato de vanadio que contenga 4 % de la sal de vanadio, a 110°C, durante 3,5 horas. La relación molar de alcohol alílico a hidroperóxido de cumeno en esta alimentación, es de 5,8:1. En esta reacción, el 91 % de hidroperóxido de cumeno se convierte y la selectividad de glicidol sobre la base de hidroperóxido convertido, es de 70 moles %. La mezcla de reacción de epoxidación resultante, contiene 3 % de glicidol, 18 % de alcohol alílico y 76 % de alcohol cumílico.

10.

15.

20.

25.

A 500 partes de esta mezcla de reacción de epoxidación, se añaden 800 partes de cumeno y la mezcla se destila por partidas en una columna Oldershaw de 25 mm de diámetro y 15 platos, que funciona a una relación de reflujo de 5:1. La primera fracción es el alcohol alílico que está prácticamente exento de otros materiales. Las temperaturas y presiones en cabeza, durante la obtención de esta primera fracción, son 25-40°C y 90 a 65 mm de mercurio, respectivamente.

30.

Luego se obtiene una segunda fracción de destilación a una temperatura de cabeza de 57-80°C y una presión de 50-10 mm de mercurio. Esta segunda fracción contiene



95 % del glicidol y tiene una composición de 21 % de glicidol en cumeno. El material que permanece en el depósito es, principalmente, una mezcla de cumeno y alcohol cumílico. En esta destilación no se presenta descomposición apreciable de glicidol.

5.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental; también se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Norteamérica, bajo el número 567.430, con fecha de 25 de julio de 1.966, acciéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR GLICIDOL DE UNA MEZCLA DE ESTE COMPUESTO Y ALCOHOL ALILICO"; caracterizándose por lo siguiente:

10.  
15.  
20.

1.- Procedimiento para recuperar glicidol de una mezcla de éste compuesto y alcohol alílico, y productos de punto de ebullición más elevados, caracterizado por que, en una primera etapa, dicha mezcla se destila a vacío, para eliminar el alcohol alílico, en presencia de un agente azeotrópico de hidrocarburo, que forme un azeotropo mínimo con el glicidol, de manera que se forme un producto de cabezas que contenga alcohol alílico y un producto de colas que contenga glicidol y dicho agente azeotrópico; en una segunda etapa, el citado producto de colas se destila

25.

30.

3-3385<sup>9</sup> -



- a vacío, en presencia de dicho agente azeotrópico, para recuperar, como producto de cabezas un azeotropo de glicidol-agente azeotrópico; en una tercera etapa, se extrae, mediante extracción líquido-líquido, el azeotropo de glicidol, con agua, para recuperar el glicidol prácticamente exento de agente azeotrópico, en forma de solución acuosa, y en una cuarta y última etapa se retira el agua de dicha solución.
- 5.
- 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque, la cantidad de agente azeotrópico, presente en la primera destilación a vacío, es como mínimo suficiente para suministrar las proporciones estequiométricas para la formación del azeotropo glicidol-agente azeotrópico con todo el glicidol presente en la mezcla de alimentación.
- 10.
- 15.
- 3.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la proporción de agente azeotrópico, presente en la primera destilación a vacío, es de alrededor de 10 partes en peso de agente azeotrópico por parte en peso del glicidol presente en la alimentación, a unas 50 partes en peso de agente azeotrópico por parte en peso del glicidol presente en dicha alimentación.
- 20.
- 4.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el agente azeotrópico se elige del grupo consistente en etilbenceno y cumeno.
- 25.
- 5.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el agente azeotrópico forma azeotropos mínimos con el glicidol y con el alcohol alílico.
- 30.
- 6.- Procedimiento para recuperar glicidol de una

343385

-20-



mezcla de éste compuesto y alcohol alílico; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria y en el adjunto dibujo.

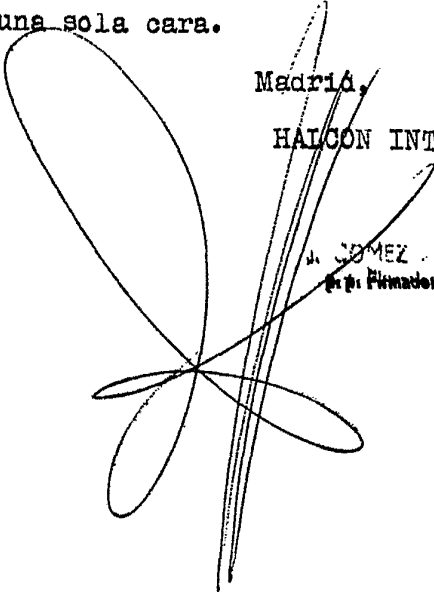
5. Esta Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina, por una sola cara.

Madrid,

24 JUL. 1967

HALCON INTERNATIONAL, INC.

J. SORMEZ VARGAS Y MODELL  
por: Firmado: F. Hernández Rula,



343385

24 JUL 1959

