

345980

PATENTE DE INVENCION

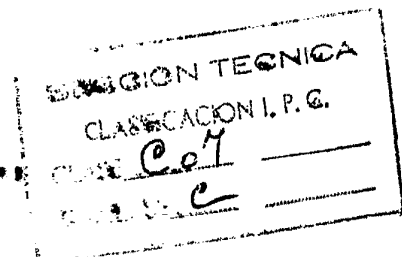
Your Case No. 887-Spain.

Memoria Descriptiva
sobre

"PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR OXIDO
DE PROPILENO".

•••••

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



•••••

5. Este invento se refiere a la purificación de óxido de propileno y, más especialmente, a la separación del óxido de propileno de los subproductos formados en su preparación.

5. El óxido de propileno se prepara convencionalmente por la epoxidación de propileno, o por la deshidrohalogenación de halohidrina de propileno. Como ejemplo de esta preparación, puede mencionarse la reacción entre el propileno y agentes oxidantes, tales como peróxidos, perácidos o hidroperóxidos, y la reacción entre la clorhidrina de propileno y el hidróxido cálcico.

10. Un inconveniente asociado con los procedimientos que implican la producción de óxido de propileno, es la formación de subproductos que resultan de la separación extremadamente difícil del óxido de propileno. Estas impurezas difícilmente separables, son hidrocarburos y se creen que son derivados de propileno con de 5 a 7 átomos de carbono por molécula. Los compuestos C_6 incluyen hexenos, hexanos, metilpentenos y metilpentanos.

15. Todos estos materiales tienen puntos de ebullición suficientemente próximos al del óxido de propileno ($35^{\circ}C$), de tal modo que son extremadamente difíciles de separar del óxido de propileno por destilación fraccionada directa. En algunos casos se forma un azeotropo, y la separación completa no es posible por dicho procedimiento.

20.

25. Constituye por tanto un objeto de este invento el proporcionar un método para separar el óxido de propileno de los derivados de propileno formados en su preparación. Otro objeto es proporcionar un método para separar el óxido de propileno de los hidrocarburos que contengan de 5 a 7 átomos de carbono por molécula. Otro objeto es proporcionar un método perfeccionado para purificar óxido de propileno. Estos y otros objetos de este invento resultarán evidentes de la descripción siguiente:

30.

- Se ha observado que el óxido de propileno puede separarse de los hidrocarburos con 5 a 7 átomos de carbono por molécula por destilación fraccionada del óxido de propileno a presiones de alrededor de 0,21 a unos 7,03 Kg/cm² en presencia de un hidrocarburo que -
5. contenga de 8 a 15 átomos de carbono por molécula. Este último hidrocarburo, a continuación denominado hidrocarburo disolvente, puede ser un alcano, un alqueno, o un nafteno, o una mezcla de los mismos. Como ejemplos
10. específicos de alcanos adecuados, pueden mencionarse: octano, nonano, decano, undecano, dodecano y alcanos isómeros de cadena ramificada de cualquiera de ellos. Como ejemplos específicos de alquenos puede mencionarse cualquiera de los compuestos monoinsaturados correspondientes a los alcanos C₈-C₁₅. Como ejemplos de naftenos
15. adecuados figuran: dimetilciclohexano, etilciclohexano, metiletilciclohexano, dietilciclooctano, tetrametilciclohexano, dicitclohexil u otros o cualesquiera otros -
20. naftenos que tengan de 8 a 15 átomos de carbono. La separación del óxido de propileno de los hidrocarburos C₅ a C₇ difícilmente separables, se lleva a cabo destilando el óxido de propileno impurificado en presencia, por lo menos, de una parte en peso de hidrocarburo disolven
25. te introducido en la columna de destilación, por cada tres partes en peso de óxido de propileno introducido en dicha columna. Con preferencia, la cantidad de hidrocarburo disolvente es de alrededor de 1 a 20 partes en peso, por parte en peso de óxido de propileno.

- Se ha comprobado que la presencia de un hidrocarburo disolvente adecuado en la columna de desti-
- 30.

lación, actúa para aumentar la volatilidad del óxido de propileno con respecto a las volatilidades de los hidrocarburos de C_5 a C_7 . Como resultado de esta volatilidad mejorada, es posible recuperar esencialmente todo el óxido de propileno introducido en la columna en forma de corriente de cabezas que contenga cantidades despreciables de hidrocarburos de C_5 a C_7 . Esencialmente todos los hidrocarburos $C_5 - C_7$ de la corriente introducida de óxido de propileno, pueden eliminarse en la corriente de productos de colas de la columna, junto con el hidrocarburo disolvente. La corriente de productos de colas puede tratarse después para separar el hidrocarburo disolvente de los hidrocarburos $C_5 - C_7$, y recuperarse de los mismos el hidrocarburo disolvente que es posible volver a introducir en la columna de destilación.

El ejemplo siguiente aclara este invento, desde luego sin limitar éste.

EJEMPLO 1 - Se hace reaccionar hidropéroxido de terbutilo con un exceso de propileno, en presencia de un catalizador de molibdeno. El efluente del reactor se vaporiza rápidamente para eliminar el propileno sin reaccionar, y luego se fracciona para obtener una corriente de productos de cabezas de óxido de propileno bruto, y una corriente de productos de colas, que contienen especialmente alcohol -butílico, junto con el catalizador y otros productos de reacción. La corriente de óxido de propileno bruto, que contiene alrededor del 95 % en peso de óxido de propileno, se analiza por cromatografía de gases, y el análisis acusa cantidades apreciables de hidrocarburos de C_5 a C_7 , tales como 2-metilpentano y

- olefinas C_6 ; la concentración total de estos hidrocarburos es inferior al 1% en peso. Una muestra del óxido de propileno bruto se trata en un alambique de recirculación tipo Othmer a la presión atmosférica, para medir -
5. las volatilidades de las impurezas con respecto a la del óxido de propileno. Una segunda muestra del óxido de propileno bruto se mezcla con 9 partes en peso de n-octano por parte en peso de óxido de propileno bruto, se trata análogamente en un alambique Othmer, y se miden las volatilidades relativas. Una tercera muestra del óxido de propileno bruto se mezcla con nueve partes en peso de 1-octeno y se trata de modo análogo. Una cuarta muestra -
10. del óxido de propileno bruto se mezcla con 9 partes en peso de etilciclohexano y se trata de modo análogo. La
15. Tabla I indica el efecto de los hidrocarburos disolventes añadidos, sobre las volatilidades de algunas impurezas del óxido de propileno bruto.

Todas las volatilidades se miden con respecto al óxido de propileno.

20. Hidrocarburo disolvente	T A B L A I			
	<u>Ninguno</u>	<u>N-octano</u>	<u>1-octano</u>	<u>etilciclohexano</u>
Gramos de hidrocarburo disolvente por gramo de óxido de propileno bruto	-	9	9	9
Volatilidad relativa del componente:				
25. óxido de propileno	1,00	1,00	1,00	1,00
2-metilpentano	1,39	0,49	0,76	0,61
C_6 olefina "A"	1,12	0,63	0,73	0,72
C_6 olefina "B"	0,83	0,48	-	-
C_7 parafina	0,73	0,27	0,48	-

30. Los datos de la Tabla I muestran que el

- efecto de los hidrocarburos disolventes añadidos, consiste en aumentar la volatilidad del óxido de propileno con respecto a la de las impurezas de los hidrocarburos $C_6 - C_7$. Para el 2-metilpentano, la volatilidad relativa con respecto al óxido de propileno es de alrededor de 1,39 a concentraciones elevadas de óxido de propileno, y no es posible realizar una separación completa del óxido de propileno, del 2-metilpentano, por destilación fraccionada convencional, a causa de la existencia de un azeotropo. Cuando se añade una cantidad suficiente de hidrocarburo disolvente adecuado, tal como n-octano, sin embargo, la volatilidad de 2-metilpentano con respecto al óxido de propileno es suficientemente reducida de tal modo que se evita el azeotropo, y puede realizarse en una columna de destilación fraccionada, una separación esencialmente completa del 2-metilpentano del óxido de propileno. Para la C_6 olefina "B", que se cree ser un metilpenteno, la volatilidad relativa con respecto al óxido de propileno es de alrededor de 0,83 a concentraciones elevadas del óxido de propileno mencionado, indicando que no existe azeotropo y que la separación completa con destilación fraccionada convencional resultaría muy difícil. Cuando se añade una cantidad suficiente de hidrocarburo disolvente adecuado, tal como n-octano, sin embargo, la volatilidad de la olefina C_6 con respecto al óxido de propileno es suficientemente reducida, de tal modo, que puede obtenerse fácilmente la separación completa por medio de la destilación fraccionada.

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 corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Norteamérica, con fecha 12 de Octubre de 1966, bajo el número Ser.No.586.035, acciéndose por 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 PURIFICAR ÓXIDO DE PROPILENO; caracterizándose por lo siguiente:
- 5.
- 10.

- 1ª.- "Procedimiento para purificar óxido de propileno, caracterizado porque el óxido de propileno se somete a destilación fraccionada a una presión de 0,21 a 7,03 Kg/cm², aproximadamente, en presencia de, por lo menos, 1 parte en peso de un hidrocarburo disolvente de 8 a 15 átomos de carbono, por tres partes en peso de óxido de propileno, obteniéndose como producto de cabezas, el óxido de propileno, y como producto de colas el hidrocarburo disolvente y los hidrocarburos que contienen de 5 a 7 átomos de carbono por molécula.
- 15.
- 20.

- 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se emplea de 1 a 20 partes en peso, aproximadamente de hidrocarburo disolvente, por cada parte en peso de óxido de propileno.
- 25.

- 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el citado producto de colas se trata para recuperar el hidrocarburo disolvente.
- 30.

- 4ª.- Procedimiento según la reivindicación

3ª, caracterizado porque dicho hidrocarburo disolvente se recicla a la columna de fraccionamiento ..

5. 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque como hidrocarburo disolvente se emplea uno que contenga de 8 a 10 átomos de carbono

6ª.- Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque como hidrocarburo disolvente se emplea n-octano, o un alcano isómero del n-octano.

10. 7ª.-"Procedimiento para purificar óxido de propileno" tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid,

8 OCT. 1957

15.

HALCON INTERNATIONAL, INC.

BY 802
Per. Remedio S...