

348829



PATENTE DE INVENCION

=====
Your Case Nº 907 Spain.
=====

Memoria Descriptiva
sobre

"PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA LA PREPARACION
DE UN EPOXIDO".

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

Extracto - Este invento se refiere a una mejora en la epoxidación catalítica de compuestos orgánicos como agentes de epoxidación, por cuyo medio se obtienen derivados oxirano, es decir, epóxidos,

5. correspondientes al material olefínico de partida.



Más específicamente, este invento se refiere a mejoras en un procedimiento por medio del cual la temperatura de reacción se regula estrechamente y, en una aplicación preferida, se reducen al mínimo las reacciones secundarias indeseadas.

- 5.
- Resumen - En las patentes belgas recién concedidas números 863.859, 665.082 y 664.090, se describe un procedimiento para la epoxidación de olefinas en presencia de cantidades catalíticamente efectivas de metales. El procedimiento descrito en estas patentes belgas es susceptible de producir epóxidos a partir de materiales primitivos olefínicos, en rendimientos elevados, es decir, con muy pequeñas proporciones de productos parásitos indeseables. Los catalizadores son uno o más metales elegidos del grupo constituido por titanio, vanadio, cromo, columbio o niobio, selenio, zirconio, molibdeno, telurio, tántalo, tungsteno, renio y uranio, de los cuales constituyen especies preferidas el vanadio, el tungsteno, el molibdeno, el titanio y el selenio. Los metales catalizadores pueden emplearse junto con sustancias alcalinas (o básicas), tales como compuestos de metales alcalinos o alcalinotérreos.
- 10.
- 15.
- 20.

Los metales catalizadores se introducen con preferencia en la reacción, bien en estado metálico finamente dividido, o en forma de sus compuestos. Resultan útiles los compuestos órgano-metálicos de los metales anteriores en formas tales como, por ejemplo, naftenatos, estearatos, octanoatos, quelatos, compuestos de asociación y sales enólicas (por ejemplo, ace-

30.



- toacetatos) así como en forma de compuestos alcoxi. Son también útiles las formas inorgánicas tales como, por ejemplo, los óxidos (tales como, en el caso del molibdeno Mo_2O_3 , MoO_2 y MoO_3) y ácidos (tales como, ácido molíbdico) cloruros, oxiclорuros, fluoruros, bromuros, fosfatos, sulfuros, heteropoliácidos (tal como, ácido fosfomolíbdico y sales de metales alcalinos de los mismos). Las cantidades efectivas de estos catalizadores convenientes, son suficientes para proporcionar por lo menos, 0,00001 moles de metal por mol de hidroperóxido orgánico presente en la reacción. Pueden emplearse cantidades de metal tan elevadas como 0,1 moles por mol de hidroperóxido orgánico, o incluso en proporciones superiores.
5. Como se describe en las patentes belgas antes citadas, durante la reacción de epoxidación, la olefina se epoxida para formar el derivado oxirano correspondiente y el hidroperóxido orgánico se convierte en el alcohol correspondiente. Las condiciones deseables de reacción incluyen una temperatura de reacción de entre 0 y 200°C aproximadamente, y una presión de reacción suficiente para mantener una fase líquida, una relación molar de olefina a hidroperóxido orgánico en la reacción, entre 1:1 y 20:1 aproximadamente, y períodos de reacción, normalmente comprendidos entre unos 10 minutos y 10 horas aproximadamente.
10. 15. 20. 25.

Resumen del invento - La reacción anteriormente descrita, es altamente exotérmica (aproximadamente 60.000 calorías de calor se desprenden por cada

30.



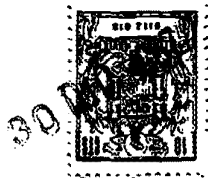
- mol de epóxido formado en la reacción principal). Este calor de reacción se elimina convenientemente del reactor, prácticamente con la misma rapidez que se libera, y constituye una ventaja de este invento
5. el que este elevado calor exotérmico de reacción se elimina con más facilidad. Como consecuencia, se facilita la conservación de una temperatura muy poco variable de reacción y su control y dicho control elevado de la temperatura, logrado por la aplicación
10. de este invento, da por resultado una mejora en los rendimientos del procedimiento.

- Aunque las selectividades obtenidas por el procedimiento de epoxidación antes descrito, son elevadas, se pierde algo del producto epóxido deseado que se forma en la reacción parcialmente, se cree, que por la reacción con el material de partida hidropéroxido orgánico. Sin tratar de limitarse por lo indicado, se cree que esta reacción da por resultado la formación de peróxidos hidroxialquílicos, o sea $R-O-O-R'-OH$, en la que R es el radical orgánico del hidropéroxido orgánico y R' es un radical orgánico correspondiente a la olefina que constituye el material de partida. En un caso preferido de este invento, las reacciones secundarias tales como las citadas anteriormente, se reducen al mínimo, con la
15. ventaja resultante de un aumento en el rendimiento del producto epóxido deseado.
- 20.
- 25.

- De acuerdo con este invento, se ha descubierto que el control de la temperatura se facilita, dando como resultado rendimientos superiores, llevando
- 30.



- a cabo reacciones de epoxidación del tipo antes descrito sometidas a presión autógena y a temperatura de reacción suficiente para volatilizar una parte de la fase líquida del medio de reacción. La
5. frase "presión autógena", tal como se usa en este caso, significa la presión del punto de burbujeo del medio líquido de reacción, a la temperatura de reacción. Esta porción volatilizada del medio de reacción puede condensarse y devolverse al reactor,
10. o sea, el reactor puede funcionar a reflujo total. Aparte del control mejorado de la temperatura de reacción resultante de las operaciones, de acuerdo con este invento, una ventaja secundaria es que el calor de reacción puede eliminarse en muchos casos
15. por cambio térmico indirecto, en equipo de acero al carbono, mejor que en equipo de acero aleado (tal como acero inoxidable) que en otro caso se precisaría.
20. Sin embargo, en una aplicación especialmente preferida, una parte apreciable del medio de reacción volatilizado, que incluye una porción del producto epóxido, se extrae del reactor en forma de corriente de vapor. Esta corriente de vapor extraída, se trata luego para recuperar el producto epóxido de los demás componentes de la corriente de vapor volatilizados junto con el epóxido. Si se desea, los materia
25. les distintos del producto epóxido pueden reciclarse al reactor de epoxidación. Este tipo especialmente preferido de este invento reduce al mínimo las reacciones secundarias del epóxido y, en combinación con
30. el control perfeccionado de la temperatura, conseguido



por la aplicación de este invento, se traduce en rendimientos totales del procedimiento muy superiores.

Descripción detallada del invento - Los

5. materiales olefínicamente insaturados que se emplean ventajosamente en el proceso de epoxidación perfeccionado de este invento, incluyen hidrocarburos olefínicos, alifáticos y alicíclicos, sustituidos e insustituidos. Los compuestos preferidos
10. son los que contienen de 2 a 30 átomos de carbono aproximadamente, y, con preferencia, 3 átomos de carbono, por lo menos. Las olefinas que pueden servir de ejemplo son: propileno, etileno, butileno normal, isobutileno, los pentenos, los metilpentenos, los hexenos normales, los octenos, los dodecenos, los ciclohexenos, los metilciclohexenos, el butadieno, el estireno, el metilestireno, el viniltolueno, el vinilciclohexeno, el fenilciclohexeno, y similares. Pueden usarse las olefinas que contienen
15. halógeno, oxígeno, azufre y los sustituyentes análogos, incluyendo enlaces éster y éter. Estas olefinas sustituidas están representadas por el alcohol alílico, el alcohol metalílico, el éter dialílico, el metacrilato de metilo, el oleato de metilo, la
20. metilvinilcetona, el cloruro de alilo y similares.
- 25.

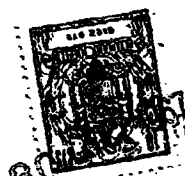
Las olefinas especialmente preferidas son el propileno, n-buteno-1, el estireno y el butadieno. Para epoxidación de estas olefinas preferidas, los catalizadores preferidos incluyen molibdeno, titanio, vanadio y tungsteno.



Los hidroperóxidos orgánicos adecuados para la aplicación de este invento tienen la fórmula ROOH, en la que R es un radical orgánico, con preferencia un alquilo, cicloalquilo, aralquilo, aralqueno, hidroxialquilo, cicloalqueno o hidroxicicloalquilo, que contenga de 3 a 20 átomos de carbono. R puede también ser un radical heterocíclico.

10. Los hidroperóxidos preferidos, que se indican como ejemplos, son los de cumeno, etilbenceno, ter-butilo, ciclohexanona, tetralina, metilmetilcetona, metilciclohexeno y similares, así como los hidroperóxidos de tolueno, p-etiltolueno, isobutilbenceno, diisopropilbenceno, p-isopropiltolueno, o-xileno, p-xileno, fenilciclohexano, etc. Constituyen hidroperóxidos orgánicos especialmente preferidos, los de etilbenceno, alfa-feniletilo, ter-butil y peróxido de ciclohexanona.

20. En algunos casos, en la aplicación preferida de este invento, en la que una parte del medio de reacción vaporizado se retira del reactor, en forma de vapor, pueden hallarse presentes en la corriente de vapor extraído, cantidades de hidroperóxido, apreciables con respecto al rendimiento, bien a causa de arrastre, o bien por la presión parcial apreciable en las condiciones de la reacción, o por ambas razones. La presencia de cantidades apreciables de este hidroperóxido en la corriente de vapor extraída, es indeseable, y dicho hidroperóxido se separa ventajosamente de la corriente de vapor,
- 25.
- 30.



inmediatamente después de extraerse del reactor.

- La reacción de epoxidación se lleva a cabo, convenientemente, en presencia de un disolvente. Los disolventes adecuados son los hidrocarburos alifáticos, nafténicos o aromáticos o sus derivados oxigenados. Con preferencia, el disolvente tiene la misma estructura de átomos de carbono que el hidroperóxido usado para reducir al mínimo o evitar los problemas de separación del disolvente durante la recuperación del producto. Pueden emplearse también mezclas disolventes y desde luego, se utilizan convenientemente. Así, por ejemplo, cuando el hidroperóxido de etilbenceno es el agente de epoxidación empleado, un disolvente especialmente preferido comprende una mezcla de etilbenceno y de alfa-feniletanol.
- 5.
- 10.
- 15.

- Las temperaturas de reacción entre 0 y 200°C aproximadamente, pueden emplearse en el proceso de este invento. En general se desea emplear temperaturas de reacción comprendidas entre 90 y 200°C aproximadamente, y se prefiere emplear temperaturas de reacción comprendidas entre 90 y 150°C aproximadamente. En cada uno de los casos, y esencialmente para la práctica de este invento, la reacción se lleva a cabo a presiones autógenas. Es también esencial que las condiciones del reactor se elijan para mantener un medio de reacción en fase líquida, dado que la epoxidación es una reacción en fase líquida. Así, en la aplicación de este invento, el medio de reacción en fase líquida del interior del
- 20.
- 25.
- 30.



- reactor es un líquido en ebullición. La verdadera presión de reacción, consiguientemente, será una función de la naturaleza del disolvente, de la naturaleza del hidroperóxido orgánico, y de la naturaleza de la olefina que se epoxida. En general,
5. las presiones autógenas empleadas en el sistema, o sea las presiones de reacción, estarán comprendidas entre la presión atmosférica y unos 63 kg/cm^2 . En una aplicación preferida y típica en la que el óxido de propileno se forma por la epoxidación de propileno empleando hidroperóxido de etilbenceno como epoxidante,
10. las presiones de reacción entre 14 y 49 kg/cm^2 , serán las que aparecerán, dependiendo de la concentración de propileno en el medio de reacción y de la temperatura de reacción elegida. Los gases inertes, tales como etano, propano o similares, si se hallan presentes en el reactor, pueden afectar también la presión de reacción.
- En la aplicación preferida, en la que el medio de reacción volatilizado se extrae en forma de vapor, la temperatura de reacción y la composición introducida en el reactor son convenientemente tales que permiten que alrededor de $1/4$ o más del producto epóxido se volatilice y con preferencia son
20. de tal naturaleza que permiten la volatilización de $1/3$ o más de dicho producto epóxido. Esto puede lograrse fácilmente entre los límites de temperatura antes especificados. Con preferencia, la alimentación al reactor de epoxidación en este modo preferido de proceder, comprende de 10 a 80 moles % aproxi-
- 25.
- 30.



madamente de olefina, de 1 a 60 moles % de hidroperóxido aproximadamente, siendo el disolvente principal el resto del producto introducido. Pueden hallarse también presentes en la alimentación al reactor de epoxidación, pequeñas cantidades de otros materiales.

5.

Como antes se indicó, la reacción de epoxidación es altamente exotérmica. Consiguientemente,

10.

la vaporización del producto epóxido y otros materiales presentes en el medio de reacción, consume realmente una parte apreciable, e incluso en algunos casos la totalidad del calor de reacción, permitiendo con ello el control preciso de la temperatura del reactor, a través de la epoxidación. Cuando intere-

15.

san grados superiores todavía de vaporización del medio de reacción (incluyendo el producto epóxido deseado), puede suministrarse calor adicional a la reacción de epoxidación, de modo conocido tal como, por ejemplo, disponiendo serpentines de caldeo en

20.

el interior del reactor. Como variante, cuando se requiere un menor grado de volatilización del medio de reacción, incluyendo el producto epóxido, el exceso de calor de reacción puede ventajosamente eliminarse de modo conocido tal como, por ejemplo,

25.

disponiendo serpentines de refrigeración en el interior del reactor de epoxidación.

El material volatilizado durante el transcurso de la reacción de epoxidación, comprende, por tanto, una parte, con preferencia $1/3$ o más del producto epóxido, una cantidad apreciable de olefina

30.



- sin reaccionar, una parte del disolvente empleado en el curso de la reacción y una parte del alcohol formado como resultado de la utilización del hidropéroxido empleado en la reacción (que puede ser idéntico al disolvente). Cuando los hidropéroxidos orgánicos tienen presiones parciales en el sistema, la corriente de vapor puede contener también algún hidropéroxido orgánico. Esta corriente de vapor, con preferencia aunque no esencialmente, se extrae del reactor y se trata para recuperar la olefina no reaccionada que ventajosamente se recicla para la epoxidación y también para recuperar el producto epóxido volatilizado. Esta separación puede llevarse a cabo fácilmente de modo conocido, tal como, por ejemplo, por técnicas de destilación. Si en la corriente de vapor se hallan presentes cantidades apreciables de hidropéroxido orgánico, se prefiere que el hidropéroxido se retire antes de la separación y recuperación de olefinas sin reaccionar, y del producto epóxido, dado que de otro modo el hidropéroxido volatilizado, relativamente inestable, podría descomponerse ocasionando una pérdida en el rendimiento.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- Descripción del dibujo - El procedimiento de este invento se explicará más detalladamente haciendo referencia al dibujo adjunto, que es una representación esquemática de una construcción preferida del invento que se describe. Para fines de aclaración, pero sin tratar de limitarlo de ningún modo, el alcance del mismo, el material de partida en el proceso a que el dibujo se refiere, se supone que
- 25.
- 30.



es propileno que se convierte en óxido de propileno, empleando hidropéroxido de etilbenceno como epoxidante. El disolvente de reacción se supone ser una mezcla de etilbenceno y alfa-feniletanol. La parte volatilizada del medio de reacción, se supone que se extrae del reactor, mejor que someterse a reflujo totalmente.

5. Con referencia al dibujo adjunto, se proporciona un reactor de epoxidación 10, dotado de un conducto de entrada 11, adecuadamente hidropéroxido de etilbenceno y catalizador, que convenientemente contiene molibdeno, por ejemplo, en forma de nate-
10. nato, se introducen en el reactor 10 por el conducto 12 que comunica con el conducto 11 y termina en el reactor 10. A éste y por el conducto 12, se le suministra un disolvente para la reacción, por ejemplo,
15. una mezcla de etilbenceno y alfa-feniletanol. El propileno nuevo, se suministra al reactor 10 por el conducto 13, que comunica con el conducto 11. El propileno de recicló, obtenido del modo luego descrito,
20. se suministra por el conducto 36 que comunica con el conducto 13.

El reactor 10 puede ser del tipo tubular o, más adecuadamente, tal como se indica en el dibujo adjunto, puede ser un recipiente de reacción interiormente subdividido, por tabiques 15, en una serie de compartimentos 16. Como variante, uno o más de ellos pueden constituir un recipiente de reacción separado. Esta división del reactor, por tabiques interiores, o disponiendo varios recipientes de reacción
25.
30.



conectados en serie, proporciona un medio para impedir realmente la indeseable mezcla inversa de los productos de reacción con los reactivos alimentados.

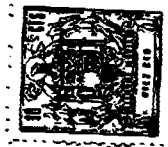
5. Dispuesta en el interior de cada uno de los compartimentos 16 del reactor 10 se encuentra un medio 17 de reacción, en fase líquida, que contiene disolvente, hidroperóxido y olefina sin reaccionar, producto epóxido y alcohol orgánico formado durante la reacción del hidroperóxido con la olefina.
10. (En muchos casos, el alcohol orgánico formado por esta reacción, es idéntico al disolvente).

15. De acuerdo con este invento, el medio de reacción en fase líquida, se mantiene sometido a su presión autógena y, por tanto, se vaporiza parcialmente mientras la reacción prosigue, o sea, los reactivos hierven. El calor necesario para esta vaporización se suministra por el calor de reacción. Esta parte vaporizada del medio de reacción en la construcción representada en el dibujo, se retira del reactor 10 por el conducto 18 y pasa a la zona 30.
- 20.

25. En el funcionamiento del reactor 10, los reactivos penetran en el compartimento 16a en el que se acumulan hasta que el nivel del medio de reacción en fase líquida contenido en dicho compartimento excede de la altura del tabique (o rebosadero) 15a, y pasa al compartimento 16b. De modo análogo, el medio de reacción en fase líquida pasa sucesivamente a los compartimentos 16c, 16d y 16e, saliendo finalmente del reactor 10 por el conducto 19. A continuación,
30. el efluente líquido del reactor se dirige a la zona



- de fraccionamiento 30 por el conducto 19. Si se desea, el propileno de reciclaje puede distribuirse en algunos, o en todos los compartimentos del reactor, por los acoplamientos 40a - 40e para mantener una
5. concentración constante de propileno en cada compartimento, sustituyendo la parte volatilizada.
- El medio de reacción vaporizado, se dirige a la zona 30, en la que junto con el efluente del reactor de epoxidación, en fase líquida, procedente
10. del reactor 10 por el conducto 19, se tratan para recuperar propileno sin reaccionar y una mezcla que comprende el óxido de propileno producto, etilbenceno y alfa-feniletanol disolvente, y alfa-feniletanol formado como resultado de la reacción de hidroperóxido de etilbenceno con propileno. La zona de fraccionamiento 30, con preferencia, está preparada y accionada para mantener en ella la temperatura de
15. los productos de cola a temperaturas suficientemente reducidas para minimizar la descomposición del óxido de propileno, o sea, por debajo de 160°C y, con preferencia a 130°C o inferior. El propileno así recuperado se retira de la zona de fraccionamiento 30 por el conducto 36 y se dirige de nuevo a la reacción de epoxidación. La mezcla producto, se retira
20. de la zona de fraccionamiento 30 por el conducto 37. Pueden disponerse facilidades en el interior de la zona de fraccionamiento 30, para separar y purgar los productos inertes del sistema a fin de impedir su acumulación.
- 25.
30. Consiguientemente, la zona de fracciona-



miento 30 funciona como sistema de despropanización. Dado que la construcción de este equipo es convencional y teniendo en cuenta el funcionamiento del mismo que es sobradamente conocido por los peritos en la materia, el equipo asociado con la zona de fraccionamiento 30, no se representa en el dibujo.

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- La zona de fraccionamiento 30 puede consistir, a menudo, en dos o más columnas unidas en serie con los cambiadores de calor, las bombas asociadas y similares. En un sistema de esta naturaleza, la presión en la primera columna es suficientemente elevada para permitir la condensación del propileno de cabeza, con agua de refrigeración, mientras que los productos de cola contienen también propileno suficiente (más, desde luego, óxido de propileno, etilbenceno y alfa-fenilmetanol) para permitir que las temperaturas de dichos productos de cola permanezcan dentro de los límites antes indicados. Esta columna contiene típicamente 12 platos típicos de contacto vapor-líquido, y funciona con una relación de reflujo (moles de reflujo por mol de producto líquido de cabeza) de 0,8:1. Las temperaturas y presiones de los productos de cabeza son respectivamente, 55°C y 24,85 kg/cm², mientras que las temperaturas y presiones de los productos de cola, adecuadas, son respectivamente, 130°C y 25,2 kg/cm².

La segunda columna funciona convenientemente a una presión inferior y se acostumbra a retirar el resto del propileno del óxido de propileno-etil-



- benceno-alfa-feniletanol. Las características de trabajo para esta segunda columna incluyen una temperatura y presión en los productos de cabeza de -25°C y $2,24 \text{ kg/cm}^2$ respectivamente, y una temperatura y presión en los productos de cola de 130°C y $2,59 \text{ kg/cm}^2$ respectivamente. Esta columna, adecuadamente, contiene 15 platos teóricos de contacto vapor-líquido, y funciona con 0,6 moles de líquido de reflujo por mol de alimentación entrante en la columna. A causa de la baja temperatura de los productos de cabeza, la segunda columna precisa facilidades para la compresión del vapor y/o la refrigeración, a fin de permitir la condensación del propileno. Los productos de cola de la segunda columna en un sistema de esta naturaleza, están constituidos por una mezcla esencialmente libre de propileno, que comprende óxido de propileno, etilbenceno y alfa-feniletanol.
- 5.
- 10.
- 15.

- El ejemplo siguiente se facilita para aclarar más aún este invento, pero no se trata de que constituya una limitación del alcance de dicho invento. Salvo advertencia en contrario, todas las partes y porcentajes que figuran en el ejemplo se expresan sobre una base molar.
- 20.

25. EJEMPLO 1 -

- En un aparato análogo al esquemáticamente representado en la figura 1, se lleva a cabo un experimento de epoxidación continua. En cuanto se refiere a la compresión de este invento, los detalles del aparato se describirán junto con la descripción
- 30.



siguiente de la epoxidación.

- Al recipiente de reacción, y a razón de 5,86 partes por hora, se introducen hidroperóxido de etilbenceno más etilbenceno y alfa-feniletanol
5. disolvente; en esta corriente está también presente suficiente catalizador de molibdeno para proporcionar 75 ppm. (en peso) de molibdeno en la alimentación total del reactor. La composición de esta corriente figura en la primera columna de la Tabla I.
10. Se introducen también en el reactor 15,81 partes por hora de propileno, de las cuales 0,79 partes por hora es propileno nuevo y 15,02 partes por hora son de propileno reciclado. Este último se distribuye entre los distintos compartimentos con objeto de mantener la temperatura constante. Para la perfección de la Tabla I, estas composiciones de las corrientes se incluyen en las columnas segunda y tercera de la misma.
15. El reactor, en el que se realiza la reacción de epoxidación, se divide por tabiques internos
20. en cinco compartimentos de tamaño tal que el tiempo de permanencia del medio de reacción en fase líquida en el interior de todos los compartimentos sea de unos 11 minutos. Los tabiques están preparados de tal modo que el medio de reacción en fase líquida
25. circule sucesivamente de un compartimento a otro y se retire después del 5º compartimento del reactor. En el interior de cada compartimento, se dispone también un espacio de vapor, y los espacios de vapor de
30. cada compartimento no están aislados uno de otro, es



decir, se hallan interconectados.

El reactor de epoxidación se mantiene a una temperatura de 132°C y bajo la presión autógena del sistema, en este caso, 26,25 kg/cm².

5. Durante el curso de la reacción, se vaporizan 11,21 partes por hora del medio de reacción en fase líquida, y se retiran del reactor en forma de vapor, cuya composición se facilita en la cuarta columna de la Tabla I. Además, se retiran del reactor
10. 10,46 partes por hora de medio de reacción en fase líquida que tiene la composición indicada en la 5ª columna de la Tabla I.

15. Los vapores del reactor se fraccionan para recuperar el propileno, sin reaccionar, para el recicló, y el óxido de propileno producto en mezcla con alfa-feniletanol y etilbenceno, como producto. Esto se consigue en un equipo convencional de destilación, indicado como la columna 30. En este equipo de destilación, se trata también el medio de reacción en fase
20. líquida, extraído del reactor, tal como se ha descrito. Las cantidades de propileno de recicló ascienden a 15,02 partes por hora y tienen la composición que se menciona en la 6ª columna de la Tabla I. El producto de cola de esta destilación llega a 6,65 partes por
25. hora y su composición se indica en la 7ª columna de la Tabla I. Durante esta destilación, la temperatura de los productos de cola se controla de tal modo que no exceda de 130°C. Los productos de cola de esta destilación pueden tratarse luego de modo conocido
30. para recuperar óxido de propileno de pureza elevada



en un equipo ulterior, por ejemplo, un equipo de destilación.

T A B L A I.

COMPOSICION CORRIENTE PARA EJEMPLO I.

(MOLES %)

COMPONENTE	(1) Epoxidan te disol vente (a)	(2) Olefi na meva (b)	(3) Olefi na re cicla da. (b)	(4) Vapor extraído	(5) Efluen te lí quido	(6) Propile no reci clado. (b)	(7) Mezcla producto (a)
Propileno		100,0	100,0	96,1	40,61	100,0	
Oxido de propileno				2,70	3,89		10,71
Alfa-fenil-etanol	3,1			(75 ppm; molar)	8,53		13,42
Etilbenceno	79,8			1,20	43,46		70,35
Etilbenceno Hidroperóxido	17,1			(5 ppm; molar)	0,48		0,75
Productos pesados (c)					3,03		4,77
	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

NOTAS:

- a) Excluye catalizador
- b) Excluye inertes, por ejemplo, propano, etano, nitrógeno, dióxido de carbono, etc.
- c) Subproductos de reacción de punto de ebullición elevado.



5. Se observará que la selectividad para el óxido de propileno sobre la base del hidropéroxido total convertido en el reactor en este ejemplo, es de 75 moles %. Contrariamente, en un experimento de control en el que la presión en el reactor se conservó a un nivel superior a la presión autógena del sistema, o sea, que no se realizaba la vaporización del medio de reacción se consiguió una selectividad apreciablemente inferior.
10. La descripción anterior se refiere a los métodos de este invento por medio de los cuales se obtienen las ventajas del mismo. Se comprenderá que pueden introducirse en él modificaciones y variaciones por los peritos en la materia, sin separarse del espíritu de dicho invento. Por ejemplo, en un reactor de zonas múltiples, la temperatura puede ser la misma en cada una de ellas, o puede variar de una zona a otra. A veces es conveniente disponer de temperaturas algo más elevadas en las últimas zonas, para asegurar una reacción más completa en las concentraciones menores del reactivo. Además, cada zona puede disponer de agitación adecuada. Dicha agitación puede conseguirse por el efecto de ebullición, por agitaciones mecánicas, por rociado apropiado de los materiales introducidos en las zonas, por procedimientos de bombeo o por combinaciones de todos estos medios. Consiguientemente, se trata de que cuanto figura en la descripción anterior se interprete como aclaratorio y no en sentido limitativo.
- 15.
- 20.
- 25.



- 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 30 de diciembre de 1966, bajo el Nº Ser. 606.192, acogiéndose, 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: "PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA LA PREPARACION DE UN EPOXIDO"; caracterizándose por lo siguiente:

- 5.
- 10.
- 15.

1º.- Procedimiento para la preparación de un epóxido, mediante reacción catalítica en fase líquida, de un compuesto olefínicamente insaturado con un hidroperóxido orgánico, en presencia de un catalizador, caracterizado porque la citada reacción se realiza en un reactor sometido a presión autógena mientras se mantiene la temperatura de reacción a un nivel suficiente para volatilizar una parte de la fase líquida del medio de reacción.

- 20.
- 25.

2º.- Procedimiento, según la reivindicación 1º, caracterizado porque el medio de reacción volatilizado se retira del reactor y se recupera el epóxido contenido en dicho medio de reacción volatilizado.

- 30.



- 3^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque el medio de reacción volatilizado se condensa y se recicla al reactor.
5. 4^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque el catalizador se constituye por metal elegido del grupo consistente en molibdeno, tungsteno, titanio, columbio, tántalo, renio, selenio, cromo, zirconio, telurio, uranio y vanadio.
10. 5^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 90°C y 200°C, aproximadamente.
15. 6^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la reacción se realiza preferentemente a una temperatura comprendida entre 90°C y 150°C, aproximadamente.
20. 7^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque como compuesto olefínicamente insaturado se emplea propileno.
- 8^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque como hidroperóxido orgánico se emplea hidroperóxido de etilbenceno.
25. 9^a.- Procedimiento, según la reivindicación 2^a, caracterizado porque se volatiliza, por lo menos, la cuarta parte del epóxido formado en la reacción.
30. 10^a.- Aparato para la realización del procedimiento, según las reivindicaciones 1^a a 9^a, caracterizado porque se constituye por un recipiente



- de reacción que define un espacio de reacción, con extremos de entrada y de salida, disponiéndose en dicho espacio de reacción, en funcionamiento, una zona inferior que contiene líquido y una zona superior que contiene vapor; una serie de tabiques de altura decreciente dispuestos en el interior del reactor, disponiéndose el de mayor altura en la posición más próxima al extremo de entrada, y el más bajo, en la posición más próxima al extremo de salida, de manera que dichos tabiques dividen la zona de contención del líquido en una serie de zonas separadas no interconectadas, pero no dividen la zona de contención del vapor; primeros medios de conducción para admitir un medio de reacción que contenga los reactivos en el espacio de reacción en el extremo de entrada del recipiente de reacción y segundos medios de conducción para retirar un medio de reacción que contenga los productos de ésta, del extremo de salida del reactor.

20. 112.- Procedimiento y aparato para la preparación de un epóxido; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en el dibujo que se acompaña.

25. Esta Memoria consta de veintitres hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

HALCON INTERNATIONAL, INC.,

A. GOMEZ ACEBO Y MODET
s. o. firmados E. Hernández Rata

