



375948

Cas PL-125

375948

SECCION TECNICA
CLASIFICACION
CLAS <i>C-07</i>
SUBCLASE <i>C</i>

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ALFA-METILESTIRENO"  
a favor de la firma francesa PROGIL S.A., residente en PARIS  
(8<sup>a</sup>) (Francia), 77, Rue de Miromesnil.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento tiene por objeto un nuevo procedimiento para la obtención de alfa-metilestireno puro a partir de fracciones orgánicas ricas en dimetilfenilcarbinol, pero sucias de impurezas.

5. Se sabe que el dimetilfenilcarbinol (que en lo que sigue se designa como "DMPC") constituye un importante producto intermediario que se obtiene en estado bruto cuando se fabrican fenol y acetona por escisión del hidroperóxido de cumeno o también cuando se epoxida olefina o alcohol alílico
10. valiéndose de dicho hidroperóxido. Este DMPC es por lo



375948

general un producto bastante impuro, contaminado principalmente por cumeno, acetofenona, bencenos butílicos, fenol y vestígios de productos orgánicos pesados.

- Se ha preconizado ya efectuar la deshidratación
5. del DMPC para convertirlo en alfa-metilestireno (que se designa a continuación como "alfa-Mes"), ya sea en fase líquida y en presencia de catalizadores (como  $H_2SO_4$ , bisulfato alcalino o ácido carboxílico no volátil), ya sea en fase vaporosa y en presencia o ausencia de catalizadores
  10. (por ejemplo, gránulos de óxidos metálicos como  $TiO_2$ , etc.). Sin embargo, estas técnicas no permiten obtener un alfa-Mes de pureza igual a lo menos al 99% cuando el DMPC contiene más de 1% de impurezas tales como las enumeradas antes. En efecto, estas últimas vuelven a encontrarse en el metilesti-
  15. reno, que entonces ya no es apto para su empleo clásico en la homopolimerización y la copolimerización.

- Ahora se ha descubierto y puesto a punto un procedimiento que permite transformar facilmente y de modo directo, en fase líquida, un DMPC impuro tal como el descri-
20. to antes en alfa-Mes de pureza superior al 99,5%.

- En su forma más general, el procedimiento de este invento consiste en efectuar una destilación en vacío de la fracción bruta del DMPC, para eliminar las impurezas ligeras, de punto de ebullición inferior al de la acetofenona, y luego deshidratar en fase líquida y en presencia de
- 25.



375948

catalizadores de tipo conocido la fracción de cola de la operación anterior, con destilación simultánea de agua y de alfa-Mes, el cual luego, eventualmente, se somete a un desfenolamiento por lavado con un hidróxido alcalino.

5. La operación inicial de destilación puede realizarse en una columna del tipo clásico que contiene a lo menos el equivalente de 10 placas teóricas y trabaja bajo presión reducida, comprendida generalmente entre 50 y 120 mm de Hg, con un caudal de reflujo comprendido con ventaja entre 5 y 15. Procediendo en estas condiciones es fácil separar en forma de cabeza de destilación las impurezas ligeras, tales como el cumeno y los bencenos butílicos, y se recupera en la cola el DMPC mezclado con la acetofenona, el fenol y los vestigios de productos pesados.

15. En la segunda etapa del procedimiento de este invento, se trata la cola de destilación obtenida antes con un catalizador de deshidratación, como, por ejemplo, una solución acuosa concentrada de sulfato ácido de sodio en una cantidad correspondiente, de preferencia, al 0,1 a 5 por 1000 (respecto al peso de la alimentación global) de  $\text{NaHSO}_4$ . La operación se realiza a la presión atmosférica, en un reactor agitado en el que se mantiene la temperatura entre 180 y 230°C.

25. Según una característica del procedimiento, el reactor de deshidratación está coronado por una columna de





La nueva técnica según este invento puede aplicarse ventajosamente a operaciones en continuo. El alfa-metilestireno obtenido, que presenta gran pureza (alrededor del 99,9%), puede utilizarse para la fabricación de homopolímeros y copolímeros, o también se la puede hidrogenar para convertirlo en cumeno destinado a la fabricación de hidroperóxido de cumeno puro.

El ejemplo que sigue ilustra, con ayuda del esquema representado en la figura 1 adjunta, una modalidad de puesta en práctica del procedimiento que aquí se ha descrito.

10. EJEMPLO

Se alimento a razón de 200 kg/hora, por el conducto 1, una columna de destilación A de 15 placas que actuaba bajo 70 mm de Hg, a la temperatura de cola de 130°C aproximadamente y con un caudal de reflujo de 10 aproximadamente, por medio de un dimetilfenilcarbinol bruto procedente de un sistema de epoxidación de olefina y con la composición ponderal siguiente (en %):

15.	hidrocarburos ligeros	0,2
	cumeno	6,8
	bencenos butílicos	0,2
20.	alfa-metilestireno	0,5
	acetofenona	2,9
	DMPC	87,2



375948

fenol	0,3
productos pesados	1,9.

5. La cabeza de destilación, representada fundamentalmente por el cumeno y los bencenos butílicos, se eliminaba por el conducto 2, mientras que por el pie, en 3, se extraía la composición siguiente, constitutiva del 90% aproximadamente, en peso, de la carga inicial:

10.	alfa-Mes	0,7
	acetofenona	3,2
	DMPC	93,7
	fenol	0,3
	productos pesados	2,1.

15. Esta carga se enviaba luego en continuo, a razón de 180 kg/hora, al reactor de deshidratación B, cargado con una cola de acetofenona y que recibía simultáneamente, por el conducto 4, una solución acuosa al 40% de  $\text{NaHSO}_4$ , a razón de 0,3 kg de sal por tonelada de DMPC bruto desca-  
20. bezado. El reactor, provisto de agitador y mantenido a la temperatura de  $200^\circ\text{C}$ , estaba coronado por una columna de destilación C, dotada de 10 placas y que actuaba a la presión atmosférica, con una temperatura de cabeza de  $151-152^\circ\text{C}$  y con un caudal de reflujo de 2, obtenido por medio de la fase orgánica.

25. Al pie del reactor hervidor B se extraía, por el conducto 5, la acetofenona y los productos pesados.



375948

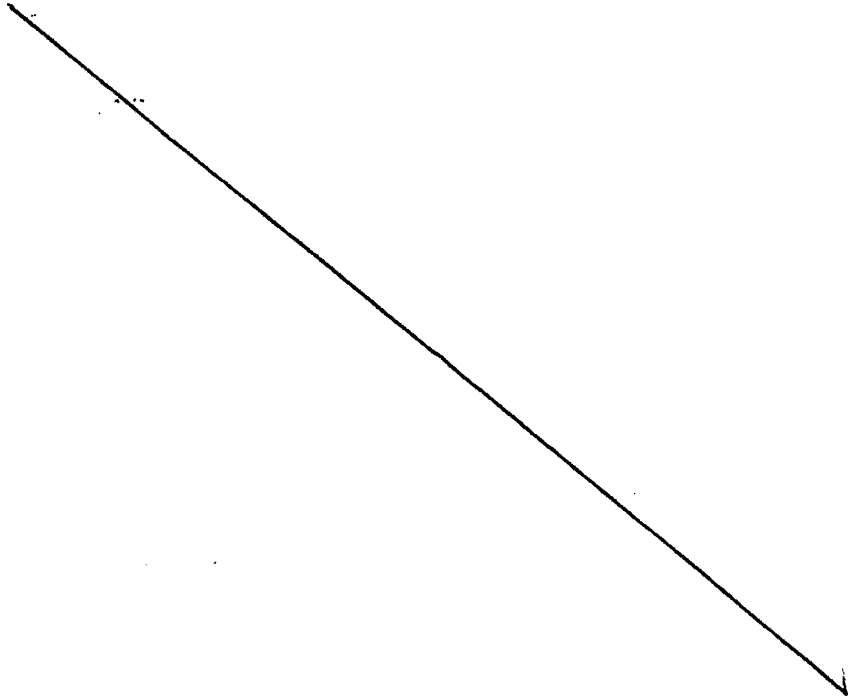
mientras que en la cabeza de la columna, por 6, se recuperaba una mezcla de alfa-Mes y agua de deshidratación, que se enviaba al decantador D.

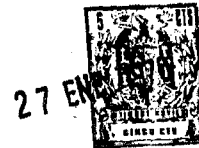
5. El alfa-Mes recuperado en forma de fase superior, del que una pequeña fracción se reciclizaba por 7 a la columna C a título de reflujo, se obtuvo con un rendimiento del 98%, carecía de acetofenona y de dímeros de alfa-Mes y contenía 0,18% de fenol.

10. Para obtener un producto rigurosamente puro, se envió el alfa-Mes por el conducto 8 a un depósito de desfenolamiento E en el que circulaba por la canalización 9 una alimentación de NaOH en solución acuosa al 10%. La fase superior de E se enviaba luego por 10 a un coalescedor F, en el que se procedía a separar las finas gotitas de agua que pudieran haber quedado suspendidas.

15.

Actuando en continuo en las condiciones indicadas antes, se obtuvieron 166 Kg/hora de un alfa-metilestireno cuya pureza, determinada por análisis cromatográfico, fue de 99,85%.





375948

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente francesa nº PV 69/02 590 del 28 de Enero de 1969.

5. 1. Procedimiento para la obtención de alfa-metilestireno de pureza superior al 99,5% a partir de dimetilfenilcarbinol bruto contaminado por impurezas tales como, principalmente, cumeno, bencenos butílicos, acetofenona, fenol y productos orgánicos pesados, caracterizado por efectuarse una destilación en vacío de la materia bruta que se haya de tratar y por someter la fracción de cola obtenida, rica en dimetilfenilcarbinol u acetofenona, a una deshidratación en fase líquida, en presencia de catalizadores no volátiles de tipo conocido, separando en ella por destilación una fracción de cola constituida por acetofenona y productos pesados y una fracción de cabeza constituida por una mezcla de agua y alfa-metilestireno, mezcla esta última que luego se somete a decantación y el alfa-metilestireno que así se obtiene puede ser desembarazado de los eventuales vestigios de fenol por tratamiento con una solución acuosa alcalina según los procedimientos conocidos.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que la primera destilación se realiza bajo



375948

presión de 50 a 120 mm de Hg y con un caudal de reflujo comprendido preferentemente entre 5 y 15.

- 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por efectuarse la deshidratación a
5. temperatura de 180 a 230°C y en presencia de una solución acuosa que contiene 0,1 a 5 por 1000 (respecto al peso de la alimentación total) de  $\text{NaHSO}_4$ , en un reactor agitado y coronado por una columna de destilación que actúa a la presión atmosférica, con temperatura de cabeza de
10. 140 a 160°C y con un caudal de reflujo igual a 2, a lo menos, del alfa-metilestireno que sale de la capa superior de decantación.

4.- Procedimiento para la obtención de alfa-metilestireno.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 9 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a, 27 ENE. 1970

p.a.

Firmado: JOSE RODRIGUEZ

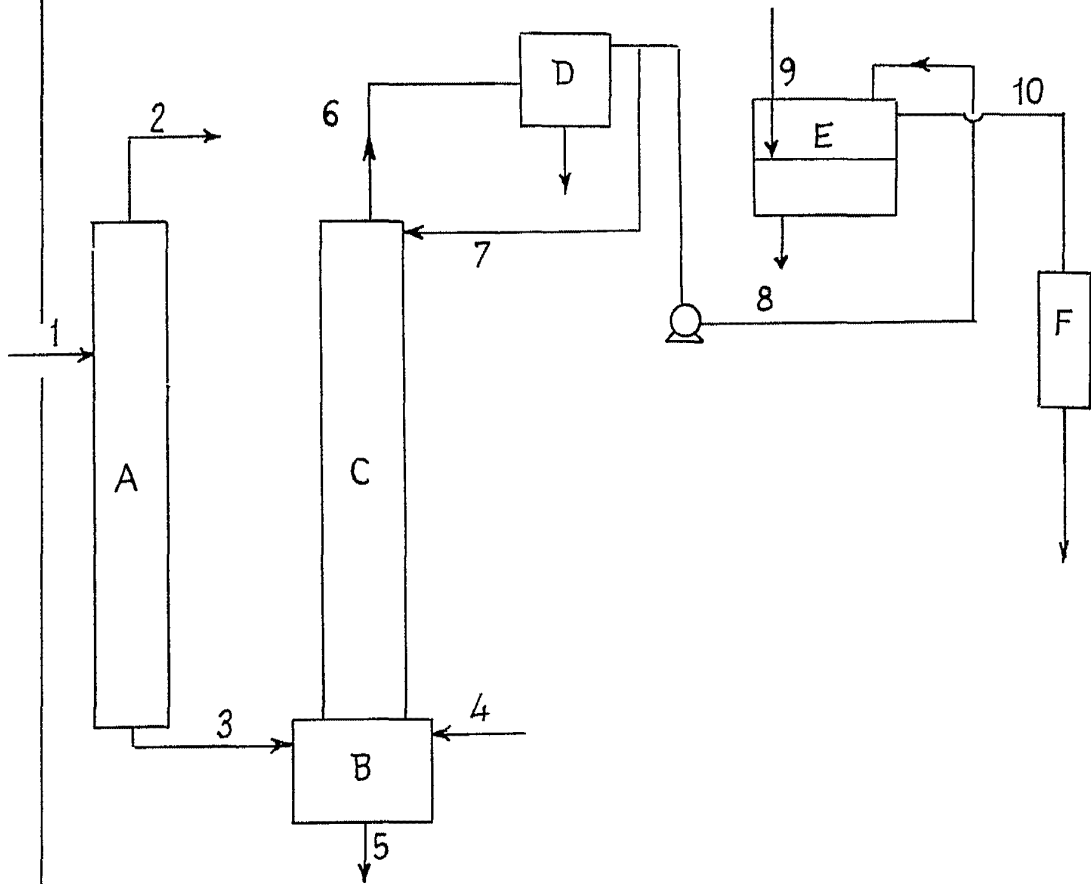


Fig. 1

Madrid, a 27 ENE. 1970

p.a.

Patentes de S. A. PROGIL, S. A.