

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

19 ES	21 NUMERO 476.891	20 A1
	22 FECHA DE PRESENTACION 16 FNE 1979	

PATENTE DE INVENCION

40 PRIORIDADES: 41 NUMERO 870.543 918.124	42 FECHA 16 de enero de 1.978 22 de junio de 1.978	43 PAIS EE. UU. de A. EE. UU. de A.
--	--	---

47 FECHA DE PUBLICIDAD	48 CLASIFICACION INTERNACIONAL BOLD	49 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR VALORES MONOMERICOS DE UN RESIDUO POLIMERICO PRODUCIDO EN LA DESHIDRATACION DE ALCOHOL ALFA-METILBENCILICO.

71 SOLICITANTE (S)

HALCON RESEARCH AND DEVELOPMENT CORPORATION.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

2 Park Avenue, New York, New York 10016, EE. UU. de A.

72 INVENTOR (ES)

Mitchell Becker.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

Esta invención se relaciona con la deshidratación de alcohol-alfa-metilbencílico (conocido también como alfa-feniletanol o metilfenilcarbinol) para producir estireno y, más particularmente, se relaciona con la recuperación de compuestos monoméricos valiosos a partir de materiales residuales producidos en la separación de los componentes de la mezcla deshidratada.

El estireno monomérico, que se convierte fácilmente mediante co- y homo-polimerización en diversos plásticos y elastómeros de utilidad, ha disfrutado de un éxito fenomenal como producto químico comercial, produciéndose anualmente muchos billones de kilogramos de este monómero solamente en los EE.UU. Sin embargo, y hasta recientemente, la producción comercial del monómero estireno ha estado limitada casi exclusivamente a un proceso que implica la deshidrogenación catalítica en fase vapor del etilbenceno. Esta vía se describe, por ejemplo, en Kirk-Othmer "Encyclopedia of Chemical Technology" (2ª Ed.) Vol. 19, páginas 63-68. En el pasado se han propuesto otras vías para producir estireno, pero las mismas no han sido competitivas con la tecnología de deshidrogenación del etilbenceno. De acuerdo con uno de estos procesos anteriores, mediante el cual el estireno monomérico se produce comercialmente en un corto periodo de tiempo, se oxida etilbenceno para dar acetofenona en fase líquida, cuya acetona se hidrogena para dar alcohol-alfa-metilbencílico, y éste alcohol se deshidrata catalíticamente para producir estireno. Este proceso se describe, por ejemplo, en Kirk-Othmer "Encyclopedia of Chemical Technology", 1954, Vol. 13, páginas 134-6.

Más recientemente, se ha descrito un proceso comercialmente atractivo que incluye la deshidratación de alcohol-alfa-metilbencílico. Esta nueva tecnología, conocida como el proceso Halcon, se describe en las páginas 62-63 del citado volumen 19 de la 2ª Edición del texto de Kirk-Othmer.

La deshidratación del alcohol-alfa-metilbencílico puede

efectuarse de cualquier modo conveniente, bien en fase líquida o bien en fase vapor, por ejemplo, mediante métodos tales como los descritos en la Patente USA No. 3.658.928. Sin embargo, se prefieren los métodos en fase líquida debido a que los catalizadores usados en las operaciones en fase vapor requieren una regeneración frecuente para mantener niveles aceptables de conversión y selectividad. La regeneración de catalizadores en tales procesos implica la separación por combustión de los materiales carbonaceos depositados que recubren al catalizador e inhiben su actividad. La separación de tales depósitos por combustión, sin embargo, crea problemas significativos. Por ejemplo, durante la combustión se desarrollan altas temperaturas y, con el fin de soportar estas temperaturas, se requiere el empleo de acero aleado o similar puesto que los aceros al carbono ordinarios no tienen suficiente resistencia para soportar las temperaturas generadas. Además, tales depósitos representan una pérdida económica puesto que su combustión los convierte en su totalidad en gases residuales sin ninguna posibilidad de recuperación de compuestos valiosos allí contenidos. Los procesos de deshidratación en fase líquida evitan tales problemas y un proceso particularmente atractivo se describe en la Patente USA de Becker et al No. 3.526.674 de 1 de Septiembre de 1.970, cuya descripción se incorpora aquí únicamente con fines de referencia.

En los procesos en fase líquida se obtienen fracciones residuales que contienen oligómeros y polímeros complejos, pero estos materiales residuales quedan retenidos normalmente en el sistema de deshidratación, excepto una purga relativamente pequeña para evitar la acumulación indeseable. De este modo, en el proceso descrito en la citada Patente USA No. 3.526.674, se somete alcohol alfa-metilbencílico a deshidratación catalítica en presencia de un medio de reacción en fase líquida, a una temperatura por encima de unos 200°C, pero por debajo de la temperatura de descomposición del medio de reacción en fase líquida, y

en presencia de un catalizador adecuado, por ejemplo, un ácido mineral, un ácido organosulfónico, un ácido carboxílico o una alúmina de elevada área superficial.

5 Normalmente, el medio de reacción en fase líquida se proporciona mediante la acumulación de una cantidad suficiente del material residual indicado anteriormente, que se forma durante la reacción de deshidratación, pudiendo ser este material residual el único medio de reacción en fase líquida o bien puede estar mezclado con disolventes polares o no polares, de punto de ebullición relativamente alto, del tipo descrito en la Patente USA No. 3.526.674. En el transcurso de la reacción, el alcohol alfa-metilbencílico forma agua y el estireno deseado y, bajo las condiciones de reacción usadas, el agua y el estireno se volatilizan sustancialmente tan rápidamente como se forma y, por tanto, se separa fácilmente de la zona de reacción. El alcohol alfa-metilbencílico, que también puede volatilizarse a medida que avanza la reacción, se condensa adecuadamente y se retorna a la zona de reacción. Se obtienen altas selectividades hacia la formación de estireno, es decir, selectividades de reacción del orden de 90% o más. Las pequeñas cantidades de los subproductos residuales de alto punto de ebullición permanecen esencialmente sin volatilizar y son purgadas del medio de reacción en fase líquida, periódicamente o continuamente, cuando dichos subproductos se acumulan en un grado indeseable.

10

15

20

La corriente de purga que se extrae así del medio de reacción en fase líquida, representa normalmente una cantidad muy pequeña y su retirada no afecta al atractivo comercial del proceso. Sin embargo, es evidente que si esta corriente de purga pudiera tratarse de modo que pudiera producir cantidades adicionales de estireno y de precursores de estireno, aumentaría la selectividad global del proceso hacia la producción de estireno que producirían evidentemente, cuando se hiciesen cálculos en términos de millones o billones de kilogramos, be-

25

30

5 neficios económicos significativos, reduciéndose significativamente los problemas de la distribución de residuos. El término "precursores de estireno" se utiliza en esta memoria para representar los compuestos C₈ tales como etilbenceno (EB), alcoholmetilbencílico (MBA), acetofenona (ACP) y compuestos similares fácilmente convertibles a estireno. El material residual de elevada punto de ebullición del cual está compuesta la purga, es, sin embargo, como ya se ha mencionado, de una naturaleza altamente oligomérica y polimérica y los esfuerzos realizados para obtener valores de estireno monomérico (estireno y precursores de estireno) a partir de tales residuos no han tenido hasta el presente éxito. En el caso de una operación en fase vapor, puede recuperarse igualmente una fracción subproducto residual del efluente gaseoso del reactor, siendo aplicable igualmente a dichas fracciones residuales en fase vapor todo lo que se ha dicho anteriormente en relación con la corriente de purga residual de la deshidratación en fase líquida.

15 En consecuencia, un objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento para la recuperación de los valores monoméricos de estireno valiosos de la porción residual de la mezcla de reacción obtenida en la deshidratación de alcohol alfa-metilbencílico.

20 De acuerdo con la invención, el anterior y otros objetos se llevan a cabo sometiendo la porción residual del hidrato de alcohol alfa-metilbencílico (MBA) a una serie integrada de destilaciones en donde la fracción residual se destila en dos etapas bajo condiciones diferentes de tiempo y temperatura, tal y como se describirá más concretamente a continuación.

25 La fracción residual o corriente de purga que se trata por el proceso de esta invención es una mezcla de componentes múltiples que no solo comprende materiales poliméricos sino también pequeñas cantidades de MBA, ACP, EB, monómero estireno (SM), agua y, en el caso de una operación en fase líquida, catalizador.

30

Los materiales poliméricos son de diversos grados de polimerización e incluyen hidrocarburos poliméricos, materiales oxigenados poliméricos o interpolímeros o productos de condensación que contienen mitades hidrocarbonadas y mitades oxigenadas. Por otra parte, se ha encontrado que cuando este material residual se trata directamente a las temperaturas necesarias para conseguir la despolimerización, los componentes monoméricos que contiene reaccionan con los componentes poliméricos para formar sustancias poliméricas adicionales que se traducen en una masa polimérica significativamente más refractaria, causando problemas adicionales desde el punto de vista de la manipulación y recuperación. Se ha descubierto ahora, sorprendentemente, que mediante destilación de este material bajo un régimen específico, los componentes poliméricos pueden convertirse en porcentajes significativos de estireno monomérico así como en otros monómeros valiosos, pudiéndose evitar las reacciones indeseables.

La fracción residual que se trata de acuerdo con la invención puede producirse, como ya se ha mencionado, en cualquier proceso de deshidratación de MBA, pero la invención es particularmente aplicable al producto residual obtenido en operaciones de deshidratación en fase líquida, particularmente de acuerdo con la citada descripción de la Patente USA No. 3.526.674 de Becker et al.

El proceso de esta invención es de este modo fácilmente aplicable a residuos o fracciones residuales que tienen composiciones que varían en una amplia gama. Sin embargo, y como ejemplo, una fracción residual o corriente de purga típica de un tipo fácilmente sometible a tratamiento de acuerdo con el proceso de esta invención, puede tener la siguiente composición con respecto a componentes orgánicos:

	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
	etilbenceno (EB)	0,05
	estireno (SM)	1,0
	acetofenona (ACP)	2,5
5	alcohol alfa-metilbencílico (MBA)	0,4
	resto: materiales poliméricos.	

Podrá apreciarse, naturalmente, que la fracción residual antes indicada es simplemente representativa de los materiales obtenidos en corrientes de purga o fracciones residuales de la deshidratación de MBA y que las cantidades de los componentes monoméricos pueden variar en una amplia gama en función de los parámetros particulares de las operaciones de deshidratación. Por ejemplo, la cantidad de componentes monoméricos puede ser tan pequeña como de 1% o menos y puede ascender a 20% o más. En general, sin embargo, la cantidad de componentes monoméricos oscilará normalmente entre 2 y 10% aproximadamente. En cualquier caso, el componente polimérico es en mucho la porción predominante de la fracción residual o corriente de purga sometida a tratamiento. En el caso de una corriente residual de la operación en fase líquida, existirá un pequeño contenido de catalizador, por ejemplo, alúmina, pero esto no afectará al proceso de recuperación de esta invención. El catalizador permanece simplemente sin vaporizar de forma esencial en un residuo final no volatilizado. Normalmente, el catalizador representará de 1 a 10% en peso de la corriente de purga en fase líquida.

En la primera etapa del proceso de esta invención, el material residual se somete a destilación fraccionada a temperaturas de 180 a 275°C durante 0,5-5 horas, normalmente 1-2 horas. En la segunda etapa del proceso de la invención, la porción de elevado punto de ebullición o menos volátil del material residual que permanece en la primera etapa de destilación, se destila fraccionadamente a una mayor temperatura y durante un mayor periodo de tiempo. En esta segunda etapa, se

observan temperaturas de calderin de 300 a 425°C, con preferencia 325 a 375°C, y el material se destila en la segunda etapa durante 10-40 horas, normalmente 18-21 horas.

5 Una característica de esta invención es que el proceso puede realizarse de forma discontinua o bien continuamente. Cuando el proceso se realiza discontinuamente, la destilación de la primera etapa se efectua a presiones subatmosféricas, normalmente del orden de 5 a 100 mm de Hg. Sin embargo, pueden emplearse, si se desea, una presión subatmosférica mayor o inferior. En la segunda etapa de la operación

10 discontinua, la presión es significativamente mayor que la presión de la primera etapa, por ejemplo, en al menos unos 400 mm de Hg y más adecuada y convenientemente la presión de la segunda etapa de la operación discontinua es la atmosférica aproximadamente. Si se desea, puede aplicarse, sin embargo, una presión superatmosférica. Cuando el proceso de

15 la invención se efectua discontinuamente, la primera etapa puede realizarse en una primera columna de destilación fraccionada, pudiéndose efectuar la segunda etapa en una segunda columna de destilación fraccionada utilizándose el componente de elevado punto de ebullición de la destilación de la primera etapa como alimentación a la segunda etapa de

20 destilación. Alternativamente, ambas etapas pueden realizarse en la misma columna de destilación. La destilación se efectua bajo condiciones de reflujo de manera que los materiales poliméricos no pasen al destilado. Este resultado se consigue, como será evidente para los expertos en la materia, mediante una selección y/o ajuste adecuados de la relación de reflujo. Normalmente, en la primera etapa de la operación discontinua, se utilizan relaciones de reflujo entre 2:1 y 20:1, preferiblemente entre 5:1 y 15:1, habiendo resultado ser particularmente adecuadas las relaciones de reflujo de 10:1 aproximadamente. Si se desea, pueden usarsarse mayores relaciones de reflujo. En la segunda etapa de

25 la operación discontinua, ha resultado ser conviene comenzar la desti-

30

lación con una baja relación de reflujo, por ejemplo, 2:1 y aumentar la relación de reflujo según se requiera para evitar que los materiales poliméricos pasen al destilado, hasta que llegan a ser necesarias las relaciones de reflujo indebidamente altas, por ejemplo relaciones de reflujo superiores a 50:1 aproximadamente, si bien se prefiere una relación máxima del orden de 25:1. La supresión de materiales poliméricos se controla convenientemente de forma convencional mediante observación de la temperatura de cabeza. De este modo, en la primera etapa de la operación discontinua, la destilación se continua normalmente hasta que la temperatura de cabeza, bajo la presión empleada, tiende a superar al punto de ebullición de ACP, realizándose la segunda etapa del proceso hasta que la temperatura de cabeza tiende a superar al punto de ebullición de estireno a la presión empleada, por ejemplo, 146°C a presión atmosférica, independientemente de los ajustes de la relación de reflujo. Llevando a cabo la destilación más allá de este punto se obtendrá algún valor más de monómero pero también se producirá el paso de materiales poliméricos al destilado. Por otra parte, la viscosidad del material que permanece en el calderín aumentará hasta un punto en donde se hará muy difícil su separación.

En la realización continua del proceso de la invención, se utiliza preferiblemente una sola columna de destilación fraccionada siendo introducido el material residual a destilar en el lateral de la columna, normalmente en el punto medio aproximadamente entre la cabeza y la cola de la columna. En cualquier caso, el punto de introducción se elige de manera que la alimentación se someta inicialmente a los parámetros de tiempo y temperatura anteriormente indicados para la operación de la primera etapa, sometándose los componentes de alto punto de ebullición o menos volátiles a los parámetros de temperatura y tiempo especificados anteriormente para la segunda etapa del proceso. En la realización continua, puede emplearse presión subatmosférica, atmosférica o

5 superatmosférica, pero normalmente ambas etapas de la modalidad continua del proceso de la invención pueden realizarse a una presión atmosférica aproximadamente. El control de la temperatura de la columna, es, naturalmente, obtenido fácilmente por la relación de reflujo bajo la cual opera la columna, tal y como será evidente para los expertos en la materia.

10 Las dos etapas del proceso se efectúan adecuadamente en cualquier aparato de destilación fraccionada convencional, pero el proceso de la invención no queda por ello limitado a ningún tipo específico de aparato. Normalmente, cada unidad de destilación fraccionada discontinua deberá contener al menos 3 platos teóricos y la unidad continua deberá contener al menos 6 platos teóricos aproximadamente, es decir, al menos 3 platos de rectificación y al menos 3 platos de separación, aproximadamente. El límite superior de platos teóricos viene
15 determinado solamente por factores económicos.

Por medio del proceso de esta invención es posible recuperar, de un producto residual o corriente de purga que hasta el presente prácticamente no han tenido valor alguno, hasta esencialmente la mitad o más de su contenido orgánico como productos valiosos, es decir, estireno monomérico y precursores de estireno.
20

Los siguientes ejemplos servirán para proporcionar un entendimiento más completo de la invención, pero debe apreciarse que estos ejemplos solamente se ofrecen con fines ilustrativos y no han de ser interpretados como limitativos de la invención. En los ejemplos, todas las partes se ofrecen en peso, a menos que se diga lo contrario.
25 Los ejemplos 1-4 ilustran la operación discontinua, los ejemplos A a D son ejemplos comparativos que sirven para puntualizar el significado del proceso en dos etapas de la invención, y el ejemplo 8 ilustra la operación continua.

EJEMPLO 1

Un reactor, construido de un matraz de fondo redondo de 1 litro y una columna Oldershaw de 15 platos de 25,4 mm, con provisiones para reflujo y vacio, se carga con 700 gramos de material residual producido en la deshidratación de MBA y que contiene 8% de componentes monoméricos. El reactor se calienta bajo una presión de 50 mm de Hg para destilar la carga. La destilación se continua hasta que la temperatura de cabeza supera al punto de ebullición del ACP bajo la presión subatmosférica reinante (120°C) y la relación de reflujo de 10:1 aproximadamente. Esto equiere aproximadamente una hora siendo la temperatura del matraz de 190 a 255°C aproximadamente. El residuo se destila entonces adicionalmente bajo presión atmosférica y se aumenta la relación de reflujo del sistema desde 2:1 a 50:1 aproximadamente, para forzar a los materiales poliméricos que vuelvan al matraz o para craquearlos adicionalmente. La destilación se continua durante 20 horas hasta que no se obtiene ningún destilado significativo y la temperatura del destilado se eleva por encima de 140-145°C. La temperatura en el matraz es de 315 a 360°C aproximadamente. De este modo, se recupera 54% de la carga en el destilado conteniendo este último 40% de la carga en forma de estireno y precursores de estireno.

EJEMPLO 2

Se repite el ejemplo 1 excepto que el material residual cargado en el reactor contiene 2% de componentes monoméricos, la destilación en vacio se continua durante 2 horas con una temperatura en el matraz de unos 260°C y la destilación atmosférica se continua durante 20 horas con una temperatura en el matraz de 310 a 325°C aproximadamente. En este caso, se recupera 65% de la carga en el destilado y el destilado contiene 40% de la carga como estireno y precursores de estireno.

EJEMPLO 3

En los ejemplos anteriores el residuo cargado consistia sola

mente en componentes orgánicos y estaba libre de catalizador inorgánico. El catalizador, tal como alúmina, se separa en el momento deseado por filtración o por otro medio adecuado. En este ejemplo, la carga de material residual corresponde al utilizado en el ejemplo 1 (6% de componentes monoméricos) pero también contiene 5% de catalizador de alúmina y el ejemplo demuestra que la presencia del catalizador no tiene efecto adverso alguno sobre el tratamiento del material residual. Se llevan a cabo las destilaciones de vacío y atmosférica como se ha descrito en el ejemplo 1 excepto que la destilación atmosférica se continúa durante 25 horas. La temperatura en el matraz es de unos 190 a 240°C durante la destilación en vacío y de 310 a 360°C aproximadamente durante la destilación atmosférica. En este experimento, se recupera el 65% de la carga como destilado y el destilado contiene 45% de la carga como estireno y precursores de estireno.

Los siguientes ejemplos comparativos demuestran que el tratamiento en vacío solamente, incluso si es prolongado, y el tratamiento atmosférico solamente, durante periodos de tiempo comparables, se traducen en la recuperación de una porción significativamente más pequeña del material residual como estireno o precursores de estireno, incluso cuando el material cargado ya contiene una porción relativamente alta de materiales monoméricos.

EJEMPLO COMPARATIVO A

El aparato descrito en el ejemplo 1 se carga con un material residual producido en la deshidratación de MBA y que contiene 14% de componentes monoméricos. El reactor se calienta bajo una presión de 50 mm de Hg y la relación de reflujo del sistema se mantiene en 10:1 aproximadamente para devolver de nuevo los materiales poliméricos al matraz. La destilación se continúa hasta que la temperatura del destilado supera al punto de ebullición del ACP bajo la presión subatmosférica reinante (120°C), lo cual requiere 12 horas. La reacción cesa en este

punto debido a que la temperatura del matraz o calderín es demasiado baja para promover el craqueado de la porción polimérica del residuo en cualquier grado más. La temperatura del calderín durante la destilación es de 250 a 300°C. En este experimento, se obtiene como destilado el 13% de la carga y el destilado contiene solamente 12% de la carga como estireno y precursores de estireno.

EJEMPLO COMPARATIVO B

Se repite el ejemplo 1 excepto que se omite la destilación en vacío y la carga (6% de componentes monoméricos) se destila bajo presión atmosférica durante 20 horas aumentándose la relación de reflujo desde 2:1 a 50:1 aproximadamente según se requiera para retornar los materiales poliméricos. La temperatura del matraz o calderín es de 280-320°C. De este modo, se recupera como destilado el 29% de la carga y el destilado solamente contiene 19% de la carga como estireno y precursores de estireno.

EJEMPLO COMPARATIVO C

Se repite el ejemplo 2 excepto que, como en el ejemplo B, se omite la destilación en vacío y el material residual (2% de componentes monoméricos) se destila bajo presión atmosférica durante 18 horas, siendo la temperatura en el matraz de 310 a 350°C. En este experimento se recupera como destilado el 43% de la carga y el destilado solamente contiene 25% de la carga como estireno y precursores de estireno.

EJEMPLO COMPARATIVO D

Se repite el ejemplo B excepto que la carga usada contiene 16% de componentes monoméricos. Después de la destilación atmosférica durante 20 horas, se recupera el 22% de la carga como destilado y el destilado contiene solamente 13% de la carga en forma de estireno y precursores de estireno.

EJEMPLO 4

Este ejemplo ilustra una operación continua. Un reactor,

5 construido de un matraz de fondo redondo de un litro y de una columna de destilación fraccionada Oldershaw de 30 platos de 25,4 mm, con provisión de reflujo y de una sección de alimentación por debajo del plato número 15 desde la cabeza, se alimenta continuamente con un material residual producido en la deshidratación de MBA conteniendo 8% de componentes monoméricos, a una velocidad de 60 gramos por hora. La columna se opera bajo presión atmosférica y la relación de reflujo se mantiene en 30:1. La temperatura en el plato número 10 por debajo de la alimentación es de 230°C y la temperatura de cabeza es de 140°C. Los componentes de mayor punto de ebullición de la alimentación pasan continuamente al matraz o calderín de destilación el cual se encuentra a una temperatura de 350°C. Estos componentes de alto punto de ebullición o residuales tienen un tiempo de residencia de aproximadamente 20 horas en el matraz de destilación y son extraídos continuamente del matraz a una velocidad de 28 gramos por hora. El tiempo de residencia de este material sobre los platos de la columna es de unos 45 minutos aproximadamente. La velocidad de destilación es de 32 gramos por hora y el destilado contiene 40% de la carga como estireno y precursores de estireno. En esta destilación continua, las condiciones a las cuales se somete la alimentación en la columna representan la primera etapa del proceso en dos etapas de esta invención y las condiciones a las cuales se someten las porciones más pesadas de la alimentación que pasan al matraz de destilación representan la segunda etapa del proceso.

25 Podrá apreciarse que, tanto si se realiza discontinuamente como continuamente, el proceso de esta invención hace posible la recuperación de una gran porción del contenido orgánico, de un producto residual hasta ahora desechado, en forma de productos valiosos de utilidad.

30 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.

- REIVINDICACIONES -

5 1.- Procedimiento para recuperar valores monoméricos de un residuo polimérico producido en la deshidratación de alcohol alfa-metil bencílico, caracterizado porque comprende destilar dicho residuo en una primera etapa y, a continuación, destilar, en una segunda etapa, el material residual que queda en la primera etapa, a una temperatura superior a la temperatura reinante en la primera etapa y durante un periodo de tiempo mayor.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se efectua a una temperatura de 180 a 275°C en la primera etapa y a una temperatura de 300 a 425°C en la segunda etapa.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la destilación de la primera etapa se efectua discontinuamente a una presión de 5 a 100 mm Hg y a una temperatura de calderín de 180 a 260°C.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la destilación de la segunda etapa se efectua a una presión de al menos 500 mm Hg y a una temperatura de calderín de 325 a 375°C.

20 5.- Procedimiento para recuperar valores monoméricos de un residuo polimérico producido en la deshidratación de alcohol alfa-metil bencílico, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 15 hojas escritas a máquina por una sola cara.

25

Madrid, 16 ENE. 1979

HALCON RESEARCH AND DEVELOPMENT CORP.

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMBO
P. B. Firmados J. Suarez Diaz