

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 449 442**

51 Int. Cl.:

C07D 307/08 (2006.01)

C08J 11/00 (2006.01)

C08J 11/10 (2006.01)

C08G 65/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.12.2009 E 09852141 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.01.2014 EP 2509970**

54 Título: **Despolimerización de éteres cíclicos oligoméricos**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
19.03.2014

73 Titular/es:

**INVISTA TECHNOLOGIES S.À.R.L. (100.0%)
Zweigniederlassung St. Gallen Kreuzackerstrasse
9
9000 St. Gallen, CH**

72 Inventor/es:

**OSBORNE, ROBERT B.;
PEARLMAN, PAUL S. y
SUN, YANHUI**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 449 442 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Despolimerización de éteres cíclicos oligoméricos

Referencia cruzada a solicitudes relacionadas

5 La presente solicitud se refiere a las solicitudes presentadas junto a la presente el 11 de diciembre de 2009 como Solicitud PCT Número US2009/067680 (Agente PI1990), US2009/067688 (Agente PI2000) y US2009/067702 (Agente PI2070).

Campo de la invención

10 La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado para despolimerizar una mezcla que comprende éteres cíclicos oligoméricos para preparar productos de reacción de menor peso molecular, tales como tetrahidrofurano. Más particularmente, la invención se refiere a un procedimiento para despolimerizar una mezcla que comprende éteres cíclicos oligoméricos sobre un catalizador ácido particular en las condiciones de la reacción de despolimerización para dar un producto de reacción que comprende principalmente tetrahidrofurano. Aún más particularmente, la invención se refiere a un procedimiento para despolimerizar una mezcla que comprende éteres cíclicos oligoméricos sobre un catalizador ácido particular en las condiciones de la reacción de despolimerización en presencia de una cantidad eficaz de aditivo específico para potenciar la reacción de despolimerización para dar un producto de reacción que comprende tetrahidrofurano, recuperar el tetrahidrofurano del producto de reacción y purificar el tetrahidrofurano recuperado. La invención se refiere también a un procedimiento para despolimerizar una mezcla que comprende éteres cíclicos oligoméricos sobre un catalizador ácido particular en las condiciones de la reacción de despolimerización en presencia de una cantidad eficaz de aditivo específico para potenciar la reacción de despolimerización para aumentar la tasa de despolimerización.

Antecedentes de la invención

25 Los copolímeros de tetrahidrofurano (THF) y al menos otro éter cíclico, conocidos también como copoliéter glicoles, son conocidos por su uso como segmentos blandos en poliuretanos y otros elastómeros, particularmente donde una cristalinidad reducida conferida por el éter cíclico puede mejorar ciertas propiedades dinámicas del poliuretano y otros elastómeros que contienen tal copolímero como un segmento blando. Los ejemplos de éteres cíclicos usados para este fin son óxido de etileno y óxido de propileno.

30 Los copolímeros de THF y al menos otro éter cíclico se conocen bien en la técnica. Su preparación se desvela, por ejemplo, por Heinsohn y col en la Patente de Estados Unidos N° 4.163.115 de Pruckmayr en las Patentes de Estados Unidos N° 4.120.903 y 4.139.567 y en la Patente de Estados Unidos N° 4.153.786. Tales copolímeros pueden prepararse por cualquiera de los procedimientos conocidos de polimerización de éter cíclico descritos, por ejemplo, en "Polytetrahydrofuran" por P. Dreyfuss (Gordon & Breach, N. Y. 1982). Tales procedimientos de polimerización incluyen catálisis con protones o ácidos de Lewis fuertes, por éter o poliácidos así como por ácidos perfluorosulfónicos y resinas ácidas. En algunos casos, puede ser ventajoso usar un promotor de la polimerización tal como un anhídrido de ácido carboxílico, como se desvela en la Patente de Estados Unidos N° 4.163.115. En estos casos, los productos poliméricos principales son diésteres, que es necesario hidrolizar en una etapa posterior para obtener poliéter glicoles.

40 En estos procedimientos, las mezclas del producto en bruto contendrán éteres cíclicos oligoméricos como subproducto de las unidades óxido de etileno y óxido de tetrametileno con un peso molecular de aproximadamente 188 a 500 (OCE), que son compuestos relativamente estables. Cuando la materia prima para tales procedimientos comprende THF y óxido de etileno, el rendimiento de OCE varía, por ejemplo de aproximadamente el 5 a aproximadamente el 25 % en peso, dependiendo de la relación de óxido de etileno a materia prima de THF. Si las condiciones son correctas en tales procedimientos realizados en presencia de catalizadores ácidos, ocurre algo de despolimerización, pero a unas velocidades muy lentas, a menos que se aplique un catalizador apropiado y suficiente calor. En cualquier caso, cuando progresa tal despolimerización, se forma un copoliéter de mayor peso molecular con mayor viscosidad que conduce a la formación de alquitranes. Por ejemplo, la Patente de Estados Unidos N° 4.202.964 muestra que el contenido de OCE de un producto copolimérico puede reducirse poniendo en contacto el producto con una resina de intercambio catiónico en ciertas condiciones. Una grave desventaja para tal procedimiento es que las cadenas abiertas de glicol en el producto copolimérico se desoligomerizan con un impacto significativo sobre la distribución de peso molecular del producto.

50 Un mecanismo de despolimerización se muestra, por ejemplo, en la Patente de Estados Unidos N° 6.429.321, donde una mezcla que contiene un derivado de politetrahidrofurano se despolimeriza a una mayor temperatura sobre un catalizador que comprende zeolita Beta. Otro de estos mecanismos del procedimiento se muestra en la Patente de Estados Unidos N° 3.925,484, donde se dice que el politetrametilen éter glicol (PTMEG) se despolimeriza a una temperatura elevada sobre una forma ácida reticulada de una resina de intercambio de iones. La Patente de Estados Unidos N° 4.115.408 muestra un procedimiento para despolimerizar PTMEG en el cual el efluente que lo contiene se calienta con ácido sulfúrico a alta temperatura.

La Patente de Estados Unidos N° 4.363.924 muestra el uso de una tierra blanqueante como catalizador para tal procedimiento a temperatura elevada. La Patente de Estados Unidos N° 4.806.658 muestra que el polietilenglicol puede hidrolizarse en etilenglicol y sus derivados en presencia de un catalizador de óxido metálico a altas temperaturas de 170 a 320 °C. La Patente Japonesa N° 60-109584 muestra el uso de un heteropoliácido como catalizador para despolimerizar PTMEG. El documento de Japón 62-257931 muestra el uso de sílice-alúmina no cristalina como catalizador para la despolimerización de PTMEG lineal o cíclico a temperatura elevada. La Patente de Japón N° 11-269262 se refiere a un procedimiento donde el PTMEG se despolimeriza sobre una mezcla de zirconia y sílice como catalizador.

La Patente de Japón N° 61-11593 muestra un procedimiento para despolimerizar PTMEG cíclico a temperatura elevada sobre un catalizador ácido silicotúngstico. El documento WO N° 95/02625 muestra el uso de perfluoroalcanosulfonatos metálicos, por ejemplo $(CF_3SO_3)_3Y$ como catalizador en presencia de un acelerador para un mecanismo de despolimerización. Una ventaja comercial distinguible para este procedimiento es el alto coste del catalizador. La Patente de Alemania N° DE 4410685 muestra la despolimerización de PTMEG a temperatura elevada sobre un catalizador de caolín, sílice amorfa y/o zeolita X.

Los procedimientos de pretratamiento para THF para hacer más útil una alimentación de polimerización incluyen aquellos mostrados en la Patente de Estados Unidos N° 4.189.566 donde el THF se trata con un ácido mineral fuerte, ácido organosulfónico, gel de sílice o tierra blanqueante; la Patente de Estados Unidos N° 4.803.299, donde el THF se destila de forma fraccionada; y las Patentes de Estados Unidos N° 6.403.842 y 6.987.201 la polimerización de THF con mejora de color se centra en la purificación del componente anhídrido del ácido carboxílico.

Ninguna de las publicaciones anteriores muestra despolimerización de OCE resultante de la copolimerización de THF y al menos otro éter cíclico, que son muy estables y más difíciles de despolimerizar que el PTMEG. Ninguna de las publicaciones anteriores muestra un procedimiento para despolimerizar una mezcla que comprende OCE sobre un catalizador ácido particular en condiciones de la reacción de despolimerización adecuadas, incluyendo temperatura y tiempo de contacto en presencia de un aditivo específico para potenciar la reacción de despolimerización para dar un producto de reacción que comprende tetrahidrofurano. Ninguna de las publicaciones anteriores muestra un procedimiento para despolimerizar una mezcla que comprende OCE que incluya las etapas de purificar el producto de despolimerización produciendo THF de alta calidad para PTMEG y su producción de copolímero.

Sumario de la invención

La presente invención proporciona un procedimiento sencillo y económico para despolimerizar una mezcla de OCE resultante de la copolimerización de THF y al menos otro éter cíclico. El procedimiento comprende (1) aislar una mezcla que comprende OCE resultante de la copolimerización de THF y al menos otro éter cíclico, por ejemplo un óxido de alquileo, (2) poner en contacto la mezcla de la etapa (1) con un catalizador particular, descrito más particularmente en lo sucesivo en el presente documento, en las condiciones de la reacción de despolimerización, descritas más particularmente en lo sucesivo en el presente documento, en presencia de una cantidad eficaz de un aditivo específico para potenciar la reacción de despolimerización, descrito más particularmente en lo sucesivo en el presente documento, y (3) recuperar de la etapa (2) una corriente de producto de reacción de despolimerización que comprende THF (corriente de THF). El procedimiento puede comprender adicionalmente purificar el THF de la corriente de THF (4) neutralizando la corriente de THF de la etapa (3), (5) separando la corriente de THF neutralizado de cualquier sal formada durante la etapa (4), (6) destilando la corriente de THF neutralizado separada de la etapa (5) para formar una corriente enriquecida en THF destilada, (7) opcionalmente, secando la corriente enriquecida en THF de la etapa (6) y (8) retirar cualquier etanol residual generado en el procedimiento de despolimerización de la corriente enriquecida en THF de la etapa (6) o (7) para dar como resultado un THF purificado.

La mezcla que comprende OCE resultante de la copolimerización del THF y al menos otro éter cíclico puede obtenerse de cualquier manera, tal como aislándola como una corriente de proceso de un procedimiento de reacción de polimerización, que se asegura como un producto de mala calidad a partir de tal procedimiento o similares. La corriente de producto que comprende THF (corriente de THF) o THF purificado recuperado puede reciclarse, si se desea, como materia prima a un procedimiento de reacción de polimerización de THF que conduce a una eficacia comercial potenciada para dicho procedimiento.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento sencillo y comercialmente económico para despolimerizar OCE altamente estable resultante de la copolimerización del THF y al menos otro éter cíclico con alto rendimiento para recuperar un monómero de THF de alto valor, para su uso como reciclado, si se desea.

Descripción detallada de la invención

Se desvela un procedimiento para despolimerizar mezclas de OCE resultantes de la copolimerización del THF y al menos otro éter cíclico, siendo dicho procedimiento sencillo y comercialmente económico. El presente procedimiento puede evitar la formación de alquitrán de viscosidad significativamente alta o que aumente la distribución de peso

molecular del producto y puede proporcionar un rendimiento comercialmente aceptable de un producto de reacción de despolimerización útil. Una realización del procedimiento de la presente invención comprende aislar una mezcla que comprende OCE resultante de la copolimerización de THF y al menos otro éter cíclico, por ejemplo un óxido de alquileo, poner en contacto la mezcla aislada con un catalizador particular, descrito más particularmente en lo sucesivo en el presente documento, en las condiciones de la reacción de despolimerización, descritas más particularmente en lo sucesivo en el presente documento, en presencia de una cantidad eficaz de un aditivo específico para potenciar la reacción de despolimerización, descrito más particularmente en lo sucesivo en el presente documento, y recuperar un producto de la reacción de despolimerización que comprende THF (corriente de THF). El procedimiento de polimerización que da como resultado la fuente para la materia prima de OCE aislada para el presente procedimiento puede ser cualquiera de los procedimientos conocidos para copolimerización de THF y al menos otro éter cíclico, por ejemplo un óxido de alquileo. Otra realización de la presente invención comprende purificar adicionalmente el THF de la corriente de THF neutralizando la corriente de THF, separando la corriente de THF neutralizado de cualquier sal formada durante la neutralización, destilando la corriente de THF neutralizado separada para formar una corriente enriquecida en THF destilada, opcionalmente secando la corriente enriquecida en THF para retirar cualquier agua residual y cualquier subproducto de etanol residual de la corriente enriquecida en THF para dar como resultado un THF purificado.

El término "polimerización", como se usa en el presente documento, a menos que se indique de otra manera, incluye el término "copolimerización" dentro de su significado.

El término "PTMEG", como se usa en el presente documento, a menos que se indique de otra manera, significa politetrametilenglicol. PTMEG es la designación genérica para poliéterglicol de INVISTA Terathane®.

El término "copoliéterglicol", como se usa en el presente documento en singular, a menos que se indique otra cosa, se refiere a copolímeros de tetrahidrofurano y al menos otro éter cíclico tal como óxido de 1,2-alquileo, que también se conocen como polioxibutilen polioxialquilenglicoles. Un ejemplo de un copoliéter glicol es un copolímero de tetrahidrofurano y óxido de etileno. Este copoliéter glicol se conoce también como poli(tetrametilen-co-etilenéter) glicol.

El término "THF", como se usa en el presente documento, a menos que se indique de otra manera, se refiere a tetrahidrofurano e incluye dentro de su significado tetrahidrofurano sustituido con alquilo capaz de copolimerizarse con THF, por ejemplo 2-metiltetrahidrofurano, 3-metiltetrahidrofurano y 3-etiltetrahidrofurano.

La expresión "óxido de alquileo", como se usa en el presente documento, a menos que se indique de otra manera, significa un compuesto que contiene dos, tres o cuatro átomos de carbono en su anillo de óxido de alquileo. El óxido de alquileo puede estar no sustituido o sustituido con, por ejemplo, alquilo lineal o ramificado de 1 a 6 átomos de carbono, o arilo que está no sustituido o sustituido con alquilo y/o alcoxi de 1 o 2 átomos de carbono, o átomos de halógeno tales como cloro o flúor. Los ejemplos de tales compuestos incluyen óxido de etileno; óxido de 1,2-propileno; óxido de 1,3-propileno; óxido de 1,2-butileno; óxido de 1,3-butileno; óxido de 2,3-butileno; óxido de estireno; óxido de 2,2-bis-clorometil-1,3-propileno; epiclorhidrina; perfluoroalquil oxiranos, por ejemplo (1H,1H-perfluoropentil) oxirano y combinaciones de los mismos.

Una realización de la presente invención comprende un procedimiento de despolimerización para preparar THF comercialmente útil. El procedimiento implica la despolimerización de una mezcla que comprende OCE que comprende las etapas de (1) aislar una mezcla que comprende OCE resultante de la copolimerización de THF y al menos otro éter cíclico, por ejemplo un óxido de alquileo, (2) poner en contacto la mezcla aislada de la etapa (1) en condiciones de reacción y despolimerización, incluyendo una temperatura de aproximadamente 125 °C a aproximadamente 200 °C, por ejemplo de aproximadamente 135 °C a aproximadamente 180 °C, con un catalizador seleccionado entre el grupo que consiste en catalizadores ácidos homogéneos y heterogéneos y combinaciones de los mismos, por ejemplo ácido inorgánico, por ejemplo ácido sulfúrico, soluble en la mezcla que comprende OCE en las condiciones de la reacción de despolimerización, zeolita opcionalmente activada con un tratamiento ácido, resina de intercambio de iones ácidos, un silicato laminar opcionalmente activado mediante tratamiento con ácido, dióxido de zirconio dopado con sulfato, un catalizador soportado que comprende al menos un compuesto de molibdeno y/o tungsteno que contiene oxígeno catalíticamente activo o una mezcla de tales compuestos aplicada a un soporte oxidico, un catalizador polimérico que contiene grupos ácido sulfónico, y combinaciones de los mismos, en presencia de una cantidad eficaz de un aditivo para potenciar la reacción de despolimerización seleccionado entre el grupo que consiste en alcoholes C₂-C₈, dioles C₂-C₁₀, politetrametilenglicol, ácidos carboxílicos C₂-C₁₂ y combinaciones de los mismos, para dar una corriente de producto de reacción de despolimerización que comprende THF y (3) recuperar la corriente de producto de reacción de despolimerización que comprende THF de la etapa (2) (la corriente de THF).

Otra realización de la presente invención comprende las etapas de (1) aislar una mezcla que comprende de aproximadamente el 40 a aproximadamente el 100 % en peso de OCE resultante de la copolimerización de THF y al menos un óxido de alquileo, por ejemplo óxido de etileno, (2) poner en contacto la mezcla aislada de la etapa (1) en condiciones de reacción y despolimerización que incluyen una temperatura de aproximadamente 125 °C a aproximadamente 200 °C, por ejemplo de aproximadamente 135 °C a aproximadamente 180 °C y un tiempo de contacto de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 15 horas, por ejemplo de aproximadamente 2 a

aproximadamente 15 horas, con un catalizador seleccionado entre el grupo que consiste en catalizadores ácidos homogéneos y heterogéneos y combinaciones de los mismos, por ejemplo ácido inorgánico, por ejemplo, ácido sulfúrico, soluble en la mezcla que comprende OCE en las condiciones de la reacción de despolimerización, un catalizador polimérico que contiene grupos ácido sulfónico y combinaciones de los mismos, en presencia de una cantidad eficaz de un aditivo para potenciar la reacción de despolimerización seleccionado entre el grupo que consiste en heptanol, octanol, etilenglicol, propilenglicol, butanodiol, pentanodiol, politetrametilenglicol, ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico y combinaciones de los mismos, para dar una corriente de producto de reacción de despolimerización que comprende THF, y (3) recuperar la corriente del producto de reacción de despolimerización que comprende THF de la etapa (2) (la corriente de THF).

El óxido de alquileo en la etapa (1) puede comprender, por ejemplo, óxido de etileno u óxido de propileno. Las condiciones de la reacción de despolimerización de la etapa (2) incluyen, por ejemplo, una temperatura de aproximadamente 125 °C a aproximadamente 200 °C y un tiempo de contacto de aproximadamente 2 a aproximadamente 15 horas, por ejemplo de aproximadamente 2 a aproximadamente 8 horas. El contacto de la etapa (2) puede ser en un recipiente de acero inoxidable, y la mezcla en dicho recipiente puede removerse, por ejemplo, por agitación o mezcla, por ejemplo de aproximadamente 60 a aproximadamente 400 rpm. La presión en el recipiente no es muy crítica y puede mantenerse a presión atmosférica, a la presión autógena de la etapa (2) de contacto o a presión elevada.

Otra realización de la presente invención comprende purificar adicionalmente el THF de la corriente de THF de la etapa (3) mediante (4) la neutralización de la corriente de THF, (5) separando la corriente de THF neutralizado de cualquier sal formada durante la etapa (4), (6) destilando la corriente de THF neutralizado separado de la etapa (5) para formar una corriente enriquecida en THF destilada, (7) secando opcionalmente la corriente de THF enriquecida de la etapa (6) y (8) retirando cualquier etanol residual de la corriente enriquecida en THF de la etapa (6) o (7) para dar como resultado un THF purificado.

El aislamiento de una mezcla que comprende OCE resultante de la copolimerización de THF y al menos otro éter cíclico, por ejemplo un óxido alquileo, puede conseguirse por cualquier medio adecuado. Uno de estos procedimientos implica destilación, por ejemplo "destilación de trayectoria corta" de un producto en bruto del reactor de copolimerización después de retirar en primer lugar los materiales de partida no reaccionados y otros productos de reacción monoméricos por operaciones de separación sencillas. Otro ejemplo de un procedimiento adecuado es la extracción con disolvente. Esta etapa proporciona una materia prima adecuada al presente procedimiento sin afectar al producto de copolimerización deseado, tal como un copolíérglico.

Los catalizadores para su uso en la etapa (2) del presente procedimiento incluyen ácidos inorgánicos que son solubles en la mezcla que comprende OCE en las condiciones de la reacción de despolimerización, zeolitas opcionalmente activadas por tratamiento con ácido, resinas de intercambio de iones ácidos, silicatos laminares opcionalmente activados por tratamiento ácido, dióxido de zirconio dopado con sulfato, catalizadores soportados que comprenden al menos un compuesto de molibdeno y/o tungsteno que contiene oxígeno catalíticamente activo o una mezcla de tales compuestos aplicada a un soporte oxidico, catalizadores poliméricos que contienen grupos ácido sulfónico y combinaciones de los mismos.

Entre los ácidos inorgánicos útiles como catalizador en el presente documento están el ácido sulfúrico y otros ácidos minerales fuertes. Tales catalizadores ácidos deben permanecer solubles en la mezcla que comprende OCE en las condiciones de la reacción de despolimerización.

Entre las zeolitas para su uso como catalizadores en el presente documento están las zeolitas naturales o sintéticas como una clase de hidrosilicatos de aluminio (conocidos también como aluminosilicatos cristalinos), que tienen una estructura abierta de redes tridimensionales con poros y canales definidos en el cristal. Las zeolitas adecuadas para su uso en el presente documento tienen una relación molar $\text{SiO}_2:\text{Al}_2\text{O}_3$ que varía de aproximadamente 4:1 a aproximadamente 100:1, por ejemplo de aproximadamente 6:1 a aproximadamente 90:1 o de aproximadamente 10:1 a aproximadamente 80:1. El tamaño de partícula de la zeolita puede ser menor de aproximadamente 0,5 micrómetros, por ejemplo menor de aproximadamente 0,1 micrómetros o menor de aproximadamente 0,05 micrómetros. Las zeolitas se usan en la forma de hidrógeno (ácida) y opcionalmente pueden activarse mediante un tratamiento con ácido. Las zeolitas acidificadas para su uso en el presente documento se ejemplifican mediante faujasita (descrita en el documento EP-A 492807), zeolita Y, zeolita Beta (descrita en la Patente de Estados Unidos N° 3.308.069), ZSM-5 (descrita en la Patente de Estados Unidos N° 3.702.886), MCM-22 (descrita en la Patente de Estados Unidos N° 4.954.325), MCM-36 (descrita en la Patente de Estados Unidos N° 5.250.277), MCM-49 (descrita en la Patente de Estados Unidos N° 5.236.575), MCM-56 (descrita en la Patente de Estados Unidos N° 5.362.697), PSH-3 (descrita en la Patente de Estados Unidos N° 4.439.409), SSZ-25 (descrita en la Patente de Estados Unidos N° 4.826.667) y similares.

Entre los silicatos laminares, opcionalmente activados por tratamiento con ácido, que pueden usarse en el presente documento como catalizador, se desvelan por ejemplo en la Patente de Estados Unidos N° 6.197.979. Los ejemplos de silicatos laminares adecuados para su uso en el presente documento incluyen aquellos de los grupos montmorillonita/saponita, caolín/serpentina o poligorsquita/sepiolita, por ejemplo montmorillonita, hectorita, caolín, atapulgita o sepiolita.

La preparación de dióxido de zirconio dopado con sulfato, que puede usarse como catalizador en el presente documento, se desvela, por ejemplo en la Patente de Estados Unidos N° 5.149.862.

También son útiles como catalizadores en el presente documento aquellos que comprenden al menos un compuesto de molibdeno y/o tungsteno que contiene oxígeno catalíticamente activo o una mezcla de tales compuestos aplicada a un soporte oxídico como se desvela, por ejemplo, en la Patente de Estados Unidos N° 6.197.979. Los ejemplos de tales soportes oxídicos incluyen dióxido de zirconio, dióxido de titanio, óxido de hafnio, óxido de itrio, óxido de hierro (III), óxido de aluminio, óxido de estaño (IV), dióxido de silicio, óxido de cinc o una mezcla de estos óxidos. Los catalizadores soportados pueden doparse adicionalmente, por ejemplo, con grupos sulfato o fosfato, como se desvela en la solicitud de patente Alemana DE-A 44 33606, pretratarse con un agente reductor como se describe en el documento DE 196 41481, o calcinarse, y comprenden adicionalmente un promotor que comprende al menos un elemento o compuesto de un elemento de los grupos 2, 3 (incluyendo los lantánidos), 5, 6, 7, 8 y 14 de la tabla periódica de los elementos como se desvela en el documento DE 196 49803.

Entre los catalizadores poliméricos adecuados que contienen grupos ácido sulfónico que pueden usarse en la presente invención, opcionalmente con o sin grupos ácido carboxílico, son aquellos cuyas cadenas poliméricas son copolímeros de tetrafluoroetileno o clorotrifluoroetileno y un perfluoroalquil vinil éter que contiene precursores de grupo ácido sulfónico (de nuevo con o sin grupos ácido carboxílico) como se desvela en las Patentes de Estados Unidos N° 4.163.115 y 5.118.869, y como se suministra comercialmente por E. I. du Pont de Nemours and Company con el nombre comercial Nafion[®]. Tales catalizadores poliméricos se denominan también polímeros que comprenden ácidos alfa-fluorosulfónicos. Un ejemplo de este tipo de catalizador para su uso en el presente documento es una resina de ácido perfluorosulfónico, es decir, comprende una estructura básica de perfluorocarbono y la cadena lateral está representada por la fórmula $-O-CF_2CF(CF_3)-O-CF_2CF_2SO_3H$. Los polímeros de este tipo se desvelan en la Patente de Estados Unidos N° 3.282.875 y pueden prepararse por copolimerización de tetrafluoroetileno (TFE) y el éter de vinilo perfluorado $CF_2=CF-O-CF_2CF(CF_3)-O-CF_2CF_2SO_2F$, perfluoro (3,6-dioxa-4-metil-7-octensulfonil fluoruro) (PDMOF), seguido de conversión a grupo sulfonato por hidrólisis de los grupos sulfonil fluoruro e intercambio de iones según sea necesario para convertirlos en la forma ácida deseada.

Los catalizadores que pueden emplearse de acuerdo con la presente invención pueden usarse en forma de polvos o como cuerpos conformados, por ejemplo, en forma de perlas, extruidos cilíndricos, esferas, anillos, espirales o gránulos.

El aditivo para potenciar la reacción de despolimerización para su uso en la presente invención se selecciona del grupo que consiste en alcoholes C_2-C_8 , dioles C_2-C_{10} , politetrametilenglicol, ácidos carboxílicos C_2-C_{12} y combinaciones de los mismos. Los ejemplos de los alcoholes para su uso como el aditivo incluyen heptanol, octanol o una combinación de los mismos. Los ejemplos de los dioles para su uso como el aditivo incluyen etilenglicol, propilenglicol, butanodiol, pentanodiol o una combinación de los mismos. Los ejemplos de los ácidos carboxílicos para su uso como el aditivo incluyen ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico o una combinación de los mismos. Una cantidad eficaz del aditivo en la mezcla en la etapa (2) es de aproximadamente el 2 a aproximadamente el 80 % en moles, por ejemplo de aproximadamente el 2 a aproximadamente el 70 % en moles, por ejemplo de aproximadamente el 2 a aproximadamente el 30 % en moles de la mezcla.

El procedimiento de la invención puede realizarse de forma continua o las etapas del procedimiento pueden realizarse de forma discontinua.

La etapa (2) del presente procedimiento puede realizarse en conjuntos de recipiente convencionales adecuados para procedimientos continuos en una suspensión o en modo lecho fijo, por ejemplo en reactores de bucle o reactores agitados en el caso de un procedimiento en suspensión en reactores de tubo o reactores de lecho fijo en el caso de procedimientos en lecho fijo. Un reactor de tanque de mezcla perfecta (CSTR) es útil debido a la necesidad de una buena mezcla en la presente etapa (2) del procedimiento de despolimerización, especialmente cuando el producto de la reacción de despolimerización que comprende THF se produce en un modo de una sola pasada.

En un recipiente de reacción de lecho fijo, el aparato del reactor de despolimerización puede funcionar en modo de flujo ascendente, es decir, la mezcla de reacción se transporta desde abajo hacia arriba, o en modo de flujo descendente, es decir, la mezcla de reacción se transporta a través del reactor desde la parte superior a la inferior.

La etapa (2) del procedimiento de despolimerización puede realizarse usando una sola pasada sin recirculación interna del producto de reacción de despolimerización, tal como en un CSTR.

La mezcla de alimentación puede introducirse al recipiente de despolimerización usando sistemas de suministro comunes en la práctica ingenieril actual, ya sea de forma discontinua o continua.

El THF de la corriente de producto de reacción de despolimerización de la etapa (3) o el THF purificado adicionalmente de la etapa (8) pueden recuperarse mediante sistemas de recuperación y procedimientos comunes en la práctica ingenieril actual. Tales sistemas y procedimientos incluyen, como ejemplos no limitantes, neutralización con sólidos o soluciones de hidróxido alcalino y separación de estos sólidos en un dispositivo de decantación o por destilación, destilación de una corriente de THF húmedo purificada en una columna continua o discontinua, y retirada de etanol del destilado mediante tamices moleculares apropiados. La corriente de producto de

reacción de despolimerización recuperado de la etapa (3) puede comprender, por ejemplo, de aproximadamente el 70 a aproximadamente el 99 % en peso de tetrahidrofurano.

5 La etapa (4) de neutralización puede conseguirse por medios comunes en la práctica ingenieril actual, incluyendo agitación de la corriente de producto de reacción de despolimerización recuperado, la corriente de THF, con los sólidos o soluciones de hidróxido alcalino, o haciendo pasar la corriente de producto de reacción de despolimerización recuperado, la corriente de THF, a través de una columna que contiene un material básico.

La etapa (5) de separación puede conseguirse por medios comunes en la práctica ingenieril actual, incluyendo decantación de sólidos traza a partir de la corriente de producto de reacción de despolimerización neutralizada o retirada por cabeza de la solución de THF de los sólidos.

10 La etapa (6) de destilación puede conseguirse por medios comunes en la práctica ingenieril actual incluyendo alimentación de la corriente neutralizada separada de la etapa (5) al lateral de una columna de destilación y extracción de una corriente lateral y productos de alto punto de ebullición de la base de la columna, mientras se mantiene un caudal y perfiles en la columna diseñados para optimizar la pureza y rendimiento de THF, formando de esta manera una corriente enriquecida en tetrahidrofurano destilada.

15 La etapa (7) de secado opcional para retirar agua residual, si se desea, puede conseguirse por medios comunes en la práctica ingenieril actual, incluyendo secar la corriente con tamices moleculares o hacer circular la corriente de THF húmedo a través de una columna de destilación azeotrópica seguida de una columna de presión para romper la composición del azeótropo THF/agua y dar una corriente de THF seco.

20 Le etapa (8) de retirada de etanol residual puede conseguirse por medios comunes en la práctica ingenieril actual incluyendo hacer pasar la corriente de THF seco sobre un lecho de tamiz molecular activado para la retirada de etanol.

25 Los siguientes Ejemplos demuestran la presente invención y su capacidad de uso. La invención es capaz de otras realizaciones diferentes, y sus diversos detalles pueden sufrir modificaciones en diversos aspectos evidentes, sin alejarse del espíritu y alcance de la presente invención. Por consiguiente, los ejemplos deben considerarse de naturaleza ilustrativa y no como restrictivos.

Materiales

30 La OCE se obtiene a partir de INVISTA S.à r.l., y se aísla por destilación de trayectoria corta a partir de un producto de copolimerización de THF y óxido de etileno. La resina de ácido sulfónico perfluorado NR50 Nafion[®] se obtiene de E. I. du Pont de Nemours, Wilmington, Delaware, EE.UU. El PTMEG (Terathane[®]) se obtiene de INVISTA S.à r.l. El Amberlyst[®] 15 que es una resina de intercambio de iones se obtiene de Aldrich Chemicals.

Procedimientos analíticos

Se usa un espectrómetro de RMN para determinar las composiciones de OCE y copoliéster lineal. Se usa un procedimiento de CG para analizar los destilados de cabeza, es decir, el producto de la reacción de despolimerización.

35 **Ejemplos**

Todas las partes y porcentajes están en peso a menos que se indique otra cosa.

Ejemplo 1

40 Un matraz de 250 ml equipado con un agitador, receptor para extracción de destilación y un termopar se carga con 75 partes de OCE, 7,2 partes de butanodiol como aditivo para potenciar la reacción de despolimerización y 7,52 partes de ácido sulfúrico al 98 % en peso (5 % en peso) como catalizador. La mezcla resultante se calienta a 135 °C con protección de nitrógeno mientras se agita a 350 rpm durante 2,5 horas. El análisis del producto de reacción de despolimerización resultante indicaba que se recupera un 97 % de monómero de THF del OCE de partida.

Ejemplo 2

45 Un matraz de 250 ml equipado con un agitador, receptor para extracción de destilación y un termopar se carga con 154 partes de OCE, 7,2 partes de ácido butírico como aditivo para potenciar la reacción de despolimerización y 7,523 de ácido sulfúrico al 98 % (5 % en peso) como catalizador. La mezcla se calienta a 135 °C con protección de nitrógeno mientras se agita a 350 rpm durante 8 horas. El análisis del producto de reacción de despolimerización resultante indica que se recupera un 75 % de THF del OCE de partida. El producto de despolimerización contiene aproximadamente un 23 % de dioxanos.

50

Ejemplo 3

Se repite el experimento del Ejemplo 2, excepto que se usan 155 partes de OCE, 7,91 partes de ácido butírico al 98 % (5 % en peso) como catalizador y ningún aditivo para potenciar la reacción de despolimerización, y el tiempo de reacción es de 12 horas. El análisis del producto de reacción de despolimerización resultante indica que se recupera un 90 % de THF a partir del OCE de partida. El producto de despolimerización contiene aproximadamente un 20 % de dioxanos.

Ejemplo 4

Un matraz de 500 ml equipado con un agitador, termopar y receptor para extracción de destilación se carga con 12,6 partes de Nafion® como catalizador y 237,8 partes de una mezcla de OCE aislada de un producto de copolimerización de óxido de etileno-THF mediante destilación de trayectoria corta. Esta mezcla se calienta a una temperatura promedio de 132 °C durante un periodo de 4 horas mientras se recoge el destilado de cabeza. El reactor tipo matraz se muestrea cada hora. Se observa una rápida disminución de OCE hasta el 0,8 % residual después de 4 horas (degradación del 99 % de OCE). La corriente de cabeza recuperada comprende un 96,4 % de THF y un 2,7 % de dioxanos, que representan el 40,8 % de THF y un rendimiento del 4,3 % del valor de THF y dioxanos, respectivamente, respecto a la carga de OCE original.

Ejemplo 5

Un matraz de 500 ml equipado con un agitador, termopar y receptor para extracción de destilación se carga con 13,1 partes de Nafion® como catalizador y 90,1 partes de una mezcla de OCE aislada a partir de un producto de copolimerización de óxido de etileno-THF mediante destilación de trayectoria corta. Esta mezcla se calienta a una temperatura promedio de 149,3 °C durante un periodo de 4 horas, mientras que al mismo tiempo se añaden 200,0 partes adicionales de OCE a la reacción en curso mediante un embudo de adición. El catalizador global por OCE total reaccionado es del 4,9 %, mientras se recoge el destilado de cabeza. El reactor tipo matraz se muestrea cada hora. La corriente de cabeza recuperada comprende un 87,7 % de THF, un 10,4 % de dioxano y un 1,9 % de impurezas, que representan el 56,8 % de THF y un rendimiento del 25,1 % del valor de THF y dioxanos, respectivamente, respecto a la carga de OCE original.

Ejemplo 6

Un matraz de 500 ml equipado con un agitador, termopar y receptor para extracción de destilación se carga con 13,0 partes de Amberlyst®15 como catalizador de resina de intercambio de iones, y 90,5 partes de una mezcla OCE aislada de un producto de copolimerización de óxido de etileno-THF. Esta mezcla se calienta a una temperatura media de 141,5 °C durante un periodo de 4 horas, mientras que al mismo tiempo se añaden 200,3 partes adicionales de OCE a la reacción en curso mediante un embudo de adición. El catalizador global por OCE total reaccionado es del 4,8 %. Se recoge el destilado de cabeza. El reactor tipo matraz se muestrea cada hora. La corriente de cabeza recuperada comprende un 90,9 % de THF, un 6,7 % de dioxano y un 2,4 % de impurezas, que representan el 49,6 % de THF y un rendimiento del 13,5 % del valor de THF y dioxanos, respectivamente, respecto a la carga de OCE original.

Ejemplos 7-16

Se realizan diez experimentos en el reactor tipo matraz de 250 ml usado para los Ejemplos 1 y 2, con 154 partes de OCE, 7,523 partes de catalizador de ácido sulfúrico al 98 % y diversas cantidades en % en moles del aditivo para potenciar la reacción de despolimerización. En el Ejemplo 7 no se añade aditivo, con fines de comparación. En la Tabla I se muestran los aditivos, sus cantidades, tiempos de reacción, rendimientos de recuperación de THF y viscosidades de producto.

Tabla I

Ejemplo	Compuesto Aditivo	Cantidad de Aditivo (% moles)	Tiempo de Reacción (minutos)	Rendimiento de Recuperación de THF (%)
7	Ninguno	-	2,5	52
8	Butanodiol	9,1	2,5	58
9	Butanodiol	30,0	2,5	67
10	Butanodiol	66,7	2,5	97
11	Butanodiol	100	0,83	97
12	PTMEG	25,0	2,5	62

(continuación)

Ejemplo	Compuesto Aditivo	Cantidad de Aditivo (% moles)	Tiempo de Reacción (minutos)	Rendimiento de Recuperación de THF (%)
13	PTMEG	66,7	2,5	82
14	PTMEG	100	0,78	92
15	Etilenglicol	9,1	2,5	59
16	Octanol	9,1	2,5	57

Ejemplo 17

Un matraz de fondo redondo de 500 ml y cuatro bocas, equipado con un agitador, una columna Odlershaw de cinco placas, un receptor de destilación y un termopar se carga con una mezcla de reacción que contiene 300 partes de OCE y 6,122 partes de ácido sulfúrico al 98 % (5 % en peso) como catalizador. La mezcla de reacción se calienta a 150 °C mientras se agita a 500 rpm. El THF empieza a retirarse por destilación por la cabeza y se añade una materia prima adicional que contiene 99,5 partes de OCE y 0,5 partes de catalizador de ácido sulfúrico al matraz aproximadamente a la misma velocidad que la destilación de cabeza. Esta reacción de despolimerización continua se realiza durante 294 horas. La conversión de despolimerización de OCE es mayor del 95 %, sin que sea necesaria una purga de la cola. El resto de cola no muestra formación de alquitrán sólido. La corriente de producto comprende aproximadamente un 80 % en peso de THF, un 18 % en peso de dioxanos, un 1,1 % en peso de agua y un 0,26 % en peso de H₂SO₄ y otras impurezas.

Ejemplo 18

Una porción de 811 partes de la corriente del producto del Ejemplo 17 se mezcla con 6,99 partes de solución de NaOH al 50 % (exceso del 100 %) en un recipiente separado y se agita con un agitador magnético durante 4 horas a 25 °C para su neutralización. La solución se vuelve amarilla y después naranja durante la neutralización debido a la condensación de aldol de las impurezas y alcanzó un pH de 9. El producto neutralizado después se deja reposar durante una noche para separar el producto de THF neutralizado de las sales formadas durante la neutralización. El producto de THF neutralizado separado después se decanta de las sales. El producto de THF neutralizado y decantado después se destila alimentándolo a una columna de 1,83 m (seis pies), de 25 platos, en el quinto plato, extrayendo el producto de THF como una extracción lateral en el vigésimo plato con una relación de reflujo 3/1. La fracción superior se recoge del vigésimo quinto plato por la cabeza con una relación de reflujo de 20/1. El producto de THF recogido comprende un 99,8 % de THF y un 0,008-0,015 % de etanol en una base orgánica acompañado de un pequeño porcentaje de agua. Este producto se hace pasar después a través de un recipiente que contiene un tamiz molecular 5A para retirar la mayor parte del etanol.

Ejemplo 19

Una porción de 1008 partes de la corriente del producto del Ejemplo 17 se mezcla con 5,0 partes de una solución de NaOH al 50 % y 13,4 partes de H₂O en el recipiente de reacción usado en el Ejemplo 18. Durante la agitación durante 22 horas, la solución se vuelve de color blanquecino. Cuando se detiene la agitación, la solución se decanta de los sólidos de neutralización blanquecinos. El producto de THF neutralizado decantado después se destila alimentándolo a una columna de 1,83 m (seis pies), de 25 platos, en el quinto plato, extrayendo el producto de THF como una extracción lateral en el vigésimo plato con una relación de reflujo de 4/1. La fracción superior se recoge del vigésimo quinto plato de cabeza con una relación de reflujo de 20/1. El producto de THF recogido comprende un 99,8-99,9 % de THF y un 0,007-0,08 % de etanol en una base orgánica acompañado por un pequeño porcentaje de agua. Este producto de THF puede usarse en una mezcla de reacción de polimerización con el agua residual útil como agente para controlar el peso molecular.

Cuando se indican en el presente documento límites numéricos inferiores y límites numéricos superiores, se contemplan los intervalos desde cualquier límite inferior hasta cualquier límite superior.

Aunque las realizaciones ilustrativas de la invención se han descrito con particularidad, se entenderá que otras diversas modificaciones resultarán evidentes para que puedan ser realizadas fácilmente por los expertos en la materia sin alejarse del alcance de la invención. Por consiguiente, no se pretende que el alcance de las reivindicaciones del presente documento quede limitado a los ejemplos y descripciones expuestos en el mismo.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para despolimerizar una mezcla que comprende un éter cíclico oligomérico que comprende las etapas de (1) aislar una mezcla que comprende un éter cíclico oligomérico que tiene un peso molecular de 188 a 500 resultante de la copolimerización de tetrahidrofurano y al menos otro éter cíclico, (2) poner en contacto la mezcla de la etapa (1) en condiciones de la reacción de despolimerización que incluyen una temperatura de 125 °C a 200 °C con un catalizador seleccionado entre el grupo que consiste en ácido inorgánico soluble en la mezcla que comprende éter cíclico oligomérico, en condiciones de la reacción de despolimerización, un catalizador polimérico que contiene grupos ácido sulfónico y combinaciones de los mismos, en presencia de una cantidad eficaz de un aditivo para potenciar la reacción de despolimerización seleccionado entre el grupo que consiste en alcoholes C₂-C₈, dioles C₂-C₁₀, politetrametilenglicol, ácidos carboxílicos C₂-C₁₂ y combinaciones de los mismos, para dar una corriente de producto de la reacción de despolimerización que comprende tetrahidrofurano, y (3) recuperar la corriente de producto de la reacción de despolimerización de la etapa (2).
2. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que el catalizador de la etapa (2) comprende un ácido inorgánico soluble en la mezcla que comprende el éter cíclico oligomérico en las condiciones de la reacción de despolimerización.
3. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que la mezcla de la etapa (1) comprende del 40 al 100 % en peso de éter cíclico oligomérico.
4. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que el catalizador de la etapa (2) comprende el catalizador polimérico que contiene grupos ácido sulfónico y combinaciones de los mismos.
5. El procedimiento de la reivindicación 4 en el que el catalizador de la etapa (2) comprende una resina de ácido perfluorosulfónico.
6. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que las condiciones de reacción de despolimerización de la etapa (2) incluyen una temperatura de 135 °C a 180 °C y el tiempo de contacto es de 0,5 a 15 horas.
7. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que el aditivo para potenciar la reacción de despolimerización es uno o una combinación de alcoholes C₂-C₈.
8. El procedimiento de la reivindicación 7 en el que el aditivo para potenciar la reacción de despolimerización comprende heptanol, octanol o una combinación de los mismos.
9. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que el aditivo para potenciar la reacción de despolimerización es uno o una combinación de dioles C₂-C₁₀.
10. El procedimiento de la reivindicación 9 en el que el aditivo para potenciar la reacción de despolimerización comprende etilenglicol, propilenglicol, butanodiol, pentanodiol o una combinación de los mismos.
11. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que el aditivo para potenciar la reacción de despolimerización es politetrametilenglicol.
12. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que el aditivo para potenciar la reacción de despolimerización es uno o una combinación de ácidos carboxílicos C₂-C₁₂.
13. El procedimiento de la reivindicación 12 en el que el aditivo para potenciar la reacción de despolimerización comprende ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico o una combinación de los mismos.
14. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que la corriente de producto de la reacción de despolimerización recuperada de la etapa (3) comprende del 70 al 99 % en peso de tetrahidrofurano.
15. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que el otro éter cíclico comprende óxido de alquileno.
16. El procedimiento de la reivindicación 15 en el que el óxido de alquileno comprende óxido de etileno.
17. El procedimiento de la reivindicación 1 que comprende adicionalmente las etapas de (4) neutralizar la corriente del producto de reacción de despolimerización recuperado de la etapa (3) para obtener una corriente de producto de reacción de despolimerización neutralizado, (5) separar la corriente del producto de reacción de despolimerización neutralizado de cualquier sal formada durante la etapa (4), (6) destilar la corriente neutralizada separada de la etapa (5) para formar una corriente enriquecida en tetrahidrofurano destilada, (7) secar opcionalmente la corriente enriquecida en tetrahidrofurano de la etapa (6), y (8) retirar el etanol residual de la corriente enriquecida en tetrahidrofurano de la etapa (6) o (7) para obtener como resultado tetrahidrofurano purificado.
18. El procedimiento de la reivindicación 1 que comprende las etapas de (1) aislar una mezcla que comprende del 40 al 100 % en peso de éter cíclico oligomérico que tiene un peso molecular de 188 a 500 resultante de la copolimerización de tetrahidrofurano y al menos un óxido de alquileno, (2) poner en contacto la mezcla de la etapa

- (1) en las condiciones de la reacción de despolimerización, que incluyen una temperatura de 125 °C a 200 °C, con un catalizador seleccionado entre el grupo que consiste en un ácido inorgánico soluble en la mezcla que comprende un éter cíclico oligomérico en las condiciones de la reacción de despolimerización, un catalizador polimérico que contiene grupos ácido sulfónico y combinaciones de los mismos, en presencia de una cantidad eficaz de un aditivo para potenciar la reacción de despolimerización seleccionado entre el grupo que consiste en heptanol, octanol, etilenglicol, propilenglicol, butanodiol, pentanodiol, politetrametilenglicol, ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico y combinaciones de los mismos, para dar una corriente de producto de la reacción de despolimerización que comprende tetrahidrofurano, y (3) recuperar la corriente del producto de la reacción de despolimerización de la etapa (2).
- 5
- 10 19. El procedimiento de la reivindicación 18 en el que el óxido de alquileo comprende óxido de etileno.
20. El procedimiento de la reivindicación 18 en el que el catalizador de la etapa (2) comprende un catalizador polimérico que contiene grupos ácido sulfónico.
21. El procedimiento de la reivindicación 20 en el que el catalizador de la etapa (2) comprende una resina de ácido perfluorosulfónico.
- 15 22. El procedimiento de la reivindicación 18 en el que las condiciones de la reacción de despolimerización de la etapa (2) incluyen una temperatura de 135 °C a 180 °C y un tiempo de contacto de 0,5 a 15 horas.
23. El procedimiento de la reivindicación 18 en el que el producto de la reacción de despolimerización recuperado de la etapa (3) comprende del 70 al 99 % en peso de tetrahidrofurano.
- 20 24. El procedimiento de la reivindicación 18 que comprende adicionalmente las etapas de (4) neutralizar la corriente de producto de la reacción de despolimerización recuperado de la etapa (3) para obtener una corriente de producto de reacción de despolimerización neutralizado, (5) separar la corriente de producto de reacción de despolimerización neutralizado de cualquier sal formada durante la etapa (4), (6) destilar la corriente neutralizada separada de la etapa (5) para formar una corriente enriquecida en tetrahidrofurano destilada, (7) opcionalmente, secar la corriente enriquecida en tetrahidrofurano de la etapa (6), y (8) retirar el etanol residual de la corriente enriquecida en tetrahidrofurano de la etapa (6) o (7) para dar como resultado tetrahidrofurano purificado.
- 25