

AM/

157932. Caso 1.



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

a favor de

Société Anonyme d'Innovations Chimiques dite: SINNOVA ou SADIC
domiciliada en MEAUX-BEAUVAL (Seine-et-Marne, Francia)

por:

"Procedimiento para la fabricación de alcohol de peso
molecular elevado".

==:==:==:==:==:==

M e m ó r i a D e s c r i p t i v a .

La preparación de alcoholes de peso molecular
elevado por reducción de un éter-sal por el sodio en un medio
alcohólico, es conocida desde tiempo (reacción de Bouveault
y Blanc) pero no se ha ejecutado nunca de un modo industrial
5 debido especialmente al precio de coste demasiado elevado
del alcohol producido, y al peligro que presenta el empleo
del sodio si no se toman precauciones muy especiales.

Se han propuesto varias medes operatorias para
hacer económicamente utilizable este procedimiento, pero en
10 realidad ninguno de ellos ha dado resultados apreciables.



Según uno de estos procedimientos, la reducción per el sodio se hace en depósito cerrado, con presión de hidrógeno, con o sin adición de un gas inerte; se pensaba así evitar las pérdidas de hidrógeno por desprendimiento, pero en realidad no parece que de este modo se haya obtenido una mejora real.

Según otro modo de ejecución, se utiliza como disolvente un hidrocarburo adicionado de un exceso, e por lo menos de la cantidad teórica, de alcohol de bajo peso molecular que al ponerse en contacto con el sodio, sirve para producir hidrógeno. Las pérdidas de disolvente son entonces muy elevadas, y a causa de la viscosidad de la mezcla de reacción, es preciso aumentar la dilución, lo cual va, como es evidente, en contra del fin deseado.

Según un tercer modo de ejecución, se combina el procedimiento precedente con el empleo de sodio finamente dividido; se aumenta así el rendimiento de la operación, pero quedan todavía los inconvenientes anteriormente mencionados del empleo de hidrocarburos como disolventes; además, aumenta notablemente el peligro de inflamación.

La presente invención tiene por objeto un procedimiento que permite evitar los indicados inconvenientes y obtener, de un modo muy sencillo, con un aparato poco importante y con excelente rendimiento, alcoholes de peso molecular elevado, especialmente alcoholes palmíticos, esteáricos y otros.

Para ello, de acuerdo con la presente invención, se procede primero a un secado previo y riguroso de los cuerpos que han de reaccionar, de modo que se obtenga un grado de humedad inferior a 0,001 % y hasta, preferiblemente, inferior a 0,0001 %; si se emplea para la reducción alcohol amílico del comercio, que contiene cerca de 0,5 % de humedad, es casi nulo el rendimiento de la reacción; y con un alcohol que contenga solo 0,05 %, la baja del ren-



dimiento es todavía muy sensible.

Por otra parte, se utilizan éteres-sales que tienen un índice de acidez inferior a 20, y hasta, preferiblemente, inferior a 10; se evita así la formación de jabones alcalinos y una saponificación parcial durante la reducción, lo cual disminuye notablemente el rendimiento.

Además, se utiliza una masa de líquido de reacción tal, y en condiciones tales, que el hidrógeno atómico formado se transforme enteramente en hidrógeno molecular antes de alcanzar la superficie de la mezcla de reacción.

Esta masa de líquido de reacción se somete a un removiido sumamente enérgico, de modo que el hidrógeno producido se reparta en toda la masa y pueda entrar inmediatamente en reacción; y se calienta preferiblemente a una temperatura superior a la de fusión del sodio, con lo cual se activa la reacción por el hecho de que el sodio líquido se reparte en toda la masa, y su temperatura se mantiene preferiblemente por debajo de la de ebullición, lo cual permite seguir la reacción con el termómetro, y evitar que se verifique demasiado rápidamente.

Por último, se emplean preferiblemente soluciones de éteres-sales mucho más concentradas que las que se empleaban hasta ahora, y que contienen como mínimo 20 partes de éteres-sales por 100 partes de alcohol, con lo cual se activa la reacción, se obtiene un ahorro de vapor, tanto para el calentamiento previo de la mezcla de reacción como para la separación ulterior del disolvente por destilación, y es posible recuperar la lejía de sosa en forma concentrada y utilizarla o venderla tal cual.

Se escoge con preferencia como disolvente un alcohol poco soluble en el agua y en la sosa, con objeto de disminuir las pérdidas, por ejemplo el alcohol amílico de fermentación.

En el plano adjunto se representa, como ejemplo, un aparato para la ejecución del procedimiento objeto



de la invención.

5 El recipiente -1-, de forma sensiblemente esférica, y cuyo radio tiene como mínimo de 0,60 m. a 0,70 m., comprende una doble envolvente -2- que permite el calentamiento por una admisión de vapor -3- con salida por -4-, y el enfriamiento por una admisión de agua fría en -5- con salida por -6-. Está provisto de una abertura cerrada por una tapa móvil -7-, una hélice -8- accionada por un motor -9- y situada sensiblemente a la tercera parte de la altura del recipiente, y un refrigerante de reflujo con una cuba -10- abierta al aire libre, y que comprende una doble pared -11- y una circulación de agua fría que entra por -12- y sale por -13-. El recipiente -1- comprende además un orificio de evacuación -14-, provisto de una llave o registro y termómetros.

15 Se introduce en este aparato la mezcla de éter-sal (preferiblemente un glicérido) y alcohol de bajo peso molecular, previamente desecado de una manera perfecta; se calienta la mezcla por circulación de vapor hasta que alcance unos 100°; se pone entonces en marcha el agitador de hélice, que gira con una velocidad de 1500 vueltas por minuto, para comunicar a la mezcla de reacción un movimiento de 20 terbelline con acción dirigida hacia abajo; se abre la tapa -7- y se introduce un pan de sodio; el sodio funde casi instantáneamente y se divide en una infinidad de gotitas sumamente 25 finas que se reparten inmediatamente en toda la parte inferior del recipiente; cada una de estas gotitas forma una o varias burbujas de hidrógeno atómico, las cuales, perfectamente repartidas en la mezcla de reacción y contrariadas en su ascensión por la acción retardadora de la hélice del 30 agitador, reaccionan completamente antes de llegar a la superficie. Siendo exotérmica la reacción, se interrumpe el circuito de vapor en cuanto empieza la reacción, y se sustituye por una circulación de agua fría por -5- y -6-; se introducen nuevas cantidades de sodio por el orificio -7-



proporcionalmente a la velocidad de enfriamiento del recipiente, de modo que vaya subiendo poco a poco la temperatura de la mezcla de reacción, sin que alcance sin embargo la ebullición, y así sucesivamente hasta que se haya introducido toda la cantidad de sodio necesaria para la reacción. De este modo, el líquido queda siempre muy fluido, con lo cual se favorece la reacción, y se puede constantemente vigilarla leyendo el termómetro, y evitar que se efectúe con demasiada rapidez.

Se eleva después la temperatura hasta la ebullición y se mantiene en este punto durante unos veinte minutos, para tener la seguridad de que la reacción está completamente terminada. Se trasiega entonces el producto, utilizando para este objeto el orificio de evacuación -14-, y en el nuevo recipiente donde se halla el producto, se introduce agua, agitando, lo cual tiene por efecto transformar los alcoholatos de sodio en alcohol y sosa; se separa por decantación la sosa concentrada y se procede a nuevos lavados sistemáticos empleando lejías diluidas procedentes de operaciones anteriores; se mezclan después estas lejías de concentraciones distintas, con la sosa concentrada obtenida al principio, de manera que se obtenga una solución de 36° Bé. de graduación; los últimos lavados se efectúan con agua y las lejías diluidas obtenidas se separan para operaciones ulteriores.

Cuando toda la sosa ha sido eliminada por estos lavados sistemáticos, se separan por destilación los alcohóles de peso molecular elevado y el alcohol de bajo peso molecular que ha servido como disolvente y que se utiliza en operaciones siguientes. El rendimiento obtenido es de 80 a 90 % según el aceite tratado, y especialmente según su grado de acidez.

A continuación se darán a título puramente indicativo, y de ningún modo limitativo, dos ejemplos de ejecución especial de la invención.



EJEMPLO 1a.

Se disuelven 525 partes de aceite de coco en 2000 partes de alcohol amílico húmedo procedente de la recuperación de una operación anterior; se deseca con mucha cuidado, y se reduce por introducciones fraccionadas de 200 partes de sodio a temperatura de 110°, cuya temperatura se deja gradualmente subir hasta 150°. Durante toda la reducción, que dura cerca de dos horas, se agita energicamente la mezcla. Se enfría después a unos 110° y se introduce agua, agitando para descomponer los alcoholates; se trasiega, se procede a lavados sistemáticos seguidos de decantación y finalmente se separa por destilación.

EJEMPLO 2a.

Se procede de un modo análogo partiendo de 200 partes de aceite de spermaceti, con índice de yodo de 60-70, disuelto en 800 partes de alcohol amílico que se reduce con 41 partes de sodio.

N O T A

Se reivindica como objeto de esta patente:

1) Procedimiento para la fabricación de alcohol de peso molecular elevado, por reducción de un éter-sal por el sodio en un medio alcohólico, caracterizado porque los cuerpos que han de reaccionar se desecan hasta un grado de humedad inferior a 0,001 %, y hasta, preferiblemente, inferior a 0,0001 %.

2) Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los éteres-sales empleados tienen un índice de acidez inferior a 20, y hasta, preferiblemente, inferior a 10.

3) Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se trata una cantidad de mezcla de reacción relativamente importante, del orden de 1000 litros como mínimo en un recipiente sensiblemente esférico, llenado aproximadamente hasta las 2/3 partes.



4) Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porqué la mezcla se somete durante la reacción, a un removido enérgico por medio de una hélice que gira con una velocidad de 1500 vueltas per minuto, estableciendo en su zona de acción directa una corriente de arriba hacia abajo.

5) Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porqué la solución de éter-sal en el alcohol, se emplea muy concentrada, de modo que contenga como mínimo 20 partes de éteres-sales por 100 partes de alcohol.

6) Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porqué se opera a una temperatura comprendida entre la temperatura de fusión del sodio y la de ebullición de la mezcla de reacción.

7) Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porqué el sodio se introduce en la mezcla progresivamente, proporcionando la cantidad introducida con la velocidad de enfriamiento de la mezcla, para evitar que la reacción se verifique demasiado rapidamente.

8) Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizada porque se opera con un aparato refrigerante de reflujo, de forma sensiblemente esférica, que tiene como mínimo de 0,60 á 0,70 de radio, es susceptible de ser calentado antes de la introducción del sodio, y tiene a la tercera parte de su altura aproximadamente, una hélice horizontal que puede girar a 1500 vueltas per minuto aproximadamente, con acción de arriba hacia abajo.

9) Procedimiento para la fabricación de alcohol de peso molecular elevado.

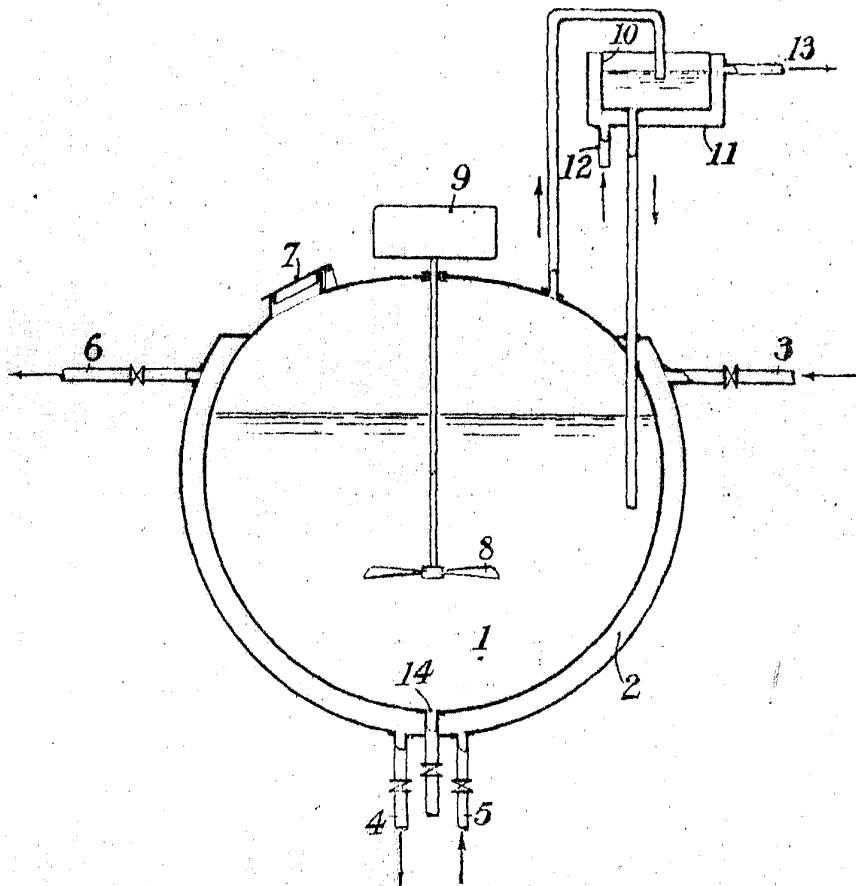
Esta memoria consta de siete páginas, escritas per una sola cara.

Barcelona 1 de Julio 1942.

P. A.

Sté. Ame. d'Innovations Chimiques dite: SINNOVA ou SADIC 1 hoja.

157932



P. R.
[Handwritten signature]