

PATENTE DE INVENCION

Caso 149.

175783

175783



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Un procedimiento de purificación de los alcoholes".

=====

Solicitantes: LES USINES DE MELLE, residentes en  
Saint-Léger-les-Melle, Deux-Sèvres, Francia.

=====

- Quando se desea obtener ciertos ésteres del alcohol butílico, tales como por ejemplo ,el cloruro o los ésteres de ácidos pesados, se precisa utilizar un alcohol que tenga características bien determinadas: se exige especialmente que no dé coloración sensible con el ácido sulfúrico en condiciones definidas. Uno de los ensayos de comprobación ("test") que se utiliza corrientemente, consiste en mezclar 5 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico puro con 20 cm<sup>3</sup> de butanol refrigerado en hielo, en dejar después reposar el conjunto durante 24 horas a la temperatura corriente. La coloración no debe exceder de la de una solución obtenida diluyendo 0,2 cm<sup>3</sup> de una lejía diez veces normal de yodo en 30 cm<sup>3</sup> de agua destilada.
- 5.
- 10.
15. El butanol de síntesis obtenido

175783

- 2 -



- industrialmente por hidrogenación en fase de vapor del crotonaldehído dá una coloración marrón oscura, después de algunos minutos de contacto, cuando está sometida al "test" antedicho. Una rectificación muy intensa mejora un poco
20. el producto, pero aun con una eliminación de más de 50% en forma de fracción de cabeza, la coloración, por mezcla al ácido sulfúrico permanece todavía muy intensa.
- La presente invención tiene por objeto un procedimiento de purificación muy sencillo que
25. permite obtener alcohol butílico muy resistente al ácido sulfúrico en las condiciones del "test" antedicho. El procedimiento consiste en someter el butanol a un tratamiento en fase líquida por hidrógeno de preferencia hidrógeno puro, completamente exento de óxido de carbono en presencia de un catalizador de base de níquel.
30. Se opera a una temperatura comprendida entre unos 30 y 100° C., de preferencia entre 50 y 70°. El tratamiento puede efectuarse a la presión ordinaria o a una presión de hidrógeno, siendo por lo demás todo
35. igual, se obtiene un resultado tanto mejor y tanto más rápido cuanto mas elevada es la presión durante la acción del catalizador, de modo que es conveniente trabajar a presiones comprendidas entre la presión ordinaria y 50 kg. y de preferencia a unos 15 a 20 kg.
40. Se puede, especialmente, poner el catalizador en suspensión en alcohol butílico y se le mantiene en él mediante una agitación violenta durante toda la operación; terminada ésta será suficiente dejar decantar la mezcla para separar el catalizador.
45. También se puede operar de modo diferente para asegurar una gran superficie de contacto entre el alcohol y el catalizador, por ejemplo, hacer pasar alcohol en contacto con el catalizador repartido

175783

- 3 -



50. por una gran superficie (en una torre de lluvia o aparato análogo).

La duración de la reacción varía según los casos de especies consideradas. Así, pues, se prosigue el tratamiento en las condiciones elegidas, hasta el momento (determinado por una serie de ensayos previos) en que la coloración se hace prácticamente negligible.

55. En la mayor parte de los casos, después del tratamiento del orden de una a cuatro horas, el butanol no da más que una coloración reducida al ácido sulfúrico, inferior a la del "test" del yodo. Una ligera rectificación, con eliminación de 5% de cabezas, permite obtener un producto que no se colora del todo con ácido sulfúrico.

60. Como catalizador puede utilizarse ya sea níquel de Raney o níquel depositado en un soporte tal como tierra de infusorios, gel de sílice, etc.... El catalizador puede servir para un gran número de operaciones. Entra dentro del área del invento emplear otros catalizadores a base de níquel activados por un promotor, tal como el manganeso, el cobalto, el molibdeno, el cromo, el cobre, etc... Además, el tratamiento objeto de la presente invención, se aplica no solamente al alcohol butílico, sino a otros alcoholes alifáticos inferiores, tales como el alcohol propílico.

70. Los ejemplos que siguen, no limitativos, permitirán comprender perfectamente el modo de ejecutar el invento.

75.

#### EJEMPLO 1.

Se emplea un catalizador de Raney preparado partiendo de 150 g. de aleación NiAl a 49% de níquel, que se trata con sosa para disolver el aluminio.

80. Después de lavado con agua para eliminar por completo

115183



- la alumina y la sosa, se lava con butanol. Se carga el catalizador en una cuba con agitación, donde se introducen 50 litros de butanol; se calienta a 60° durante 3 horas a una atmósfera de hidrógeno puro exento de óxido de carbono. El butanol separado del catalizador por decantación, no da mas que una coloración reducida con ácido sulfúrico, inferior a la del tratamiento con yodo. Por rectificación en una sencilla columna Vigreux con eliminación de 5% de cabezas el producto no da coloración perceptible. Por otra parte, el catalizador está dispuesto para ser empleado en una nueva operación.
- 85.
- 90.

EJEMPLO 2.

- Se opera como en el Ejemplo 1 con las mismas proporciones de catalizador y de alcohol butílico, pero a una presión de 15 kg. durante 2 horas a 60°. El producto obtenido antes de rectificación da una coloración todavía inferior a la del ejemplo precedente.
- 95.

EJEMPLO 3.

- Se utilizará un catalizador constituido por níquel reducido <sup>depositado</sup> sobre tierra de infusorios, siendo el peso del níquel sensiblemente igual al de la tierra de infusorios: A una solución de nitrato de níquel, que tiene en suspensión la cantidad necesaria de tierra de infusorios, se añade sosa para precipitar hidrato de níquel, se lava, se filtra, se seca y se la da forma de pastillas. Las pastillas se cargan después en un horno para someterlas en él a un tratamiento reductor a 400°, en una atmósfera de hidrógeno. Después de refrigeración el catalizador se pone en suspensión en el butanol. Empleándose éste en las mismas proporciones y del mismo modo que en los ejemplos precedentes se llegan a obtener resultados que pueden muy bien
- 100.
- 105.
- 110.



115. compararse con los resultados obtenidos con el níquel de Raney.

Aun cuando estos ejemplos solo describen un procedimiento intermitente, se comprenderá que un procedimiento continuo de purificación entra perfectamente dentro del alcance del invento.

120.

EJEMPLO 4.

Se emplea un catalizador constituido por un gel de sílice en granos de 1 a 2 mm de diámetro, que contienen 12% de níquel. Se le prepara mezclando gel de sílice en una solución concentrada de nitrato de níquel y calcinándole a 800°. El catalizador se carga después con precaución en un horno tubular metálico vertical que puede resistir la presión y se le calienta a 400° en una atmósfera reductora.

125.

Cuando la reducción ha terminado, se deja refrigerar, después se echa butanol en forma de lluvia en la parte superior del tubo y se envia hidrógeno a 20 Kg. de presión, renovándose la atmósfera de hidrógeno mediante circulación del gas. Se mantiene la temperatura a 65° y se alimenta en continuo, a razón de 15 litros por hora de alcohol butílico para un volumen de 15 litros de catalizador.

130.

Se obtienen resultados parecidos a los de los ejemplos precedentes.

N O T A

140.

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 altere su principio fundamental. También se hace constar que dicho invento corresponde a una patente presentada en Francia con fecha 21 de noviembre de 1946, nº 506.118, acogiéndose por lo tanto a los beneficios

145.



- que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención, por
150. 20 años en España: "Un procedimiento de purificación de los alcoholes"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1.<sup>o</sup>. = Un procedimiento de purificación de los alcoholes, comprendiendo la purificación de alcoholes alifáticos inferiores, en particular el alcohol
155. butílico, caracterizándose porque se someten dichos alcoholes a un tratamiento en fase líquida con hidrógeno puro, exento de óxido de carbono, en presencia de un catalizador a base de níquel.
- 2.<sup>o</sup>. = Un procedimiento según reivindicación 1.<sup>o</sup>, caracterizado por el hecho de que el catalizador es un catalizador Raney.
- 3.<sup>o</sup>. = Un procedimiento según reivindicación 1.<sup>o</sup>, caracterizado porque como catalizador, se utiliza níquel reducido depositado sobre un soporte.
165. 4.<sup>o</sup>. = Un procedimiento según reivindicación 1.<sup>o</sup>, caracterizado porque como catalizador se emplea un catalizador de níquel activado por un promotor.
- 5.<sup>o</sup>. = Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose por el hecho de que se opera a temperaturas de unos
170. 30<sup>o</sup> a 100<sup>o</sup>.
- 6.<sup>o</sup>. = Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose por el hecho de que se trabaja a presiones que oscilan de la presión atmosférica a unos 50 Kgs. por cm<sup>2</sup>.
175. 7.<sup>o</sup>. = Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose por el hecho de que se pone el catalizador en suspensión en el alcohol y se le mantiene en él durante
- 180.

- 7 - 175185



toda la operación.

185. 8º.= Un procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que se hace pasar alcohol en contacto con el catalizador repartido por una gran superficie, por ejemplo en una torre de lluvia o aparato análogo.

190. 9º.= Un procedimiento de purificación de los alcoholes y en particular del alcohol butílico, según queda especificado en las reivindicaciones 1ª a 8ª y eventualmente mediante rectificación.

195. 10º.= Un procedimiento de purificación de los alcoholes; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de siete hojas escritas por una sola cara.

Madrid 19 Noviembre de 1946.

LES USINES DE MELLE.

Por Poder de d.