

mc/

178609



14 JUN

178609

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

a favor de

PRIMMA, S.A. - de nacionalidad española - domiciliada en
B a r c e l o n a

por:

" Procedimiento de oxidación catalítica del tolueno para la
obtención de benzaldehído o de ácido benzoico "

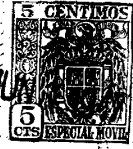
====:oOo:====

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

El objeto de esta patente es un procedimiento químico que permite obtener benzaldehído o ácido benzoico por oxidación del tolueno, en el cual puede regularse la oxidación del tolueno de manera que se obtenga a voluntad ya sea el benzalde-

178609

14 JUN



hido o ya el ácido benzoico.

La oxidación del tolueno para obtener benzaldehido o ácido benzoico es ya conocida en sí y existen diferentes métodos para conseguir esta oxidación que son actualmente del dominio público puesto que se exponen en todas las obras, aún elementales, de química orgánica e industrial. Así pues, los métodos que se fundan en la acción del cloro sobre el tolueno, con formación intermedia del cloruro de bencilideno, al igual que los basados en el empleo de peróxidos y de sales de perácidos, la mezcla crómica, la manganesa en medio sulfúrico, el ácido nítrico diluido y los hipocloritos, constituyen técnicas de oxidación sobradamente conocidas y generalizadas, conforme es sabido.

Se conocen también otros procedimientos en los cuales la oxidación del tolueno se efectúa por medio de una corriente de aire, recurriendo al empleo de catalizadores tales como los ácidos vanádico, molíbdico y compuestos de uranilo; pero estos procedimientos no permiten regular la intensidad de los procesos de oxidación de modo adecuado a conseguir que dichos procesos afecten más o menos a fondo a la molécula del tolueno, dando lugar, ya a la obtención casi exclusiva del benzaldehido, o bien a la del ácido benzóico, puesto que conducen indefectiblemente a la formación de este último.

El procedimiento objeto de la presente invención permite en cambio regular el proceso de oxidación del tolueno de manera que se obtenga a voluntad ya sea benzaldehido o ya ácido benzoico. Este procedimiento opera también en corriente de aire y presenta la característica esencial de emplear el aire ozonizado como agente oxidante y los heteropoliácidos o sus sales, como catalizadores para conseguir la oxidación.

En este procedimiento se utiliza la acción catalítica

178609

14 JUN

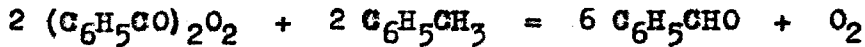


de heteropoliácidos tales como los ácidos fosfomolibdico, fos-
 gotúngstico, silicomolibdico, silicotúngstico, borotúngstico,
 arsenotúngstico y sus sales, sobre soportes de piedra pómez, as-
 besto o amianto, los cuales actúan exclusivamente en corriente
 de aire que contenga como mínimo un diez por ciento de ozono
 en el proceso de oxidación catalítica en cuestión, que ocurre
 con formación intermedia del peróxido de benzofio:

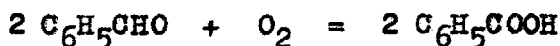


Conforme se deducirá del examen de la formulación de
 este proceso, al aire ozonizado equivale a la mezcla de oxige-
 no (O₂) y de ozono (O₃), base del mismo.

Conduciendo la reacción operando en presencia de un
 exceso de tolueno se forma el benzaldehído, según el proceso
 siguiente:



Cuyo benzaldehído, por ulterior oxidación en el mis-
 mo aparato, con tal de emplear entonces un mayor caudal de aire
 ozonizado, respecto a la cantidad inicial de tolueno a oxidar
 catalíticamente, se transforma en ácido benzóico:



Esta reacción puede también practicarse por separado
 si se desea, sirviendo al efecto el mismo aparato, pero sin ne-
 cesidad de operar con aire ozonizado de concentración elevada,
 ya que basta contenga de un dos a un tres por ciento de ozono.

Para la ejecución industrial del procedimiento se
 hace circular una corriente de aire a través de un ozonizador
 electrostático y seguidamente se hace pasar el aire ozonizado
 resultante por un contador giratorio, indicador automático de
 caudal.

Aparte y procedente de una caldera calentada elec-
 tricamente o con vapor o gases calientes, se obtiene un fuerte



chorro de vapor de tolueno, graduable mediante la correspondiente válvula de paso regulable.

5 Tanto la corriente de aire ozonizado como la de vapor de tolueno se hacen converger en un dispositivo similar al de un soplete oxiacetilénico, que constituye el mezclador, sin riesgo alguno, por lo tanto, de incendio o de explosión. En él se efectúa la mezcla gaseosa en las proporciones adecuadas a la obtención del benzaldehído o a la del ácido benzóico, mediante las llaves de paso regulables correspondientes.

10 La mezcla gaseosa resultante se dirige a una caldera o reactor de catálisis, dispuesta interiormente en varias cámaras tubulares calentadas con vapor de escape, o con líquidos o gases calientes o eléctricamente. En dichas cámaras tubulares se halla el catalizador, depositado por finísima precipitación compacta sobre el soporte correspondiente, de modo que el conjunto es similar al de una caldera tubular generadora de vapor, cuyos tubos se hallan llenos del catalizador con su soporte. El haz de tubos de la caldera converge en una cámara de escape con tubo de descarga, para salida del benzaldehído o del ácido benzóico formados.

Los siguientes ejemplos aclararán lo expuesto:

25 EJEMPLO Nº 1.- El catalizador se halla constituido por ácido fosfomolibdico depositado sobre un soporte de piedra pómez. Sobre el mismo se dirige una mezcla gaseosa constituida por aire que contiene un diez por ciento de ozono y un cuarenta por ciento de tolueno, manteniendo dicha mezcla y el catalizador a la temperatura de cien grados. Se obtiene como producto de la reacción una mezcla gaseosa que contiene un treinta y dos por ciento de benzaldehído, de la que se separa éste fácilmente por condensación mediante un refrigerante.

30 EJEMPLO Nº 2.- Se emplea como catalizador el ácido si-

14 JUN



licotúngstico sobre un soporte de asbesto, operando a la misma temperatura del ejemplo anterior; pero hallándose constituida en cambio la mezcla gaseosa por un doce por ciento de ozono y un veintiseis por ciento de tolueno. Resulta así una mezcla gaseosa que contiene en forma de fina suspensión el ácido benzóico obtenido, en la proporción de un veinte por ciento. La recuperación del ácido benzóico se efectúa en cámaras de precipitación o incluso mediante filtros o recuperadores de polvo.

EJEMPLO Nº. 3.- Como cualquiera de los dos precedentes; pero empleando como catalizador mezclas variables de heteropoliácidos.

EJEMPLO Nº 4.- Como cualquiera de los dos precedentes; pero empleando como catalizador el fosfomolibdato sódico o el silicotungstato potásico.

-----: N O T A :-----

Se reivindica como objeto de esta patente:

1.- Procedimiento de oxidación catalítica del tolueno para la obtención de benzaldehido o de ácido benzoico, caracterizado porque el proceso de oxidación se efectúa empleando como catalizadores los heteropoliácidos o sus sales y como oxidante el aire ozonizado a temperaturas no superiores a los 300º C.

2.- Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por mezclar una corriente de vapor de tolueno y una corriente de aire ozonizado y dirigir esta mezcla a una caldera o reactor de catálisis en el interior de la cual se halla el catalizador depositado por precipitación sobre una materia porosa tal como piedra pómez, amianto u otra.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones ante-

14 JUN



178609

riores caracterizado porque se puede graduar la marcha de la oxidación, regulando las proporciones de tolueno y de aire ozonizado y la temperatura, para obtener a voluntad el benzaldehído o el ácido benzoico.

5 4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores caracterizado por emplear como catalizador una mezcla de diferentes heteropoliácidos o sus sales.

5.- Procedimiento de oxidación catalítica del tolueno para la obtención de benzaldehído o de ácido benzoico.

10

Esta memoria consta de seis páginas, escritas por una sola cara.

BARCELONA, 14 JUN. 1947.

P. A.