

21



PATENTE DE INVENCION

Cas. 167.

197524

197524

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento y aparatos para la hidrolisis de acetato metílico, recuperando ácido acético y metanol".

=====

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

=====

El problema de la separación de los constituyentes de una mezcla de éster ácido y alcohol que puede producirse de ella y de agua es un problema que se presenta con frecuencia en la industria. Un problema de capital importancia es el de la separación, en sus constituyentes, de una mezcla de acetato metílico, metanol, ácido acético y agua, puesto que tales mezclas pueden obtenerse durante la hidrolisis de acetato metílico que es un subproducto de la fabricación del alcohol polivinílico.

10. La Sociedad solicitante ha descubierto en efecto



15. que, para la recuperación del ácido acético y del metanol combinados transitoriamente en forma de acetato metílico, se puede someter el acetato metílico a una simple hidrólisis en presencia de un catalizador con la condición de efectuar dicha hidrólisis a presión en lugar de saponificar el acetato metílico por la sosa y hacer intervenir un ácido fuerte tal como el ácido sulfúrico en cantidad calculada para el desplazamiento del ácido acético.

20. La invención comprende, en primer lugar, el procedimiento que consiste en someter el acetato metílico diluido por el agua y al que se ha añadido una reducida proporción (de un 1%) de un catalizador tal como el ácido sulfúrico a una presión superior a la presión atmosférica y a una temperatura elevada, pero inferior a la temperatura de ebullición bajo la presión considerada; así, por

25. ejemplo, se puede trabajar a unos 100° a una presión relativa de 3 kg. por cm^2 o a unos 115° a una presión relativa de 6 kg. por cm^2 .

30. Dicho procedimiento puede, especialmente, ejecutarse de modo continuo; entonces se hace pasar el acetato metílico al que se ha añadido agua y catalizador a través de un recinto donde reina la temperatura y la presión indicadas, eligiéndose la proporción de agua con relación al éster, de preferencia, de modo que la

35. proporción del éster sea de un 50%; en la práctica se utilizará de 0,3 a 2 partes de agua por una parte de éster, siendo las proporciones más favorables de 1 a 1,2 parte de agua. El tiempo que habrá de permanecer en dicho recinto es de unos 10 a 45 minutos.

40. Para la recuperación del ácido acético y del



- metanol separadamente a partir del producto bruto de hidrolisis parcial o, más generalmente, a partir de mezclas de acetato metílico, de ácido acético, de metanol y de agua, la invención comprende además un procedimiento de separación que se ejecuta del modo siguiente: se efectúa (a) una destilación de la mezcla con condensación de una parte de los vapores y reflujo del condensado en la columna destilatoria, lo cual suministra, en cabeza, vapores de acetato metílico y de metanol, y en la base, ácido acuoso;
45. (b) un lavado de dichos vapores con el agua que arrastra el metanol en forma de solución acuosa separándola de este modo del acetato de metilo; (c) por último la concentración y la deshidratación del ácido acuoso por extracción por medio de un disolvente capaz de hacer después
50. el papel de arrastrador de agua y luego destilación del extracto. Según una particularidad esencial de la invención, para la ejecución de la operación; (c) se utiliza una parte, por lo menos, del acetato metílico no hidrolizado, como disolvente y arrastrador de agua, de
55. preferencia acetato metílico aislado en el curso de la operación (b), o llegado el caso, si la mezcla es un producto bruto de hidrolisis de acetato de metilo, una parte del acetato metílico separado de la materia prima antes de su hidrolisis.
60. La descripción siguiente comparada con el dibujo adjunto, dado a título de ejemplo, no limitativo, permitirá comprender el modo en que la invención puede ejecutarse, sobrentendiéndose que las particularidades que resulten tanto del dibujo como del texto forman parte integrante de
65. la referida invención.
- 70.



La figura única del dibujo es un esquema de una instalación adecuada para la ejecución de la hidrólisis de acetato metílico y la separación de los constituyentes del producto bruto de hidrólisis.

75. En el ejemplo que vá representado en el dibujo esquemático adjunto , R representa el reactor que se alimenta de acetato metílico por la base A y de agua sulfúrica por el recipiente B. El líquido que sale del reactor se envía, después de haber pasado por un reductor de presión 26 a una columna 1 por la base de la cual vá pasando la mezcla agua-ácido acético (más ácido sulfúrico) desprovista de productos volátiles. En la parte superior de la columna 1 se desprenden vapores que se condensan parcialmente en 8 para permitir por un tubo 9 un retroceso que impide que suba el ácido acético, dirigiéndose el resto en forma de vapores por el tubo 10 a la parte media de una columna 2 que sirve para la separación del éster y del metanol. Estos dos cuerpos forman juntos una mezcla aceotrópica, pero gracias a un rociado de agua efectuado en la parte superior de la columna (agua caliente que pasa por el tubo 11 y que procede de la base de la columna 3), se separa por hidroselección el éster que se concentra en cabeza de dicha columna 2 en forma de aceotropo éster-agua, condensándose los vapores de acetato metílico que salen de la parte superior de la columna 2, en 12; se hace retroceder una parte del líquido por un tubo 13 a la parte superior de la columna 2 y el resto es enviado de nuevo al reactor R por un tubo 14 al mismo tiempo que acetato metílico nuevo procedente del recipiente A. En la base de la columna 2 se obtiene
- 80.
- 85.
- 90.
- 95.
- 100.

2 1 ABR. 1



- 5 -

197524

- una solución acuosa de metanol que se introduce, por un tubo 15, en la parte media de una columna 3. El metanol que escapa en forma de vapor de la parte superior de la columna 3 se condensa en 16, haciéndose retroceder una parte del
105. líquido condensado por un tubo 17 y el resto se recoge en 18. El ácido acético acuoso obtenido en la base de la columna¹ es enviado por un tubo 19 a una columna de extracción 4, en la que se encuentra, según el principio de contra-corriente, un disolvente constituido por una mezcla
110. de acetato metílico y de esencia seleccionada (encerrando de 10 a 25% de dicha esencia). La esencia de que se trata es una fracción de hidrocarburo hirviendo en un intervalo estrecho de temperatura de unos 2 a 3° C.; el punto de ebullición medio de la expresada esencia, puede estar
115. comprendido entre unos 80 y 95° C. El agua agotada de ácido, pero que contiene acetato metílico, se envía de nuevo por un tubo 20 a la entrada del reactor. De este modo, se saca el ácido sulfúrico continuamente, ejecutando un ciclo cerrado.
120. Por último, el disolvente cargado de ácido acético procedente de la columna de extracción 4 es enviado por un tubo 21 a una columna de destilación 5 que da, en la base ácido acético anhidro (tubo 25) y, en cabeza, la mezcla acetato de metilo-esencia-agua que se condensa en 22
125. y después se separa en un decantador 6: la capa inferior acuosa vuelve a la entrada del reactor (tubo 23) mientras que la capa de disolvente es enviada de nuevo por un tubo 24 a la columna de extracción 4, donde sirve para una nueva extracción.
130. Debe hacerse observar que no se han vuelto a

21 ABR.



- 6 -

197524

135. agotar las pequeñas aguas que salen por el tubo 20 de la columna de extracción 4, lo que constituye una primera economía con relación al empleo, como disolvente de un éster que no sea el acetato metílico. Otra ventaja reside en el hecho de que si el acetato metílico experimenta en la columna de extracción una hidrólisis parcial bajo la influencia del ácido sulfúrico, dicha hidrólisis no presenta absolutamente ningún inconveniente, mientras que si se hubiera elegido otro éster, el aparato se hubiera manchado con un alcohol diferente del metanol, que habría necesidad de re-esterificar en otro aparato.

140. Por último, debe hacerse notar que la esencia es muy ligeramente soluble en el agua saturada de acetato metílico, de tal modo que se precisa enviar un poco de esencia al reactor R. Esto no presenta inconveniente alguno para la reacción, pero es evidente que a la salida del reactor la esencia pasará sucesivamente en cabeza de la columna 1, y después de la columna 2. Se ha dispuesto un tubo 7 para recuperarla y para permitir además el retroceso del acetato metílico que haya escapado al circuito de extracción (circuito de las columnas 4 y 5) y que es necesario compensar.

N O T A

155. 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. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Francia con fecha 27 de abril de 1951, nº 589.394,
- 160.

197524

2 1 A



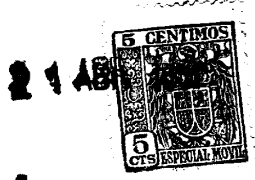
acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España:

165. "Procedimiento y aparatos para la hidrolisis de acetato metílico, recuperando ácido acético y metanol"; caracterizándose por lo siguiente:

170. 1ª.- Procedimiento y aparatos para la hidrolisis de acetato metílico, recuperando ácido acético y metanol, caracterizándose por el hecho de que se somete una mezcla de dicho éster, agua y una reducida proporción de un catalizador tal como el ácido sulfúrico a una presión superior a la presión atmosférica y a una temperatura elevada, pero inferior a la temperatura de ebullición de la mezcla bajo la presión considerada.

180. 2ª.- Procedimiento ^{y aparatos,} /según reivindicación 1ª, caracterizado porque se hace pasar la mezcla de un modo continuo a través de un recinto donde se hace reinar la temperatura y la presión elegidas y donde se la deja durante unos 10 a 45 minutos eligiéndose la proporción de agua con relación al éster de modo que la proporción de hidrolisis del éster sea de un 50%.

185. 3ª.- Procedimiento y aparatos para la hidrolisis de acetato metílico recuperando ácido acético y metanol, partiendo especialmente del producto bruto de la hidrolisis parcial del acetato de metilo, caracterizándose porque se efectúa (a) una destilación de la mezcla de condensación de una parte de los vapores y reflujo del condensado en la columna destilatoria, lo que suministra, en cabeza, 190. vapores de acetato metílico y metanol y en la base, ácido



197524

- acuoso (b) un lavado de dichos vapores por el agua que arrastra el metanol en forma de solución acuosa, separándose de este modo del acetato metílico (c) por última la concentración y la deshidratación del ácido acuoso por
195. extracción, por medio de un disolvente capaz de hacer después el papel de arrastrador de agua y luego destilación del extracto, caracterizándose además dicho procedimiento por el hecho de que para la ejecución de la operación (c), se utiliza una parte por lo menos del acetato metílico no
200. hidrolizado, como disolvente y arrastrador de agua, de preferencia acetato metílico aislado durante la operación (c) o, llegado el caso, si la mezola es un producto bruto de hidrolisis de acetato metílico una parte del acetato metílico separada de la materia prima antes de su hidrolisis.
205. 4ª. = Procedimiento y aparatos para la hidrolisis de acetato metílico, recuperando ácido acético y metanol; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, e ilustrado en los adjuntos dibujos.
210. Esta memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 21 de abril de 1951.

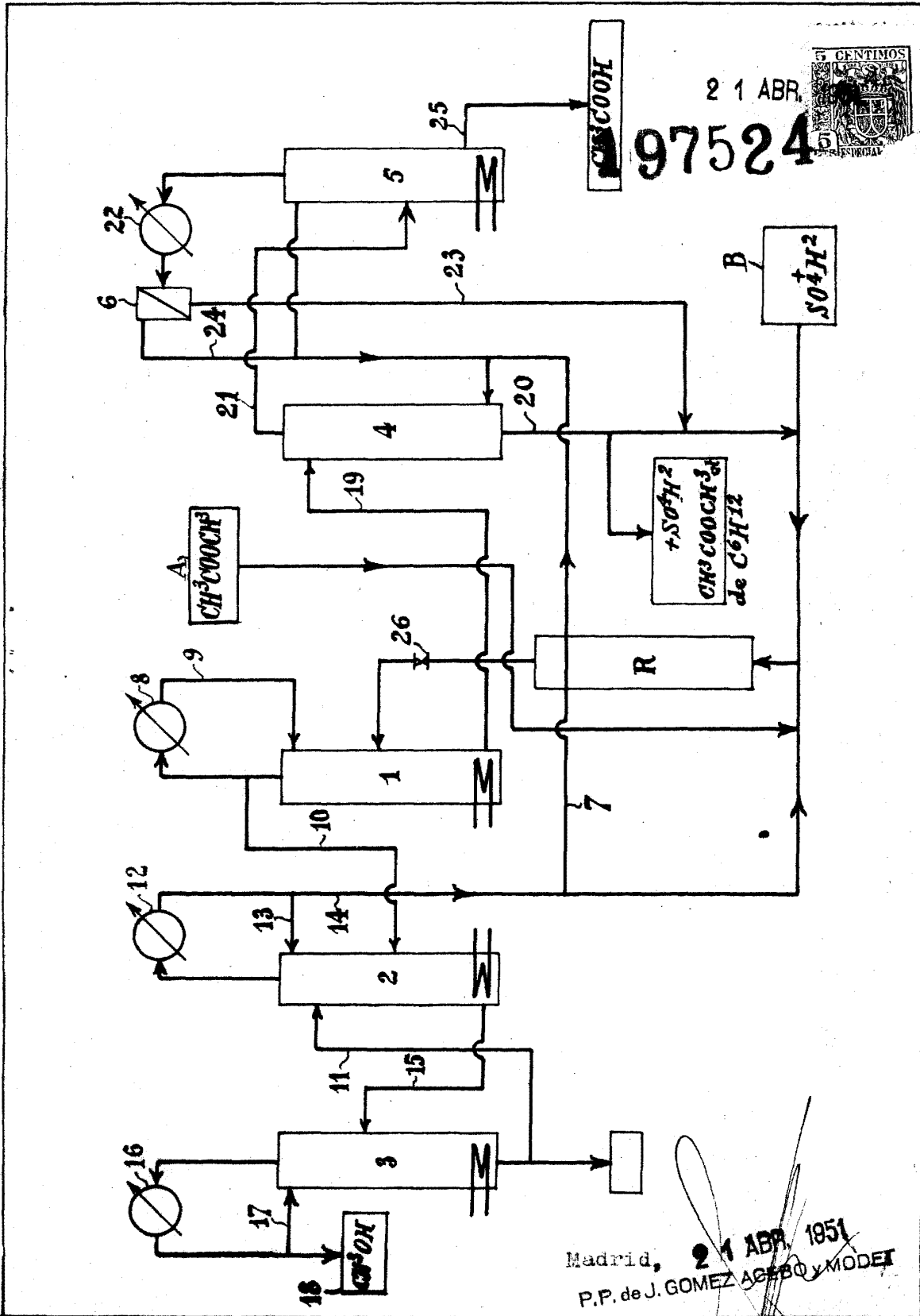
LES USINES DE MELLE.
P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MODET

197524

21 ABR.



197524



Madrid, 21 ABR. 1951
P.P. de J. GOMEZ AZEBO y MODET