



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

254835

por "PROCEDIMIENTO PARA LA DESTILACIÓN BAJO PRESIÓN DE FORMALDEHIDO DESDE SOLUCIONES ACUOSAS DE CONDENSACIÓN RICAS EN FORMALDEHIDO", a favor de la firma alemana J. MEISSNER, domiciliada en Köln-Bayenthal (Alemania), "Oberländer Ufer, 184".

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la destilación bajo presión de formaldehido desde soluciones acuosas de condensación ricas en formaldehido.

5. Se conoce ya el hecho de extraer formaldehido de una solución acuosa por destilación bajo presión. Walker, en "Formaldehyde", Nueva York 44, página 59, manifiesta sin embargo que al separarse por destilación formaldehido bajo una presión de 6 atmósferas se destruye en cierta extensión el aldehido por efecto de una reacción de Cannizzero. Este inconveniente que surge ya al elaborar soluciones puras de formaldehido, resulta todavía mas desagradable cuando debe extraerse
10. formaldehido de soluciones de condensación en las cuales el producto de condensación contenido en la solución acuosa constituye el producto principal. Así, una solución obtenida por
15. condensación de acetaldehido y formaldehido en presencia de

254835

9 EN



- álcali en medio acuoso contiene, además de pentaeritrita y formaldehído, toda una serie de productos secundarios. Si para recuperar el formaldehído se somete esa solución a destilación bajo presión, el formaldehído puede reaccionar con la
5. pentaeritrita o los productos secundarios, a causa de la temperatura elevada de dicha operación, o bien la pentaeritrita y/o los productos secundarios pueden destruirse de uno u otro modo. En consecuencia, queda mermado el rendimiento en pentaeritrita, tanto directa como indirectamente, por ejemplo
10. a causa de la formación de productos de descomposición que hacen imposible la segregación de la pentaeritrita. De los ejemplos de la memoria de la patente británica 757 564 se desprende que destilando a presión de 1,4 atmósferas el rendimiento en pentaeritrita es menor que destilando a presión de 1,05 atmósferas, y en consecuencia se prevé el efectuar la destilación a presión de 1,05 a 1,54 atmósferas, correspondiente a una temperatura máxima de destilación de 130º, aproximadamente, porque aunque la segregación de formaldehído del residuo mejora con presiones mayores, la calidad del producto principal pentaeritrita empeora en cambio.
15. 20.

- El objeto del invento que aquí se expone es un procedimiento que permite emplear la destilación a presiones elevadas tanto en la obtención de formaldehído a base soluciones acuosas puras del mismo como, en particular, en el tratamiento
25. de soluciones de condensación con contenido de formaldehído sin que, de una parte, se descompongan los productos de condensación desecados ni que, de otra parte, se pierdan por condensación cantidades apreciables de formaldehído, o sea, sin que por reacción del formaldehído con los productos de condensación contenidos en la solución, como la pentaeritrita y/o
- 30.

-3-

254835



los productos secundarios, merma el rendimiento en estos productos de condensación.

El procedimiento a que se refiere el invento está caracterizado por el hecho de que, en relación a una subida de la temperatura de destilación a valores por encima de 120°, aproximadamente, ocasionado por el empleo de presiones superiores, se abrevia el período medio de permanencia de la solución que se trata en la instalación destiladora y además se vigila que la solución en destilación no se vuelva alcalina.

5. Se abrevia el período medio de permanencia de la solución que se trata en la instalación destiladora y además se vigila que la solución en destilación no se vuelva alcalina.

10. Se ha reconocido que en este procedimiento no es necesaria la reacción ácida de la solución y que el peligro de corrosión motivado por ella es prácticamente inexistente, por cuanto que se opera con soluciones neutras. Las soluciones se mantienen, o se vuelven, prácticamente incoloras.

15. El tiempo que puede permanecer en la instalación una cantidad dada de solución sin que se presenten serias perturbaciones secundarias, depende de la presión que se ha elegido y de la temperatura de destilación que con ello se determina. Aproximadamente, es de 30 minutos a 1 minuto cuando se opera con temperaturas de destilación entre 130 y 200°, aproximadamente, correspondientes a presiones de 1,7 a 14,8 atmósferas.

20. El tiempo de permanencia, que es preceptivo en cada caso, puede establecerse por medio de diversos recursos. Puede combinarse la construcción de la columna de destilación de modo que con un número dado de fondos y una cantidad de paso dada posea una cabida mínima. La manera mas sencilla de cumplir esta condición es emplear una columna de anillos Raschig, pero también pueden lograrse los tiempos de permanencia breve que se exigen con columnas de fondos cribadores y fondos acampanados.

25. Toda-
30. vía puede abreviarse mas el tiempo de permanencia reduciendo

254835



el número de los fondos de la columna. Como a medida que aumenta la presión aumenta también la concentración del formaldehído en la fase gaseosa, dicha reducción carece de importancia, porque con presiones elevadas y menos fondos se establece fácilmente la misma concentración de formaldehído, o incluso una concentración superior, en la cabeza de una columna destiladora, que con presión mas baja en una columna con un número mayor de fondos.

- 5.
10. Por último, el tiempo de permanencia de las soluciones que se han de elaborar en la región de la temperatura elevada puede disminuirse también si, en lugar de producir a base de la solución de condensación el vapor necesario para la actuación de la columna, se trabaja con vapor directo. De esta manera se prescinde de todo el tiempo de permanencia de la solución de condensación en el vaporizador. La solución de salida alimentada a la columna saldría de la columna con el mismo volumen, aproximadamente, que tenía antes de la destilación. Por consiguiente no se emplearía el vapor utilizado para vaporizar la solución. Esto no constituye, sin embargo, desventaja si se utiliza el vapor que escapa en la cabeza de la columna destiladora de formaldehído para calentar una instalación vaporizadora de tres etapas y se recupera el formaldehído expulsado, como condensado de la instalación vaporizadora, en forma de una solución enriquecida. Para destilar el formaldehído de 11 litros de solución de partida se necesitan, por ejemplo, 3,5 kilos de vapor. Si se dirige el vapor que escapa en la cabeza de la columna de destilación a una instalación vaporizadora de tres etapas, para calentarla, se pueda vaporizar la solución de partida de 11 kg. tanto tiempo como se quiera, y en consecuencia para la elaboración de los 11 kg. de solución de partida se
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

-5-

254835

9 EN



necesitan solamente 3,5 kg. de vapor directo.

5. Por la combinación de la instalación destiladora con una instalación vaporizadora se ahorra agua de refrigeración, además del vapor, porque de esa manera se prescinde del dispositivo de condensación que es usual en los otros casos en la instalación destiladora. Pero si se quiere continuar con el método usual hasta ahora del caldeo indirecto de la columna, a causa de la concentración de la solución de condensación que ello comporta, se puede lograr eligiendo un vaporizador con el tiempo de permanencia mas breve posible; apropiado es, por ejemplo, un vaporizador de capa tenue luwa para este caso.

10. Es conveniente que la solución aportada a la cabeza de la columna de destilación sea calentada por un cambiador de calor en el cual absorbe el contenido térmico de la solución que sale por el pié de la columna. Para esto se elige un cambiador de calor de pequeño volumen en relación a la superficie de cambio, para mantener también aquí dentro de límites de brevedad el tiempo de permanencia del líquido en la zona de temperatura elevada.

15. La aplicación de presión alta para la recuperación del formaldehído en el curso de la destilación disloca la relación de equilibrio del formaldehído en la fase líquida y en la gaseosa hacia una mayor concentración en la fase gaseosa. Si se destila a una atmósfera una solución acuosa de formaldehído,

20. se obtiene un factor de concentración de, aproximadamente, 1,8, y si se destila a 6 atmósferas, un factor de, aproximadamente, 3,5. En consecuencia con la aplicación de presiones altas se obtienen de inmediato destilados de formaldehído de concentración notablemente mayor en comparación con la de la solución

25. inicial, al mismo tiempo que es considerablemente menor el

30.

254835



gasto de vapor para la destilación de todo el formaldehído.

- Si en una columna con muchísimos fondos se destila el formaldehído bajo presión atmosférica, se obtiene un vapor que presenta composición prácticamente igual a la de la solución de partida. Para destilar de esta manera de la solución de partida todo el formaldehído se necesita por lo tanto una cantidad de vapor que corresponda, aproximadamente, al contenido de agua de la solución de formaldehído que se ha de elaborar.
5. En cambio, si se trabaja con una presión de 6 atmósferas, por ejemplo, la mezcla de vapor que se desprende de la columna contiene, en proporción al agua, tres veces más formaldehído que en la solución de partida. Para la destilación completa del formaldehído solo se necesita, por consiguiente, en este procedimiento un tercio, aproximadamente, de la cantidad de vapor que debería consumirse trabajando a presión atmosférica. Pero la capacidad de carga de una columna de destilación dada depende en lo esencial solamente de la carga de vapor. Por ejemplo, si se elige una presión tan alta que los vapores que escapan de la columna tienen el triple de concentración de formaldehído que trabajando con presión normal, la carga de vapor de esta columna es solamente de un tercio. Puede pasarse por lo tanto una cantidad triple de solución por esta columna, lo que a su vez reporta una reducción a un tercio del tiempo de permanencia de una cantidad dada de solución de partida en la columna. También la instalación necesaria para una capacidad dada se reduce a un tercio solamente, aproximadamente, de la necesaria para trabajar con presión atmosférica.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

30. En el empleo de presión elevada de vapor, siendo iguales todas las demás condiciones, o sea con el mismo paso de va-

7-2548x5

95



por, disminuye correspondientemente la velocidad del vapor en la columna a consecuencia de la mayor densidad del vapor con la mayor presión. Si se ajusta en la columna, aproximadamente, la misma velocidad de vapor que trabajando a presión atmosférica,

- 5. ca, el paso de vapor con presión elevada resulta mayor en relación a la densidad elevada del vapor. Esto significa que con presión elevada una columna dada puede ser cargada mas intensamente por causa de la modificación de la densidad del vapor, con lo cual se origina otra vez una posibilidad de abreviar el
- 10. tiempo de permanencia de una cantidad dada de solución inicial en la columna. En este caso el paso de vapor no se eleva en forma exactamente proporcional a la densidad del vapor, sino en forma un poco inferior.

- 15. En la destilación de soluciones de condensación ricas en formaldehído por métodos conocidos se consume, de una parte, una cantidad de vapor que a continuación aparece en forma de agua en el destilado y, de otra parte, otra cantidad de vapor que es necesaria para producir el reflujo, el cual ha de fijarse como 1 : 1. Según el ejemplo 1º de la patente británica N°
- 20. 757.564, se calcula, por consiguiente:

Vapor para la producción del destilado	10.280 kg.
Vapor para la producción del reflujo	10.280 kg.
	<hr/>
	20.560 kg.

- 25. Si se trata la misma solución conforme al procedimiento de esta invención que aquí se expone, con una presión de 8 atmósferas en una columna de cuerpos llenos con una eficacia de 6 fondos teóricos, aproximadamente, se necesita solamente una cantidad de vapor de 6,500 kg., para obtener el mismo resultado. Se obtiene en el consumo de vapor un ahorro de dos tercios, aproximadamente, mientras que el empleo de instalación se reduce.
- 30.



254835

a 1/5, aproximadamente. Si hay que tratar un destilado mas concentrado o una solución con un contenido notablemente menor en formaldehido, se obtiene en el procedimiento de esta invención, con empleo de una presión todavía mayor que la de 8 atmósferas, un cuadro todavía mas favorable.

5. EJEMPLO.- A la cabeza de una columna de cuerpos llenos, con una longitud de 130 cm. y un diámetro interno de 10 cm., se alimentan 40 kg. por hora de una solución neutra que contiene 4,42 kg. de pentaeritrita y 2,43 kg. de formaldehido, al mismo tiempo que se introducen 13,5 kg. de vapor a 8 atmósferas, directamente. Por el fondo de la columna fluyen cada hora unos 40 kg. de una solución que contiene 4,41 kg. de pentaeritrita y, aproximadamente, 0,04 kg. de formaldehido, mientras que de la cabeza de la columna se desprenden cada hora 13,5 kg. de una mezcla de vapor que contiene 2,39 kg. de formaldehido.
- 10.
- 15.

N O T A

Hecha la descripción del presente invento se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:

- 1.- Procedimiento para la destilación bajo presión de formaldehido desde soluciones acuosas de condensación ricas en formaldehido, en particular bajo presión elevada, caracterizado por el hecho de que la acción nociva del aumento de la temperatura de destilación por encima de 120°, ocasionada por la sobrepresión empleada en cada caso, se compensa abreviando el tiempo medio de permanencia de una cantidad dada de solución inicial en la instalación destiladora de manera que, a la
- 20.
- 25.

-9- 254835



temperatura elegida, los componentes de la solución inicial no experimentan prácticamente merma alguna a consecuencia de reacciones secundarias, y por el hecho de que se vigila además que el líquido de destilación no se vuelve alcalino.

5. 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se trabaja con una temperatura por encima de 130º y un tiempo de permanencia inferior a 30 minutos, aproximadamente.

10. 3.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado por el hecho de que se emplea para destilar una columna de cuerpos llenos, ya en sí conocidos, reduciendo de preferencia por lo menos a la mitad el número de los fondos teóricos que hasta ahora se consideraban necesarios.

15. 4.- Procedimiento para la destilación de formaldehído desde una solución de condensación de pentaeritrita, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que el vapor rico en formaldehído que se escapa de la columna se utiliza para calentar una instalación vaporizadora para la solución de pentaeritrita.

20. 5.- Procedimiento para la destilación bajo presión de formaldehído desde soluciones acuosas de condensación ricas en formaldehído.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de nueve hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a 9 de Enero de 1960.

J. MEISSNER.

p. a.

MANUEL MEISSNER