

280581

PATENTE DE INVENCION
=====

Br. 32106/61.
=====



Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento para la obtención de ácido
" paracético ".

=====

Solicitante: BRITISH CELANESE LIMITED, entidad inglesa, residente en:
Celanese House, 22/23 Hanover Square, LONDRES,
Inglaterra.

=====

Este invento se refiere a la producción de ácido paracético.

Es sabido, - ver por ejemplo la Memoria de la Patente Inglesa número 547.333 -, que el ácido

5. do paracético puede obtenerse haciendo reaccionar



280581

- acetaldhido con oxigeno, en fase de vapor, por ejemplo a temperaturas del orden de 120 a 130° C, a condición de que el acetaldhido se halle en considerable exceso con respecto al oxigeno, con objeto de reducir al mínimo los riesgos de explosión. En general, el acetaldhido y el oxigeno se han usado en una relación de, como mínimo, 8 moles de acetaldhido por 1 mol de oxigeno.
- 5.
- La reacción se ha realizado con anterioridad, introduciendo el acetaldhido y el oxigeno en un reactor, corrientemente construido de aluminio, y haciendo pasar los productos gaseosos de reacción, a una columna fraccionadora en la que se introduce un disolvente adecuado, tal como acetona, metilal o acetato de metilo, para disolver el ácido peracético en combinación con el ácido acético, que se forma también en cierto grado en el reactor, y retirando de la parte superior de la columna el acetaldhido sin reaccionar, después de la separación del gas de desperdicio, y volviendo a introducir dicho acetaldhido en el reactor. Cuando este procedimiento se aplica comercialmente, en cuyo caso, normalmente el 90 %, por lo menos, en peso, del oxigeno introducido en el reactor interviene en la reacción, la relación molar de ácido peracético al ácido acético recuperado en el disolvente es, corrientemente, del orden de 2 a 2,5; 1. Pueden obtenerse relaciones más elevadas de ácido peracético a ácido acético, permitiendo que permanezca sin reaccionar una proporción mayor, por ejemplo de 30 a 50 % del oxigeno, pero estos procedimientos
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



tos tienden a ser antieconómicos, a causa de la dificultad de recuperación del oxígeno no reaccionado, y también de la presencia de oxígeno en la corriente de acetaldehído recuperado, que aumenta el riesgo explosivo, ya que estas mezclas tienden a ser explosivas.

5. Para separar el acetaldehído no reaccionado, de la corriente de gas que abandona la parte superior de la columna, con anterioridad ha sido necesario emplear un sistema condensador que enfría la corriente de gas a una temperatura no superior a 21° C y ha sido preciso utilizar una instalación de refrigeración para conseguir este enfriamiento.

10. Se ha comprobado que la oxidación de acetaldehído a ácido peracético, puede realizarse satisfactoriamente en presencia de proporciones relativamente grandes del disolvente usado para extraer el ácido peracético. Esta observación indica que no es necesario realizar una separación rigurosa del acetaldehído que abandona la parte superior de la columna y, consiguientemente, en este invento, la mezcla de acetaldehído introducida para la recirculación en la reacción, contiene, por lo menos, 15 %, por ejemplo de 25 a 50 % de su peso, del disolvente. Así, de acuerdo con este invento, el acetaldehído, que retorna al reactor, contiene, por 100 partes de acetaldehído, por lo menos 17,5 partes, y con preferencia de 33,3 a 100 partes, del disolvente.

15. Una ventaja importante de este invento es que el margen de seguridad en el procedimiento se ele-



280581

- va, con el resultado de que es posible utilizar relaciones inferiores acetaldehído a oxígeno. Con este invento, la relación puede ser tan reducida como 5,5:1. Este invento facilita además el funcionamiento del procedimiento y permite también una economía acusada en los costes de refrigeración para la aplicación del procedimiento.
- 5.
- Al aplicar este procedimiento, la temperatura de la corriente de gas que abandona la parte superior de la columna es, con preferencia, de 25° C como mínimo, por ejemplo, del orden de 35 a 45° C.
- 10.
- El disolvente utilizado para recuperar el ácido peracético, es con preferencia tal que hierva a no mas de 80° C. La acetona es el disolvente preferido, pero pueden usarse también otros disolventes tales como metilal, acetato de metilo, acetato de etilo y cloruro de metileno.
- 15.
- El procedimiento de acuerdo con éste invento, se aclara por los ejemplos siguientes en los que se hace referencia al dibujo adjunto, que es un esquema de circulación del proceso, a tipo continuo.
- 20.
- EJEMPLO 1.**
=====
25. Por la tubería de alimentación 1 se introduce oxígeno, a razón de 25 kg/hora en un reactor 2, que se halla aproximadamente a 150° C y al mismo tiempo, se introducen en dicho reactor, por el tubo 3, gases recirculados para proporcionar 164 kg/hora de acetona (el disolvente usado) y 245 kg/hora
- 30.



de acetaldehido mezclados con unos 4 kg/hora de otros gases.

5. La relación molar acetaldehido : oxígeno es de 7,1 : 1. Desde el reactor, la mezcla de reacción se hace pasar a la parte central de una columna fraccionadora 4 en la que se introduce acetona a razón de 145 kg/hora por un tubo 5. La temperatura de la columna en su base, es de 70° C y la temperatura de la parte superior es de 37° C. El producto separado de la base de la columna 4, contiene 41 kg/hora de ácido peracético, 11 kg/hora de ácido acético y 143 kg/hora de acetona.

10. Los gases abandonan la parte superior de la columna por un tubo 6, desde el cual la mezcla recirculada se retira por el tubo 3, y el resto del gas, a 37° C, junto con 23 kg/hora de nitrógeno se hace pasar, por el tubo 12, a un condensador 7 desde el cual los gases de escape se retiran por un tubo 8 y luego, por medio de un depósito 9 (temperatura 20° C) y un tubo 10, se dirigen nuevamente a la parte superior de la columna 4, constituidos esta vez por 655 kg/hora de acetona y 980 kg / hora de acetaldehido.

15. La retirada del acetaldehido que asciende a 44 kg/hora, se realiza a intervalos predeterminados, introduciendo gas acetaldehido en el sistema, por el tubo 11 que desemboca en el condensador 7.

EJEMPLO 2.

=====

20. En el reactor 2, que se halla a una temperatura de 150° C, se introduce oxígeno a razón de 36 kg/hora, junto con una mezcla de recirculación que



contiene 123 kg/hora de acetona y 286 kg/hora de acetaldehído, junto con unos 4 kg/hora de otros gases. En estas condiciones, la relación molar acetaldehído: oxígeno es de 5,5 : 1.

5. Desde el reactor, la mezcla de reacción se hace pasar a la columna fraccionadora en la que se introduce acetona a razón de 193 kg/hora. La temperatura de la columna en la base, es de 70° C y en la parte superior de 34° C. El producto retirado de la
10. base de la columna contiene 55 kg/hora de ácido peracético, 20 kg/hora de ácido acético y 193 kg/hora de acetona. Parte de los gases de la cúspide de la columna, se introducen de nuevo en el reactor, y el resto, junto con unos 23 kg/hora de nitrógeno, se hace pasar a
15. través del condensador 7 desde el cual se retiran los gases de escape y luego, por medio del depósito 9 se dirigen nuevamente a la cúspide de la columna 4. Esta introducción es de 490 kg/hora de acetona y 1,150 kg/hora de acetaldehído.
20. La retirada de acetaldehído, que asciende a unos 60 kg/hora, se introduce, como vapor continuamente en el condensador 7, con objeto de mantener un nivel regular en el depósito 9.
- En los ejemplos anteriores, se ha usado
25. un reactor 2 único. Sin embargo, este invento puede aplicarse también a procedimientos que utilicen dos o mas reactores de acuerdo con la patente número 273.419.
30. La acetona utilizada en los ejemplos anteriores, puede sustituirse por metilal.

28 05 81



N O T A
=====

- 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 este invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Inglaterra, con fecha 7 de septiembre de 1.961, y número, 32106/61, acogándose 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 :
5. " PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ACIDO PERACETICO " ;
10. caracterizándose por lo siguiente.

1ª.- Procedimiento para la obtención de ácido peracético mediante reacción de acetaldehído con oxígeno en fase de vapor, caracterizado por realizarse la reacción en presencia de, por lo menos, 17,5 % en peso, - con respecto al peso del acetaldehído - de un disolvente para el ácido peracético.

2ª.- Procedimiento para la obtención de ácido peracético, mediante reacción de acetaldehído con oxígeno en la fase de vapor, en el interior de un reactor; pasando el producto gaseoso de reacción, desde el reactor a una torre fraccionadora, en la que se introduce un disolvente, para disolver el ácido peracético formado en el interior del reactor, y



- por recuperarse la solución resultante de ácido peracético en la base de la columna, caracterizado porque el vapor de acetaldehído sin reaccionar, recuperado en la cúspide de la columna, vuelve a tratarse
5. en el reactor, en mezcla con, como mínimo 17,5 % de su propio peso, del disolvente citado, y la cantidad de acetaldehído retirada del sistema por la reacción con oxígeno, se termina introduciendo acetaldehído gaseoso en la corriente de gas recirculado.
10. 3ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 2ª, caracterizado porque la temperatura en la cúspide de la columna es, por lo menos de 25° C.
15. 4ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque la temperatura en la cúspide de la columna es del orden de 35 a 45° C.
20. 5ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo en presencia de 33,3 a 100 % en peso del disolvente.
25. 6ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el disolvente utilizado hierve a una temperatura no superior a 80° C.
- 7ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 6ª, caracterizado porque el disolvente utilizado es acetona.
- 8ª.- " Procedimiento para la obtención



de ácido peracético "; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en el adjunto dibujo.

5. Esta Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

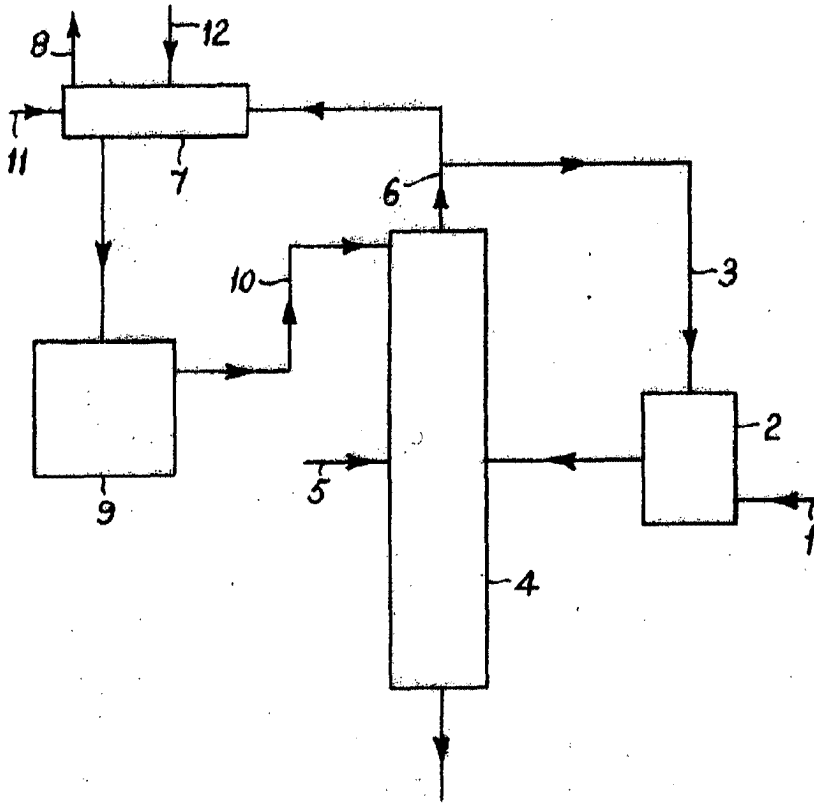
Madrid, - 6 SEP. 1962

BRITISH CELANESE LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET

280581

ESCALA VARIABLE



- 6 SEP. 1962

Madrid,

GÓMEZ, ACEDERA Y HEREDIA