



281 209

281209

P A T E N T E   D E   I N T R O D U C C I O N

por DIEZ años

cuyo privilegio se solicita para España y todos sus territorios y plazas de soberanía, a favor de

D. ANTONIO FITE ROVIRA

de nacionalidad española, domiciliado en calle San Luis, 12 SARDANOLA (Barcelona), relativa a:

"PERFECCIONAMIENTOS EN LA OBTENCION DE BUTIRALDEHIDO".

=====



1 OCT. 1909

281209

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente Patente de Introducción se contrae, conforme se indica en su enunciado, a un procedimiento para la obtención de butiraldehído, especialmente a uno en el que se obtiene el butiraldehído por hidrogenación del crotonaldehído en fase vapor en presencia de un catalizador adecuado.

5.

Generalmente, el butiraldehído se prepara por hidrogenación parcial del crotonaldehído, bien en fase líquida o bien en fase vapor, utilizándose, en ambos casos, catalizadores en los que intervienen níquel o cobre como elementos activos. - - - - -

10.

Las hidrogenaciones en fase líquida tienen el inconveniente de que deben ser llevadas a presiones altas y que la existencia del catalizador sólido en suspensión hacen que sea un delicado problema el poder realizarlas en continuo. Además, la evidencia muestra que en las hidrogenaciones del crotonaldehído en fase líquida se forman elevados porcentajes de subproductos de alto punto de ebullición, y una media de un 10% de butanol con respecto al crotonaldehído hidrogenado. - - - - -

15.

20.

En la actualidad, la tendencia de llevar esta hidrogenación en fase vapor está justificada por su mayor facilidad de control, por la ausencia de compresores, por poder llevarse a presión atmosférica y por el menor coste general de las instalaciones. - - - - -

25.

El problema capital de este proceso está en

281209

- 1 OCT.



lograr un catalizador que sea lo suficientemente selectivo para evitar la posterior hidrogenación del butiraldehído formado a butanol. Muchos intentos se han llevado a cabo con el fin de obtener un catalizador altamente selectivo, pero en la actualidad los catalizadores que están en explotación industrial dan un 10-20% de butanol junto con el butiraldehído. - -

30.

Para evitar tal inconveniente, se han desarrollado los perfeccionamientos a que se contrae la presente Patente de Introducción, los cuales esencialmente se caracterizan por el hecho de que la hidrogenación del crotonaldehído para pasar a butiraldehído se lleva a cabo en presencia de un catalizador de óxido de níquel y sulfato de cobre sobre un soporte, y reducido por hidrógeno a temperaturas comprendidas entre 125 y 220°C. - - - - -

35.

40.

Se prepara el catalizador impregnando un soporte cualquiera con una sal de níquel, sometiendo a tostación, adicionando el sulfato de cobre y reduciendo con hidrógeno. -

45.

El óxido de níquel se mezcla con el soporte en forma de suspensión acuosa. - - - - -

El hidróxido de níquel se precipita sobre un soporte, se lava, se tuesta, se mezcla con sulfato de cobre y se reduce. - - - - -

50.

El hidrógeno y el crotonaldehído son alimentados continuamente en la relación molar variable crotonaldehído/hidrógeno de 1/1 hasta 1/8. - - - - -

El hidrógeno es susceptible de ser diluido por un gas, un vapor inerte o una mezcla de ellos. - - - - -

La operación se lleva a cabo a una presión



281209

55. comprendida entre la atmosférica y 3 atmósferas. - - - - -

Mediante este catalizador se han llevado hidrogenaciones en fase vapor, en condiciones variables, obteniéndose un buen rendimiento por litro de catalizador, junto con un 2-3% de butanol y un 2% de crotonaldehído en las condiciones más favorables. - - - - -

60. condiciones más favorables. - - - - -

Estas hidrogenaciones se han realizado con crotonaldehído puro y con producto del 90%, sin que se observen pérdidas en actividad. - - - - -

65. La cantidad de productos de policondensación y resinas resulta ser muy baja. El catalizador puede ser preparado a partir de sales de níquel, preferentemente nitrato o formiato, por precipitación del hidróxido sobre el soporte por medio de álcalis, lavando con agua, seguido de una tostación, o bien impregnando el soporte con la sal de níquel y

70. tostando directamente. A continuación la adición de una pequeña cantidad de sulfato cúprico es beneficiosa porque reduce la temperatura de reducción de los óxidos de níquel. El catalizador así preparado puede ser reducido parcialmente por hidrógeno a la temperatura de utilización. La adición

75. de sulfato de cobre es fundamental si se quiere reducirse el catalizador a temperaturas bajas. - - - - -

Como soporte inerte puede utilizarse "kieselguhr", pómez, gel de sílice, cerámica o cualquier material adecuado de uso corriente. - - - - -

80. Por ejemplo, un catalizador típico fué preparado a base de 25% de óxido de níquel, 70% de kieselguhr y 5% de sulfato de cobre. La pasta resultante se amasó, secó y empastilló. Una vez cargado en un reactor piloto, éste

281209

- 100



85. estuvo tres meses funcionando sin dar muestras de pérdidas de actividad. El rendimiento fué superior al 92% y se obtuvo un 5% de butanol además del butiraldehído. - - - - -

Habiendo efectuado la descripción que precede, debe hacerse constar que en la realización práctica de esta Patente, podrán aplicarse todas las variantes de detalle que la experiencia y la práctica puedan aconsejar, en cuanto a fases operativas y tratamientos adicionales, uso de aparatos, tratamientos preparatorios de las primeras materias, tratamientos adicionales del producto acabado, y demás circunstancias de orden accesorio, siempre que con ello no se desvirtúe su esencialidad, que es la que se resume y concreta en la primera de las reivindicaciones que siguen, ya sea considerada aisladamente, ya sea considerada junto con una o varias de las reivindicaciones restantes en sus combinaciones técnicamente posibles. - - - - -

100.

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España y todos sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

105.

1.- Perfeccionamientos en la obtención de butiraldehído, caracterizados por el hecho de que la hidrogenación del crotonaldehído para pasar a butiraldehído se lleva a cabo en presencia de un catalizador de óxido de níquel y sulfato de cobre sobre un soporte, y reducido por hidrógeno a temperaturas comprendidas entre 125 y 220°C. -

110.

2.- Perfeccionamientos en la obtención de butiraldehído, según la anterior reivindicación, caracteriza-

281209



dos por el hecho de que se prepara el catalizador impregnando un soporte cualquiera con una sal de niquel, sometiendo a tos-  
115. tación, adicionando el sulfato de cobre y reduciendo con hidró-  
geno. - - - - -

3.- Perfeccionamientos en la obtención de bu-  
tiraldehído, según la reivindicación 1, caracterizados por  
el hecho de que el óxido de niquel se mezcla con el soporte  
120. en forma de suspensión acuosa. - - - - -

4.- Perfeccionamientos en la obtención de bu-  
tiraldehído, según la reivindicación 1, caracterizados por el  
hecho de que el hidróxido de niquel se precipita sobre un so-  
porte, se lava, se tuesta, se mezcla con sulfato de cobre y  
125. se reduce. - - - - -

5.- Perfeccionamientos en la obtención de bu-  
tiraldehído, según las reivindicaciones anteriores, caracte-  
rizados por el hecho de que el hidrógeno y el crotonaldehído son  
alimentados continuamente en la relación molar variable croto-  
130. naldehído/hidrógeno de 1/1 hasta 1/8.

6.- Perfeccionamientos en la obtención de bu-  
tiraldehído, según las reivindicaciones anteriores, caracte-  
rizados por el hecho de que el hidrógeno es susceptible de ser  
diluido por un gas, un vapor inerte o una mezcla de ellos.

7.- Perfeccionamientos en la obtención de bu-  
135. tiraldehído, según las anteriores reivindicaciones, caracte-  
rizados por el hecho de que la operación se lleva a cabo a  
una presión comprendida entre la atmosférica y 3 atmósferas.-

8.- PERFECCIONAMIENTOS EN LA OBTENCION DE BU-  
140. TIRALDEHIDO". - - - - -

Todo ello conforme se describe y reivindica

281209

1 OCT 1962



en la presente memoria que consta de siete hojas, foliadas  
y mecanografiadas por una sola de sus caras. - - - - -

1 OCT. 1962

*Quirós*