

12 MAR 1965

P - 28.473

IX/Pat. Abt.
Rh 9.165



MAR 1965

310448

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de WACKER-CHEMIE GMBH, entidad alemana, establecida en Prinzregentenstrasse 22, Munich, República Federal Alemana, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE MEZCLAS DE ESTER-ALCOHOL".

En diversos procedimientos resultan grandes cantidades de mezclas de ester-alcohol, que contienen, juntamente con el ester, el alcohol correspondiente al componente alcoholico del ester, y no pueden ser utilizadas como tales. Así, por ejemplo, en la fabricación de poli(alcohol vinílico) se obtienen grandes cantidades de una mezcla de acetato de metilo-metanol, que es invendible en esta forma. Por ello, se está obligado, bien a tratar y transformar tales mezclas, bien a destruirlas. El tratamiento se dificulta por que la mayor parte de los pares ester-alcohol forman

5

10



entre sí mezclas azeotropas, de manera que por destilación fraccionada, con separación del componente en exceso, se puede llegar en el mejor de los casos hasta la composición de la mezcla azeotropa. Esta última debe ser descompuesta
5 entonces en sus componentes, por ejemplo por destilación extractiva con auxiliares de destilación, por ejemplo con agua o con glicoles.

Además se ha intentado tratar mezclas técnicas de ester-alcohol, impidiendo una renovada formación de azeotropo por transesterificación con cloruro de hidrógeno, con formación de cloruros alcohólicos y ácidos orgánicos. El agua de reacción que obstaculiza para ésto, resultante y/o arrastrada, es hecha inofensiva por adición de cantidades correspondientes de anhídrido de ácido graso, que reacciona con
15 el agua para formar los ácidos grasos.

En este procedimiento se consumen, sobre todo con los contenidos en alcohol y/o en agua más elevados de la mezcla técnica ester-alcohol, cantidades considerables del valioso anhídrido de ácido graso. Además la separación del cloruro de alcohol, formado de la mezcla de reacción que
20 contiene ácidos grasos, plantea dificultades en el desarrollo continuo del procedimiento, y discurre solamente de manera incompleta. Por otra parte no es posible obtener sin un tratamiento posterior una mezcla de reacción exenta de
25 cloruro de hidrógeno, ni por lo tanto un cloruro de alcohol exento de cloruro de hidrógeno.

Se ha encontrado finalmente un procedimiento para el tratamiento de mezclas de ester-alcohol, que contienen, juntamente con el ester, el alcohol correspondiente al componente alcohólico del ester. Este está caracterizado por
30

310448



12 MAR 1955

que se añade de forma conocida haluro de hidrógeno a la
mezcla ester-alcohol, y se lleva a cabo la reacción a una
temperatura no superior a 100°C en cuerpos de relleno con
gran superficie, se saca el ácido halohídrico eventualmen-
5 te en exceso por el lado inferior del reactor, se separa en
forma de vapor, por el extremo superior del reactor, de ma-
nera continua, la mezcla de reacción exenta de ácido halo-
hídrico, se separa ésta, en una columna acoplada seguidamen-
te, con adición de agua, en presencia de un intercambiador
10 de cationes, en haluro de alcohol y en una mezcla acuosa
de alcohol-ácido, en otra nueva columna se separa el ácido
acuoso, y se conduce en circuito cerrado el alcohol restan-
te que eventualmente contiene todavía ester.

Generalmente para la ejecución del procedimiento
15 se introduce el haluro de hidrógeno en forma gaseosa. Sin
embargo se le puede emplear también en forma de sus solucio-
nes acuosas. Para ello es suficiente que se añada en can-
tidad estequiometrica. En este caso el agua de reacción es
separada en forma de vapor, en el extremo superior del reac-
20 tor, de manera continua, juntamente con la mezcla de reac-
ción exenta de ácido halohídrico. Sin embargo se puede aña-
dir también haluro de hidrógeno en cantidad tal que aparez-
ca en exceso, referido al alcohol contenido en la mezcla de
alcohol-ester. Aquí la cantidad de haluro de hidrógeno
25 puede oscilar dentro de los límites más amplios. En este
caso el exceso en haluro de hidrógeno se calcula de tal ma-
nera que es separado juntamente con el agua de reacción que
resulta en el extremo inferior del reactor.

En las mezclas resultantes de ester-alcohol, las
30 proporciones de cantidades de ambos componentes, ester y

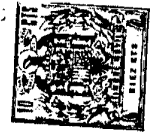


alcohol, puede ser muy diversas, y eventualmente pueden
corresponderse con la composición de la mezcla azeotropa.
Si el contenido en alcohol es pequeño, para elevar el ren-
dimiento se puede llevar a cabo una pre-saponificación del
5 material de partida por medio de un intercambiador de ca-
tiones.

En una forma preferida de realización se puede
disminuir el contenido en ester del haluro de alcoholo y
con ello se puede aumentar más el grado de transformación
10 del ester, si se somete al haluro de alcoholo después de su
separación de la mezcla de reacción, a un lavado con agua.

Para ello se procede de manera apropiada de forma
tal que se introduce por arriba el agua necesaria en una
torre de lavado refrigerable y se introducen sus colas sobre
15 el refrigerador de la columna acoplada posteriormente al
espacio de reacción, por el lado de la cabecera. El haluro
de alcoholo que se desprende, en forma de gas, del refrige-
rador, es conducido de abajo a arriba a través de la torre
de lavado. Aquí no aparece ninguna hidrólisis apreciable
20 del haluro de alcoholo.

La cantidad del agua empleada puede oscilar dentro
de amplios límites y se calcula de forma apropiada de mane-
ra tal que el ácido orgánico, resultante en la columna aco-
plada posteriormente al espacio de reacción por hidrólisis
25 del ester, resulte de una concentración de 15-35%. Igualmen-
te puede variar la temperatura a la que se lleva a cabo el
lavado. La primera se mantiene de forma más apropiada den-
tro de un margen entre 0 y 25°C. Sin embargo, ya que el
efecto de lavado con una cantidad dada de agua resulta tanto
30 más favorable cuanto más baja es la temperatura, el lavado



se llevará a cabo con buen enfriamiento.

Como cuerpos de relleno con gran superficie son apropiadas sustancias tales como, por ejemplo, carbón activo, gel de sílice, piedra pomez, óxido de aluminio, además
5 cuerpos de relleno porosos de material orgánico, tal como polietileno o polipropileno, que, para elevar el rendimiento, pueden contener sustancias insolubles en agua que favorecen la esterificación, de forma más apropiada intercambia-
dores de cationes. Estos últimos son empleados en las formas que están descritas en las solicitudes de patente alema-
10 nas W 32.748 X/39a, W 33.960 IVc/39b ó W 34.291 X/39a. Con el procedimiento es posible obtener tanto el haluro de alcoholo como el ácido orgánico en forma exenta de ácido halo-
hidrico.

15 La ventaja del procedimiento consiste en que se pueden emplear, impidiendo la formación de mezclas azeotropas, tanto mezclas ester-alcohol exentas de agua como mezclas que contienen agua. Aquí el tratamiento discurre bajo condiciones de gran economía de energía, con un grado de
20 transformación casi cuantitativo y con buenos rendimientos.

Resultó sorprendente que, con utilización de haluro de hidrógeno acuoso, así como de material de partida acuoso, se pueden lograr resultados igualmente buenos que con la utilización de mezclas anhidras de ester-alcohol o
25 de haluro de hidrógeno gaseoso.

Además es digno de mención que en la separación de los haluros de alcoholo de la mezcla de reacción, a pesar de una temperatura elevada y de la presencia de agua, no se verifica ninguna hidrolisis del haluro de alcoholo.

30 El procedimiento se ejecuta como sigue: (fig 1)

310448



5 Se introducen en el reactor 1, en forma de vapor,
la mezcla de partida de ester-alcohol, así como el haluro de
hidrógeno, por la conducción 2. Si la mezcla de ester-
alcohol posee un alto contenido en ester, es conducida a tra-
vés de la conducción 15 al recipiente de reacción 3, que
10 contiene un intercambiador de cationes en forma de una car-
ga de lecho sólido, allí es pre-saponificada, y es conduci-
da en forma de vapor, después de la separación del ácido
orgánico acuoso formado en la columna de separación 4, a
través de la conducción 2 al reactor 1. Si se utiliza una
solución acuosa del haluro de hidrógeno, este último es aña
dido en forma líquida al reactor 1 por medio de la conduc-
ción 14. Cuando se introduce el haluro de hidrógeno separa-
damente en el reactor 1, se emplea para ésto la conducción
15 16.

El reactor 1 contiene cuerpos de relleno, con
intercambiadores de cationes, con gran superficie, y es man-
tenido a una temperatura entre 50 y 100°C. Si se saca en
forma líquida el agua de reacción, conteniendo ésta even-
20 tualmente haluro de hidrógeno en exceso, ésto se verifica
por medio de la conducción 5. De otra manera el agua de
reacción abandona el reactor 1, en forma de vapor, por la
conducción 6, juntamente con el haluro de alcoholo formado
y el ester todavía presente, y es incorporada en la columna
25 7. Esta contiene cuerpos de relleno porosos con intercam-
biadores de cationes y es caldeada a una temperatura entre
50 y 70°C. En la columna 7 se introduce agua de manera con-
tínua por medio de la conducción 8. Por un refrigerador de
agua 9 incorporado entre ellas, el haluro de alcoholo es sa-
30 cado en forma de vapor por la conducción 10.



Los productos de saponificación resultantes en la columna 7, es decir ácidos orgánicos, alcohol y agua, son conducidos a través de la conducción 11 a la columna 4. El ácido orgánico formado es separado por el pie de la columna, juntamente con el agua, a través de la conducción 13, mientras que el alcohol, que eventualmente contiene toda vía ester, es conducido en forma gaseosa a través de la conducción 2 al reactor 1.

EJEMPLO 1:

Los aparatos empleados (fig. 1) consisten en una columna de separación 4 de 200 cm. de alta y 50 mm. de diámetro, en un reactor 1, de 300 cm. de alto y de 70 mm. de diámetro, equipado con un caldeo de camisa envolvente, que está cargado con cuerpos porosos de relleno de polietileno que contienen intercambiador de cationes, y en una columna 7 de 300 cm. de alto y 70 mm. de diámetro, que en el lado de la cabecera está provisto de un refrigerador de agua 9, y está relleno también con los cuerpos de relleno anteriores. La columna de separación 4 contiene anillos Raschig de vidrio, de 4 mm. de diámetro.

En el tercio inferior del reactor 1, se introducen por la conducción 2, en forma de vapor 715 g. por hora, de una mezcla de acetato de metilo-metanol, consistente en 286 g. (8,94 moles) de metanol y 429 g. (5,8 moles) de acetato de metilo. Por la conducción 16 se alimentan en el extremo inferior del reactor 500 g. (13,7 moles) por hora de cloruro de hidrógeno gaseoso. El reactor 1 es mantenido a una temperatura entre 80 y 100°C. El producto de reacción en forma de vapor, exento de cloruro de hidrógeno, que con-

310448



5 tiene cloruro de metilo formado, agua de reacción y acetato de metilo no reaccionado, es conducido a través de la conducción 6 a la mitad superior de la columna 7. Simultáneamente se añaden dosificadamente en el tercio superior de la columna 7, a través de la conducción 8, 760 g. por hora de agua y se mantiene la temperatura de la columna 7 en 60°C aproximadamente. Mientras que aquí el cloruro de metilo escapa de forma practicamente cuantitativa a través del refrigerador de agua 9 a la conducción 10, el acetato de metilo se saponifica en ácido acético y metanol, y la mezcla de saponificación es conducida juntamente con el agua a través de la conducción 11 a la mitad superior de la columna de separación 4. Allí el ácido acético acuoso diluído, exento de ácido clorhídrico, es sacado continuamente a través de la conducción 13, obteniéndose 1.207 g. por hora de ácido acético al 23,7%. El metanol abandona la columna 4 en forma de vapor y es conducido, tal como se describe arriba, por la conducción 2 al reactor 1. A través de la conducción 10 se obtienen 767 g. por hora de una mezcla exenta de ácido clorhídrico, que consiste en promedio en 90,1% de cloruro de metilo y 9,9% de acetato de metilo.

15
20
25
30 Con un grado de transformación del cloruro de hidrógeno de 100%, un grado de transformación del acetato de metilo de 82,3% y un grado de transformación cuantitativo del metanol añadido y del formado por saponificación, el rendimiento en cloruro de metilo (al 100%) es de 691 g. (13,69 moles), es decir 99,9% referido al cloruro de hidrógeno consumido y 99,9% referido al metanol consumido. El rendimiento en ácido acético (al 100%) es de 286 g. (4,77 moles), es decir del 100% referido al acetato de metilo



MAR 10

consumido.

EJEMPLO 2:

Los aparatos empleados (fig. 1) consisten en una
5 columna previa 3 de 40 cm. de alto y 150 mm. de diámetro,
en el reactor 1 de 300 cm. de alto tal como se describe en
el ejemplo 1, que está cargado con una mezcla de las mismas
partes de los cuerpos de relleno-intercambiador de catio-
nes de polietileno citados en el ejemplo 1 y de carbón ac-
10 tivo, que es conocido bajo la designación comercial "contar-
bon", así como en la columna de separación 4 y la columna
7 descritas en el ejemplo 1. La columna previa 3 está carga-
da con 5 litros de un intercambiador de cationes que es co-
nocido bajo la designación comercial "Amberlite JR 120".

15 En la columna previa 3 se introducen a través de
la conducción 15, de abajo arriba, a 50°C, 600 g. por hora
de una mezcla azeotropa de acetato de metilo-metanol consis-
tente en 480 g. (6,48 moles) de acetato de metilo y 120 g.
(3,75 moles) de metanol, así como 650 g. de agua. En el ter-
20 cio superior de la columna 7 por la conducción 8, se añaden
dosificadamente 500 g. por hora de agua. La mezcla de pre-
saponificación resultante en el extremo superior de la co-
luna previa 3, es conducida a través de la conducción 12
a la mitad superior de la columna de separación 4, obtenién-
25 dose en el lado de la cabecera una mezcla de acetato de
metilo-metanol exenta de ácido acético, que es introducida
en forma de vapor a través de la conducción 2 en el tercio
inferior del reactor 1. Además a través de la conducción 16
se alimentan 348,5 g. (9,55 moles) por hora de cloruro de
30 hidrógeno gaseoso en el reactor 1. La distribución de tempe-

310448



raturas así como la subsiguiente forma de trabajo se corresponden con las descritas en el ejemplo 1.

A través de la conducción 13 resultan 1565 g. por hora de ácido acético al 22,2% acuoso y exento de ácido clorhídrico. A través de la conducción 10 se obtienen 532 g. por hora de una mezcla que consiste, en promedio, en 90,42% de cloruro de metilo y 9,58% de acetato de metilo.

Con un grado cuantitativo de transformación del cloruro de hidrógeno, un grado de transformación del acetato de metilo de 89,4% y un grado de transformación cuantitativo del metanol empleado y del formado por saponificación, el rendimiento en cloruro de metilo (al 100%) es de 481 g. (9,52 moles) es decir, 99,8% referido al cloruro de hidrógeno consumido y 99,8% referido al metanol consumido. El rendimiento en ácido acético (al 100%) es de 348 g. (5,8 moles), es decir del 100% referido al acetato de metilo consumido.

EJEMPLO 3:

Se utilizan los aparatos descritos en el ejemplo 2, ensanchándose el diámetro del reactor a 80 mm., acortándose la longitud del reactor a 200 cm, y no conectándose ya la conducción 11 a la columna de separación 4, sino a la conducción 15.

En la columna previa 3, a través de la conducción 15 se introducen 600 g. por hora de una mezcla azeotropa de acetato de metilo-metanol, consistente en 480 g. (6,48 moles) de acetato de metilo y 120 g. (3,75 moles) de metanol y se procede tal como se indica en el ejemplo 2. En el reactor 1 se añaden dosificadamente, 376 g. por hora (9,54 moles)



de cloruro de hidrógeno gaseoso juntamente con la mezcla en forma de vapor de acetato de metilo-metanol de la columna de separación 4, a través de la conducción 2. El reactor 1 es mantenido a una temperatura entre 70 y 90°C. Mientras que en el extremo inferior del reactor con ayuda de la conducción 5 se separan, 142 g. por hora de un ácido clorhídrico acuoso al 19,7%, el producto de cabeza del reactor exento de cloruro de hidrógeno, en forma de vapor, es conducido a través de la conducción 6 a la mitad superior de la columna 7. Simultáneamente en el tercio superior de la columna 7 se añaden dosificadamente 625 g. por hora de agua, y se mantiene la temperatura de la columna a 60°C aproximadamente. Mientras que el cloruro de metilo se escapa por la conducción 10, tal como se describe en el ejemplo 1, la mezcla de saponificación es conducida juntamente con el agua, y con ayuda de la conducción 11, a la columna previa 3.

A través de la conducción 13 se separan 972 g. por hora de un ácido acético al 35,7%, acuoso y exento de ácido clorhídrico de la columna de separación 4. A través de la conducción 10 se obtienen 532 g. por hora de una mezcla exenta de ácido clorhídrico, que consiste en promedio en 90,26% de cloruro de metilo y 9,74% de acetato de metilo.

Con un grado de transformación del cloruro de hidrógeno de 92,6%, un grado de transformación del acetato de metilo de 89,2% y un grado cuantitativo de transformación del metanol empleado y formado por saponificación, el rendimiento en cloruro de metilo (al 100%) es de 480 g. (9,5 moles), es decir, 99,7% referido al cloruro de hidrógeno consumido y 99,7% referido al metanol consumido. El rendimiento en ácido acético (al 100%) es de 347 g. (5,78 moles), es

310448



decir del 100% referido al acetato de metilo consumido.

EJEMPLO 4:

5 Se utilizan los aparatos descritos en el ejemplo 3 y se procede tal como se indica en el ejemplo 3.

Se añaden dosificadamente 600 g. por hora de una mezcla azeotropa de acetato de metilo-metanol consistente en 480 g. (6,48 moles) de acetato de metilo y 120 g. (3,75 moles) de metanol. Además, a través de la conducción 14 se introducen 1.554 g. por hora de ácido clorhídrico al 37,4% (D²⁰: 1,187) en el reactor 1. En la columna 7 se introducen 600 g. por hora de agua. A través de la conducción 5 se separan 1.205 g. por hora de ácido clorhídrico acuoso al 19,25%, mientras que a través de la conducción 10 resultan 15 532 g. por hora de una mezcla consistente en 9,4% de acetato de metilo y 90,6% de cloruro de metilo. A través de la conducción 13 se obtienen 1.016 g. por hora de ácido acético al 34,3%, acuoso y exento de ácido clorhídrico.

20 Con un grado de transformación del cloruro de hidrogeno de 60,05%, un grado de transformación del acetato de metilo de 89,6% y un grado cuantitativo de transformación del metanol empleado y del formado por saponificación, el rendimiento en cloruro de metilo (al 100%) es de 482 g. (9,54 moles), es decir 99,8% referido al cloruro de hidrogeno consumido y 99,8% referido al metanol consumido. El rendimiento en ácido acético (al 100%) es de 348 g. (5,8 moles), 25 es decir 99,9% referido al acetato de metilo consumido.

EJEMPLO 5:

30 Se emplean los aparatos descritos en el ejemplo 3



y se procede tal como se indica en el ejemplo 3. La temperatura del agua de refrigeración del refrigerador 9 es establecida a 23°C.

5 En la columna previa 3, a través de la conducción 15, se introducen 508 g. por hora de una mezcla consistente en 440 g. (4,99 moles) de acetato de etilo y 68 g. (1,48 moles) de etanol. Además se añaden dosificadamente 727 g. por hora de agua a la columna 7 y se carga el reactor 1, a través de la conducción 16, con 217 g. por hora de cloruro de hidrógeno gaseoso.

10 Se obtienen por hora: 427 g. de una mezcla consistente en 89,8% de cloruro de etilo, 8,44% de acetato de etilo y 1,76% de un residuo (diétiléter, agua y etanol), así como 1.030 g. de ácido acético al 26,6%, acuoso y exento de ácido clorhídrico.

15 Con un grado cuantitativo de transformación del cloruro de hidrogeno, un grado de transformación del acetato de etilo de 9,18% y un grado cuantitativo de transformación del etanol utilizado así como del formado por saponificación, el rendimiento en cloruro de etilo (al 100%) es de 20 383,5 g. (5,94 moles), es decir del 100% referido al cloruro de hidrógeno consumido y 98,1% referido al etanol consumido. El rendimiento en ácido acético (al 100%) es de 274 g. (4,57 moles), es decir 99,6% referido al acetato de etilo 25 consumido.

EJEMPLO 6:

30 Los aparatos empleados (figura 2) consisten en una columna de separación con anillos Raschig 1, de 200 cm. de alto y 5 cm. de diámetro, un reactor 2 equipado con un cal-

310448



deo de camisa, de 300 cm. de alto y 7 cm. de diámetro, que
está cargado con carbón activo, que es conocido bajo la de-
signación comercial "Contarbon". Al reactor 2 está acopla-
da seguidamente una columna 3, de 400 cm. de alto y 7 cm.
5 de diámetro, cuyo tercio inferior está cargado con anillos
Baschig, y cuyo resto está cargado con cuerpos de relleno de
polietileno porosos y que contienen intercambiadores de ca-
tiones. La columna 3 está provista además de un caldeo
de camisa y, por el lado de la cabecera, está equipada con
10 un refrigerador de agua 4. Sobre el último se encuentra la
torre de lavado 5 equipada con una camisa de refrigeración,
y una torre de lavado 6, acoplada seguidamente a ésta y car-
gada con lana de vidrio.

Por la conducción 7, se introducen en el tercio
15 inferior del reactor 2, en forma de vapor, 715 g. por hora
de una mezcla de acetato de metilo-metanol, que consiste en
286 g. (8,94 moles) de metanol y 429 g. (5,8 moles) de ace-
tato de metilo. Por la conducción 8, en el extremo infe-
rior del reactor 2, se alimentan 522 g. por hora (14,3 mo-
20 les) de cloruro de hidrógeno gaseoso. El reactor 2 es man-
tenido a una temperatura entre 80 y 100°C. El producto de
reacción en forma de vapor exento de cloruro de hidrógeno,
que contiene cloruro de metilo formado, agua de reacción,
así como acetato de metilo no reaccionado, es conducido a
25 través de la conducción 9 al tercio superior de la columna
3. Simultáneamente en el extremo superior de la torre de
lavado 5, a través de la conducción 10, se añaden dosifica-
damente 760 g. por hora de agua, y se mantiene la tempera-
tura de la torre de lavado 5 a 2°C, la temperatura de la co-
30 luma 3 en la parte de cuerpos de relleno a 60-80°C, y en



la parte de anillos Baschig a 100-110°C.

5 Aquí el cloruro de metilo se separa de forma practicamente cuantitativa desde la mezcla de reaccion introducida en la columna 3 a través del refrigerador 4 en la torre de lavado 5. Desde allí el ester arrastrado con la corriente de gas de cloruro de metilo vuelve, juntamente con el agua de lavado, a través del refrigerador 4 a la columna 3. En esta última el acetato de metilo es saponificado a ácido acético y metanol y la mezcla de saponificación exenta tanto de cloruro de metilo como de ácido clorhídrico, 10 juntamente con el agua, es conducida a través de la conducción 11 a la mitad superior de la columna de separación con anillos Baschig 1. Allí el ácido acético acuoso diluido es sacado continuamente a través de la conducción 12, obteniéndose 15 1.242 g. por hora de ácido acético al 25,9%. El metanol abandona la columna de separación con anillos Baschig 1 en forma de vapor, y es conducido a través de la conducción 7 al reactor 2, tal como se describe anteriormente.

A través de la conducción 13 se obtienen 753 g. 20 por hora de una mezcla exenta de ácido clorhídrico, que contiene en promedio 95,75% de cloruro de metilo y 4,25% de acetato de metilo.

Con un grado de transformación de cloruro de hidrógeno del 100%, un grado de transformación de acetato de metilo del 92,5%, y un grado de transformación cuantitativo 25 del metanol añadido y del formado por saponificación, el rendimiento en cloruro de metilo (al 100%) es de 721 g. (14,27 moles), es decir 99,9% referido al cloruro de hidrogeno consumido y 99,9% referido al metanol consumido. El 30 rendimiento en ácido acético (al 100%) es de 321 g. (5,35

310448



moles), es decir del 100% referido al acetato de metilo consumido.

5 Esta solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana el 13 de Marzo de 1.964 bajo el N^o W 36389 IVb/12 o y el 7 de Diciembre de 1.964 bajo el N^o W 38.094 IVb/12 o, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

N O T A

15 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años son los siguientes:

20 1.- Un procedimiento para el tratamiento de mezclas de ester-alcohol, que contienen, juntamente con el ester, el alcohol correspondiente al componente alcoholico del ester, caracterizado, porque a la mezcla de ester-alcohol se añade de forma conocida haluro de hidrógeno, y se lleva a cabo la reacción a una temperatura no superior a 100°C en cuerpos de relleno con gran superficie, se saca el ácido
25 halohídrico eventualmente en exceso por el extremo inferior del reactor, se separa continuamente, en forma de vapor, por el extremo superior del reactor, la mezcla de reacción exenta de ácido halohídrico se separa ésta en una columna acoplada posteriormente, con adición de agua y en presencia de
30 un intercambiador de cationes, en haluro de alcoholo y en una mezcla acuosa de alcohol-ácido, se separa en otra nueva



columna el ácido acuoso, y se conduce en circuito cerrado el alcohol restante que eventualmente contiene todavía ester.

5 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado, porque el agua de reacción es separada, juntamente con el ácido halohídrico en exceso, en el extremo inferior del reactor.

10 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agua de reacción es separada, de manera continua, en forma de vapor, juntamente con la mezcla de reacción exenta de ácido halohídrico, por el extremo superior del reactor.

15 4.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-3, caracterizado, porque el haluro de hidrógeno es añadido en cantidad estequiométrica o en exceso, referido al alcohol contenido en la mezcla alcohol-ester.

5.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque el haluro de hidrógeno se emplea en forma de gas o en forma de soluciones acuosas.

20 6.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-5, caracterizado porque la mezcla de ester-alcohol es presaponificada en presencia de un intercambiador de cationes.

25 7.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque los cuerpos de relleno con gran superficie contienen sustancias insolubles en agua, que favorecen la esterificación y/o la saponificación, de manera más apropiada intercambiadores de cationes.

30 8.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-7, caracterizado porque el haluro de alcoholo, después



de su separación de la mezcla de reacción, es sometido a un lavado con agua.

5 9.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-8, caracterizado, porque el lavado se lleva a cabo a 0-25°C.

10 10.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-9, caracterizado porque se emplean intercambiadores de cationes, que se preparan sinterizando y moldeando en forma de cuerpos una mezcla de un material sintético termoplástico, una resina intercambiadora de iones y eventualmente un material de relleno, que puede eliminarse después de la sinterización, para lo cual se emplea al menos tanto material sintético termoplástico que éste, después de la sinterización, forma un armazón en sí continuo, interrumpiéndose el calentamiento antes de que el material sintético termoplástico se adhiera por fusión al intercambiador de iones.

15 11.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-9, caracterizado porque se emplean intercambiadores de cationes, que se preparan añadiendo carbón a la mezcla de materiales sintéticos termoplásticos y de resina intercambiadora de iones, antes de la sinterización, siendo la cantidad añadida aproximadamente 1-30% de la masa total.

20 12.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-9, caracterizado porque se emplean intercambiadores de cationes, que se preparan, mezclando el intercambiador de iones y el material fibroso, humedeciendo la mezcla con un líquido, en el cual no es soluble el agente aglutinante, moldeándola y consolidándola con adición del agente aglutinante y separando el líquido añadido del cuerpo moldeado.

30 13.- Un procedimiento para el tratamiento de mez-

310448



12 MAR

clas de ester-alcohol.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

Madrid,

P. A.

12 MAR. 1965

[Handwritten signature]
Alfonso de Guzmán
Por suya

310448

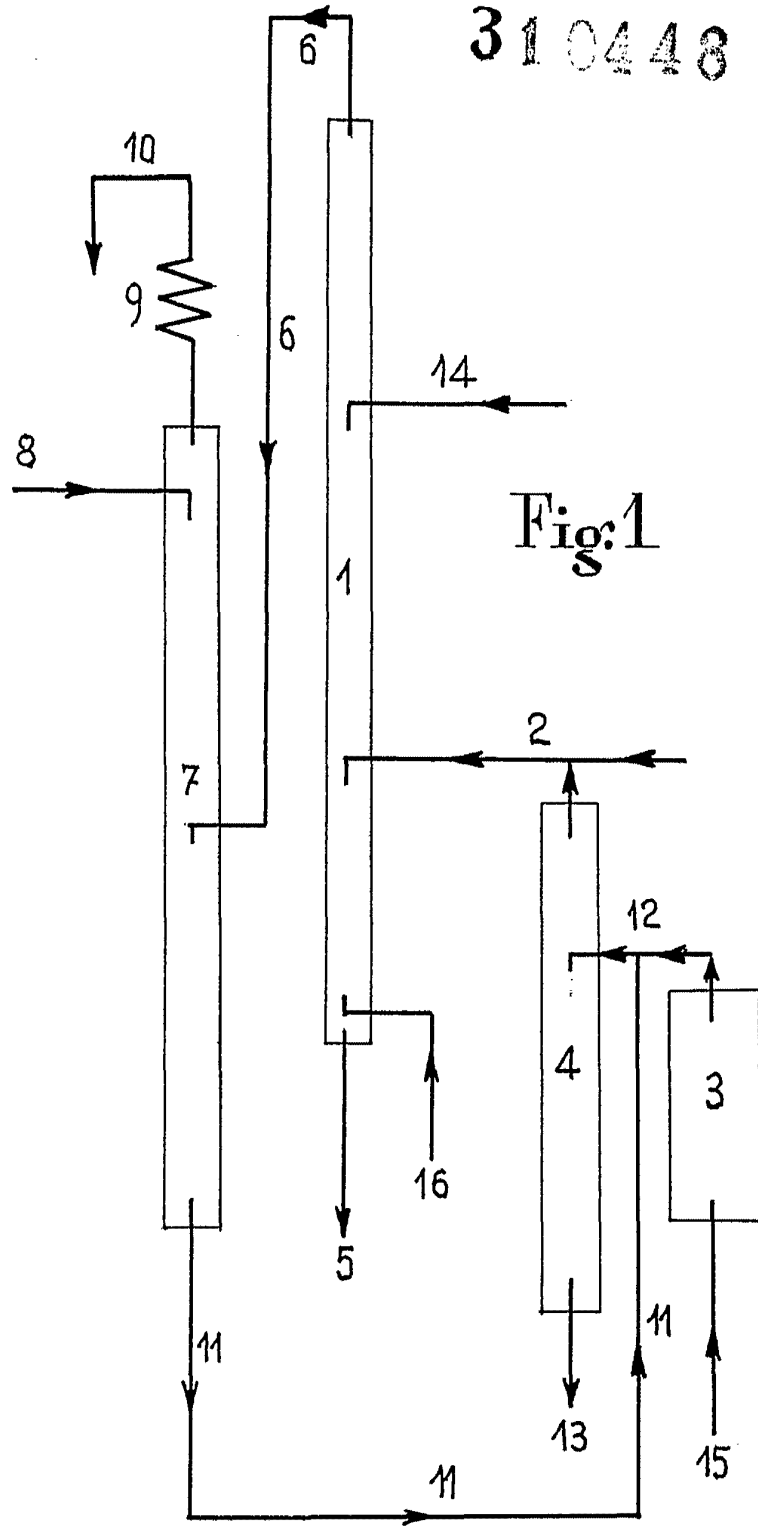


Fig:1

ESCALA VARIABLE

ALBERTO DE...
Por Poder...

Handwritten signature

310448

25

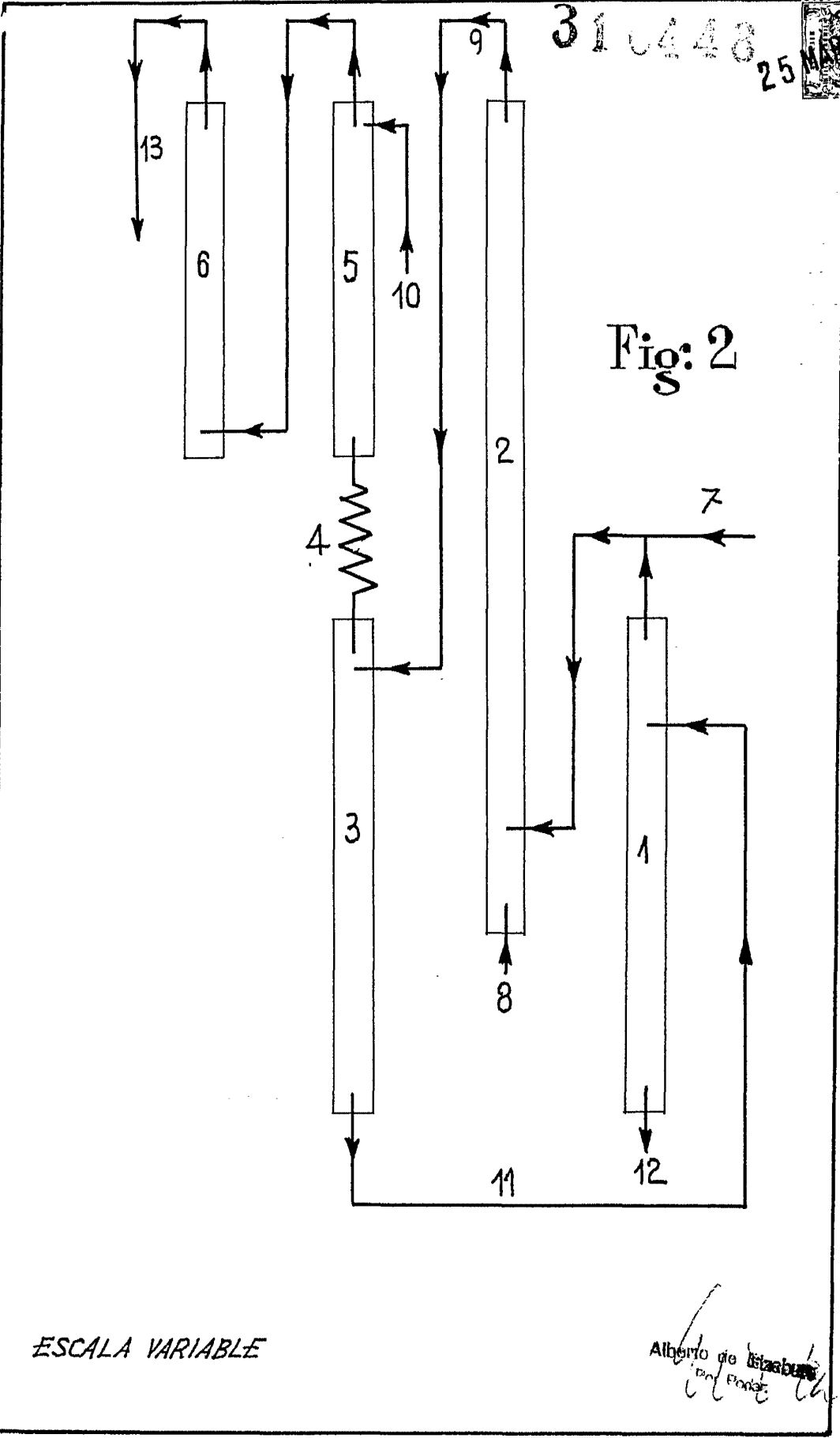


Fig: 2

ESCALA VARIABLE

Alberto de la Cruz
D.º de Física