

337564



PATENTE DE INVENCION

=====
HB.CB1-65/234 - CAS 234
=====

Memoria Descriptiva

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE
PRODUCTOS DE CONDENSACION DE ALDEHIDOS".

Solicitante: LES USINES DE MELLE, entidad francesa,
residente en : SAINT-LEGER-les-MELLE,
Deux-Sèvres, Francia.

El presente invento se relaciona con la
valoración de subproductos pesados (de elevado peso
molecular) formados durante la condensación del
butiraldehido, particularmente en etil-propil-acroleina
5. (o α -etil- β -propil acroleina, o etil-2 hexeno-2 al) y



337564

se refiere a un procedimiento perfeccionado para el tratamiento de estos subproductos, a tal fin.

5. Se sabe que, durante la condensación del butiraldehído sobre sí mismo en etil-propil-acroleína bajo la influencia particularmente de un catalizador alcalino, por ejemplo, de una solución acuosa de sosa, se forman en pequeña cantidad subproductos pesados que se obtienen durante la separación de los productos de la reacción, en forma de una mezcla de butiraldol (o
10. etil-2 hexanol-3 al) y de compuestos complejos procedentes del butiraldol y del butiraldehído y que contienen grupos acetales.

15. Así, pues, durante la fabricación industrial de la etil-propilacroleína por el procedimiento descrito en la patente española 217.869 de 15 de octubre de 1954, se forma aproximadamente el 2% de esta mezcla de subproductos pesados; con relación al peso del butiraldehído empleado lo cual representa un descenso correspondiente del rendimiento en etil-propil-acroleína.
- 20.

25. Los subproductos pesados en cuestión se descomponen por reacción, en caliente, de un agente alcalino fuerte en solución, más especialmente en solución acuosa, de preferencia una solución de sosa o de potasa. La descomposición proporciona una cantidad suplementaria de etil-propil-acroleína y regenera cierta cantidad de butiraldehído.

30. En los procedimientos tradicionales, esta descomposición de los subproductos pesados se ejecuta siempre en el seno de la mezcla bruta producida por

337564⁻³⁻



la reacción de condensación de butiraldehído. Tal es el caso, por ejemplo, en el procedimiento de la patente española nº 202.960 del 14 de abril de 1952 a nombre de la Sociedad solicitante. Según esta patente anterior, la reacción de la solución alcalina que

5. sirve de catalizador de condensación del butiraldehído se prolonga sobre la mezcla bruta resultante de la condensación sobrepasando el tiempo necesario para esta condensación; a este efecto, se opera en una columna de platos de dimensiones convenientes, y de preferencia bajo presión. Resulta de ello una descomposición parcial de los subproductos pesados y, por consiguiente, un aumento del rendimiento global de la operación.
- 10.

15. Sin embargo, el procedimiento descrito en la patente española nº 202.960 dista mucho de ser perfecto, porque en las mejores condiciones de marcha industrial, deja subsistir aún, un 2% de subproductos pesados, es decir, tanto como en el procedimiento, por otra parte más reciente, de la patente española número 217.869.
- 20.

25. Ahora bien, la Sociedad solicitante ha descubierto que se puede hacer más completa la descomposición de los subproductos pesados de esta fabricación tratándolos en caliente con una solución de un agente alcalino fuerte, no en el seno de la masa bruta resultante de la reacción de condensación del butiraldehído, sino después de haberlos separado de esta mezcla. Mediante este procedimiento, se consigue no perder más que un 0,5% del rendimiento en forma de subproductos pesados, en lugar de un 2%.
- 30.



337564

- La descomposición de los subproductos pesados, según el invento, se efectúa por medio de agentes tradicionales, es decir, por un agente alcalino fuerte en solución, más especialmente en solución acuosa, de preferencia, una solución de sosa o de potasa. Como en los procedimientos tradicionales, la descomposición proporciona la etil-propil-acroleína y el butiraldehído. Después es fácil recuperar estos dos productos. La recuperación de la etil-propil-acroleína aumenta directamente el rendimiento de la reacción; en cuanto al butiraldehído recuperado, puede ser reciclado al reactor en el que se opera su condensación en etil-propil-acroleína. El tratamiento por el agente alcalino se lleva a cabo, de preferencia, a una temperatura de 100 a 105°, pero se puede trabajar, operando bajo presión, a temperaturas mucho más elevadas que alcanzan hasta 200°, lo cual permite disminuir considerablemente el tiempo de contacto y, por tanto, aumentar de un modo concomitante la producción del aparato de tratamiento de subproductos.
- De preferencia el procedimiento, según el presente invento, se ejecuta del modo siguiente. Los subproductos pesados se tratan en continuo, en caliente, en una columna de platos del tipo denominado "de platos hondos", con una solución acuosa diluida de agente alcalino. Cuando se efectúa la condensación del butiraldehído por un catalizador alcalino y más especialmente, según el procedimiento de la patente española nº 217.869 citada anteriormente, resulta muy ventajoso, utilizar para el tratamiento de los subpro-
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



337564

- ductos, según la presente invención, la solución diluída de sosa que abandona el aparato de condensación y que, de otro modo, quedaría inutilizable y sería rechazada por inservible. La recuperación
5. del butiraldehído y de la etil-propil-acroleína liberados por este tratamiento alcalino, puede efectuarse en la misma columna de tratamiento, mediante arrastre, por medio de vapor de agua inyectado por la base, condensación de los vapores que salen en
10. cabeza y decantación del líquido condensado para separar el agua de los productos orgánicos.

EJEMPLO :

- En una instalación de fabricación de 48 toneladas/día de etil-propil-acroleína por el procedimiento de la patente española nº 217.869 antes indicada, se extraen, por hora, de la base de la columna de vaporización de la etil-propil-acroleína, aproximadamente 100 kg de una mezcla que contiene aproximadamente 60 kg de etil-propil-acroleína y 40 kg
15. de los subproductos pesados definidos anteriormente.
- 20.

- Para descomponer estos subproductos, según el presente invento, se les introduce en continuo en una columna de reacción de acero ordinario, provista de 12 platos hondos y que tienen una capacidad total de 1.000 litros aproximadamente. Se introducen al mismo tiempo en la columna de reacción 350 l/h de solución acuosa de sosa de 20 g/l procedentes de la decantación de la mezcla líquida producida por la condensación alcalina del butiraldehído en etil-propil-acroleína. La columna de reacción se calienta mediante
- 25.
- 30.

337564



inyección, por su base, de 150 kg/h de vapor de agua.

La temperatura está comprendida entre 100 y 105°.

5. Como puede deducirse de las cifras antedichas, el tiempo de contacto de los subproductos pesados con la solución de sosa es aproximadamente de 2 horas.

10. Se condensan los vapores que salen por la parte superior de la columna y se decanta el líquido condensado. La capa superior (capa orgánica) de la decantación contiene 84 kg/h de etil-propil-acroleina y 8 kg/h de butiraldehído. Como ya existen 60 kg/h de etil-propil-acroleina en la mezcla orgánica que alimenta la columna de reacción, se han recuperado, por descomposición de los subproductos pesados (aproximadamente 40 kg/h), 24 kg/h de etil-propil-acroleina y 8 kg/h de butiraldehído o sea en total, 32 kg/h de productos útiles, que representan una ganancia de 1,5% aproximadamente del rendimiento teórico con relación al butiraldehído inicialmente empleado.
15. La producción diaria de etil-propil-acroleina aumenta en más de media tonelada.

20. Por la base de la columna de reacción se extraen 4 kg/h aproximadamente de subproductos de punto de ebullición muy elevado, insolubles en agua, inutilizables, irrecuperables y que se evacúan por inservibles.
- 25.

30. Por comparación con la técnica anterior, los 100 kg/h de la mezcla a base de subproductos pesados se sometieron a un tratamiento por inyección de 120 kg/h de vapor de agua en una columna de desti-

- 7 -
337564



- lación provista de anillos Raschig. Se extraen, por hora, en cabeza de esta columna, después de decantación, 60 kg de etil-propil-acroleina recuperada y se impulsaban por la base de la columna los 40 kg de subproductos pesados que se habían desechado y por consiguiente estaban completamente perdidos.
5. El procedimiento, según el presente invento, no lleva consigo en este caso, más que un gasto suplementario de 30 kg/h de vapor, lo cual es mínimo.
10. La solución de sosa que sirve para el tratamiento no cuesta nada, puesto que sería, de otro modo, lanzada directamente al sumidero. La columna de reacción, de acero ordinario, representa una inversión solamente un poco más elevada que la simple columna de arrastre por vapor de la técnica anterior. En definitiva, se ve que el rendimiento en etil-propil-acroleina puede, gracias a la presente invención, aumentarse en 1,5% al precio de un gasto mínimo de vapor suplementario y de gastos de inversión muy moderados.

20.

- NOTA -

- 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 solicitud de patente presentada en Francia, con fecha 30 de marzo de 1966, bajo el número 55.652, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en
- 25.
- 30.

337564



- vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE PRODUCTOS DE CONDENSACION DE ALDEHIDOS"; caracterizándose por lo siguiente:
5. 1ª.- Procedimiento para el tratamiento de productos de condensación de aldehidos, por condensación parcial, por un agente alcalino fuerte, de subproductos de elevado peso molecular formados durante la condensación del butiraldehido, caracterizado porque después de la reacción de condensación se separan los citados subproductos de la mezcla bruta y se los trata en caliente con el agente alcalino fuerte en solución.
10. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el agente alcalino está en solución acuosa.
15. 3ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizado porque el agente alcalino es sosa o potasa.
20. 4ª.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se utiliza como solución de agente alcalino, la solución alcalina diluída residual de la operación de condensación alcalina del butiraldehido.
25. 5ª.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque se tratan los subproductos con la solución de agente alcalino a una temperatura de 100 a 200º, de preferencia, a unos 100-105º a la presión atmosférica.
- 30.

337564



5. 6ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque se efectúa el tratamiento en continuo en una columna de platos hondos, de la que se recuperan directamente, por destilación, por medio de vapor de agua inyectado por su base, los productos útiles que resultan de la descomposición de los subproductos tratados.

10. 7ª.- "Procedimiento para el tratamiento de productos de condensación de aldehidos"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid,

4 MAR. 1967

LES USINES DE MELLE,
J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. p. Firmado: F. Hernández Ruiz