

356210

PATENTE DE INVENCION

=====

FMC No. 5307.



## Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento continuo para la obtención de glicidol."

.....

*Solicitante:* FMC CORPORATION, entidad norteamericana, residente en 633 Third Avenue, New York, New York, EE. UU. de A.

.....

Este invento se refiere a un procedimiento para la epoxidación continua muy rápida de alcohol alílico mediante ácido peracético para producir glicidol con un gran rendimiento y pureza.

5.

Las epoxidaciones de compuestos orgánicos



- no saturados con perácidos orgánicos se realizan generalmente con un reactivo presente con exceso sustancial, con el fin de obtener velocidades de reacción y una eficacia aceptable respectivamente.
5. Estas epoxidaciones se realizan generalmente en un periodo de varias horas utilizando soluciones de perácidos orgánicos en un disolvente inerte. Las diluciones producidas por el uso de reactivos en exceso y el disolvente necesario para el perácido orgánico precisan la utilización de equipo de gran tamaño. Además, el material no saturado se suele hallar presente en un exceso sustancial y debe recuperarse y reciclarse al proceso de elaboración para conseguir una operación económica. La patente belga 692.370 describe un procedimiento para manufacturar glicidol, y si se desea glicido, epoxidando alcohol alílico con una solución del 5 al 40% de ácido peracético en un disolvente orgánico, inerte, virtualmente anhidro, para producir glicidol con un gran rendimiento y pureza. La proporción molecular de alcohol alílico a ácido peracético, se halla comprendida entre 5 y 0,7 moles de alcohol alílico a ácido peracético; siendo la proporción molar preferida del orden de 3 y 1,3 moles de alcohol alílico por mol de ácido peracético.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Se continua con la epoxidación hasta que han reaccionado por lo menos un 70% del reactivo critico. Se necesitan varias horas. Después se separa rápidamente el ácido acético formado como subproducto mediante destilación a presión reducida. El



7 JUL. 1968

- glicidol recuperado como producto es de gran calidad y puede utilizarse como producto químico intermedio ó hidrolizarse para producir una solución de glicerol acuoso que se puede purificar sin emplear los procedimientos subsiguientes de refinado utilizado en la producción de glicerol utilizando procedimientos anteriores.
- 5.
- Según el presente invento se proporciona un proceso continuo para epoxidar rápidamente alcohol alílico con ácido peracético y producir glicidol con una gran rendimiento, cuyo procedimiento comprende: (a) introducir alcohol en una zona de destilación, (b) introducir ácido peracético, en una solución del 5 al 40% en un disolvente orgánico, inerte, sensiblemente anhidro, cuyo punto de ebullición, a presión atmosférica, se halla comprendido entre 110 y 180°C, en la zona de destilación, siendo la proporción molar de alcohol alílico a ácido peracético al menos de 1,01 moles de alcohol alílico por mol de ácido peracético; (c) destilar el ácido peracético y alcohol alílico en sentido ascendente en la zona de destilación a una zona de reacción enriquecida de alcohol alílico donde tiene lugar la rápida epoxidación de dicho alcohol alílico mientras se mantiene la zona de la reacción a una temperatura de 30°C a 90°C y a una presión reducida correspondiente; (d) permitir que los productos de la reacción de epoxidación, glicidol y ácido acético, y disolvente pasen en sentido descendente en la zona de destilación; y (e) sacar continuamente los productos de
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



reacción y disolvente de la parte de reacción de la zona de destilación y sacar el alcohol alílico sin reaccionar y los subproductos de punto de ebullición bajo en forma de vapores por la cabeza de la columna de destilación.

5.

Si se desea, los reactivos, alcohol alílico y la solución de ácido peracético, pueden mezclarse previamente e introducirse la mezcla en la zona de destilación.

10.

Este procedimiento ofrece numerosas ventajas, respecto a los procedimientos anteriores a este invento para la epoxidación de alcohol alílico con ácido peracético:

1. Se pueden hacer reaccionar alcohol alílico y ácido peracético en proporciones casi estequiométricas. En virtud a la ebullición y reflujo del alcohol alílico, ó una parte en la cabeza de la columna de destilación enriquecida de alcohol alílico, se mantiene un gran exceso de alcohol alílico respecto al ácido peracético en la parte superior de la zona de reacción. No obstante, en las condiciones preferidas, la alimentación neta de alcohol alílico en la instalación representa solamente un pequeño exceso respecto a requisito teórico.

20.

2. Se pueden utilizar soluciones diluídas de ácido peracético.

El enriquecimiento de ácido peracético tiene lugar automáticamente en las zonas de destilación y reacción, de forma que el único inconveniente asociada con la utilización de disoluciones diluídas,

25.

30.



1568

es la necesidad de tener que manejar grandes volu-  
menes de líquido en el flujo interior. No obstante,  
la dilución del flujo interior es conveniente para  
reducir al mínimo las reacciones secundarias entre el  
5. glicidol y el ácido acético. De esta forma, una gran  
cantidad de disolvente produce el efecto de mejorar  
la eficacia del sistema.

3.- El procedimiento exige un tiempo de con-  
tacto muy corto entre los reactivos; la velocidad de  
10. reacción es elevada debido al mantenimiento de una  
concentración efectiva de los reactivos en la zona de  
reacción; tienen lugar menos reacciones secundarias; y  
el tiempo general de elaboración se mide en minutos  
en lugar de medirse en horas.

15. La figura 1 es un esquema del proceso gene-  
ral de elaboración en el que los reactivos se intro-  
ducen por separado y directamente a una columna de  
destilación.

20. La figura 2 es un esquema del proceso gene-  
ral de la reacción en el que los reactivos se mezclan  
previamente y después se introducen juntos en una co-  
lumna de destilación.

25. En la práctica del invento la epoxidación  
se realiza en una columna de destilación. Se disuel-  
ve ácido peracético en un disolvente en el que el áci-  
do peracético tenga una elevada volutilidad. La solu-  
ción de ácido peracético se introduce hacia la zona  
media de la columna de destilación y el alcohol alí-  
lico puede introducirse en el mismo punto ó bien por  
30. encima ó por debajo del punto de alimentación del áci-



- do peracético. La columna se hace funcionar de tal manera que el alcohol alílico y el ácido peracético asciendan por la columna y se enriquezcan por consiguiente uno con respecto al otro. Los productos de reacción, glicidol y ácido acético, y el disolvente, descienden por la columna y se sacan de la misma de un modo continuo. Después se separa, rápida y continuamente, el ácido acético del glicidol producido empleando medios conocidos.
- 5.
10. Otro método conveniente de operación es mezclar previamente el alcohol alílico y la solución de ácido peracético, alimentando después la mezcla en la columna de destilación. Esta es una característica de seguridad, porque de este modo se puede evitar el desarrollo de elevadas concentraciones peligrosas de ácido peracético asegurando la mezcla previa con alcohol alílico. Asimismo, una parte de la reacción puede realizarse fuera de la columna y eliminarse el calor correspondiente a esta reacción inicial mediante refrigeración directa, reduciendo de este modo la carga térmica en la columna de destilación.
- 15.
- 20.
- Los reactivos son alcohol alílico y ácido peracético. El alcohol alílico tiene generalmente una pureza del 95% o mayor, aunque en principio podría suministrarse como una solución en el mismo disolvente en el ácido peracético. El ácido peracético se introduce en la reacción en forma de solución diluida, conteniendo hasta un 40%, preferiblemente un 5 a 40% y mejor aún un 5 a un 20% en peso de ácido peracético disuelto en un disolvente orgánico, inerte,
- 25.
- 30.



- sustancialmente anhidro. Las concentraciones de ácido acético en las soluciones de disolventes de ácido peracético oscilan generalmente de un 5 a un 20% en peso. Es preferible emplear un ligero exceso de alcohol alílico para evitar la posibilidad de encontrar concentraciones de nivel elevado de ácido peracético con los consiguientes riesgos de explosión. Resultan apropiadas las proporciones de reactivo superiores a 1,01 moles de alcohol alílico por mol de ácido peracético, siendo preferibles las proporciones de 1,01 a 1,10 moles de alcohol alílico por mol de ácido peracético. Se pueden utilizar proporciones molares más elevadas pero no ofrecen ventaja alguna puesto que el sistema mantiene automáticamente una elevada proporción en la zona de la reacción. La temperatura se elige de forma que se asegure una velocidad y eficacia de reacción deseable y se elige una presión correspondiente para asegurar que el ácido peracético y alcohol alílico asciendan por la columna a la zona de reacción enriquecida del reactivo y que el ácido acético, glicidol y disolvente descendan por dicha columna. Las temperaturas empleadas en la zona de reacción oscilan entre unos 30 a unos 90°C., preferiblemente de aproximadamente 40 a 65°C. La presión en cabeza de la columna oscila entre unos 50 mm Hg a unos 400 mmHg. y preferiblemente de unos 100 mm a unos 200 mm Hg.
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.

El tiempo de residencia en la zona de reacción  $\chi$  definido como retención de líquido en las condiciones de operación dividido por el total de alimen-

- 30.



1968

- tación de líquido) varia dependiendo del perfil de temperatura en las zonas de reacción. Los tiempos de residencia normales son de aproximadamente 1 a 30 minutos, siendo preferibles tiempos de 5 a 15 minutos.
5. Dependiendo del modo de operación, los vapores en cabeza de la zona de reacción pueden ser virtualmente alcohol alílico ó mezclas de alcohol alílico y ácido peracético. También puede estar presente disolvente, dependiendo de la volativilidad del disolvente y del
10. punto de introducción de la solución de ácido peracético en la zona de reacción. La composición precisa en la cabeza de la zona de reacción no es un factor crítico para el invento, puesto que la zona de cabeza se condensa y vuelve a la columna en forma de reflujo o
15. mezclada con la carga de alimentación a la zona de reacción. Las impurezas volátiles que pudiera haber presente en el alcohol alílico y solución de ácido peracético, ó que se formen en la reacción, pueden acumularse en cabeza y pueden purgarse de la instalación ex-
20. trayéndose un pequeño chorro secundario de la zona de cabeza. Tales impurezas pueden comprender acetaldeído, metanol, acetato metílico, agua, acetato alílico propionaldehído, n-propanol, acetona, acroleina y éter dialílico. La cabeza de la zona de reacción puede
25. acumular cantidades sensibles de estas impurezas.

El tamaño y condiciones de operación de la columna deben ser tales que el flujo interior se halle virtualmente libre de alcohol alílico y ácido peracético. Así, se pueden ajustar el tiempo de residencia

30. y la temperatura en la columna de forma que se consi-



17 JUL 1958

gan en dicha columna una conversión prácticamente completa de ácido peracético. El flujo interior de la columna, consistente principalmente en glicidol, ácido acético y disolvente, puede elaborarse ulteriormente para conseguir la separación de estos componentes.

5. Son disolventes útiles en este proceso de elaboración aquellos que tengan temperaturas de ebullición a presión atmosférica comprendidas entre unos 110 y 180°C. En cualquier caso el punto de ebullición del disolvente deberá ser superior al punto de ebullición del ácido peracético para que el ácido peracético se separe del disolvente en la columna. Los disolventes preferidos son aquellos que tienen temperatura de ebullición a presión atmosférica comprendidas entre 130°C y 170°C. El disolvente debe ser químicamente compatible con los reactivos y productos, y tener una volatilidad tal que el ácido peracético puede destilarse en sentido ascendente en la zona de reacción mientras que el ácido acético descienda en dicha zona de reacción.
10. Los disolventes apropiados comprenden los siguientes compuestos, pero sin quedar limitados a los mismos: Acetato de butilo, acetato de amilo, butirato de butilo, etilbenceno, eptanona-2, xilenos, éter dibutílico, cumeno, pseudocumeno, monoclorobenceno, ortodichlorobenceno, metilheptilcetona y diisobutilcetona.
15. Los disolventes cuyas temperaturas de ebullición sean sensiblemente superiores al punto de ebullición del glicidol son menos apropiados, puesto que estos materiales tienen la tendencia de evitar la sepa-
- 20.
- 25.
- 30.

Los disolventes cuyas temperaturas de ebullición sean sensiblemente superiores al punto de ebullición del glicidol son menos apropiados, puesto que estos materiales tienen la tendencia de evitar la sepa-



ción de glicidol y especialmente ácido acético en el flujo interior de la columna de destilación.

A continuación se describe con relación a la figura 1 el proceso de preparación de glicidol

5. introduciendo alcohol alílico y ácido peracético por separado y directamente en una columna de destilación. Se alimenta ácido peracético en una concentración del 5 al 40%, preferiblemente del 5 al 20% en peso, en un disolvente inerte virtualmente anhidro, como puede ser la diisobutilcetona, a través de la línea 2 a la columna 32. Se alimenta alcohol alílico a través de la línea 4 a la columna 32. La sección inferior de la columna 32, sección de separación, se mantiene a aproximadamente 50 a 120°C, la sección superior de la columna 32, la zona de reacción, se mantiene a aproximadamente 30° a 90°C y a una presión aproximadamente de 50 mm. a 400 mm. de Hg. cuando se utiliza diisobutilcetona como disolvente. La zona de cabeza de la columna, consistente principalmente en alcohol alílico, condensa y devuelve a la columna 32; se saca una pequeña cantidad de condensado de la zona de cabeza a través de la línea 6 para evitar la acumulación de subproductos volátiles ó impurezas en la carga. Los productos de reacción, glicidol y ácido acético, junto con el disolvente descienden por la columna y salen de la misma como flujo inferior por la línea 8 que alimentan a la columna 34.

30. La columna 34 es una columna de destilación que se mantiene a presión reducida. El ácido acético



- se separa del glicidol en esta columna y se saca de la instalación por la línea 10. El glicidol producido se recupera por la línea 12 y puede hallarse en forma de un azeotropo de glicidol disolvente. El disolvente y productos de elevadas temperaturas de ebullición se sacan como flujo inferior de la columna 34 y se alimentan a través de la línea 14 a la columna 36 que funciona a presión reducida. El disolvente orgánico se vaporiza y se extrae por la línea 16 y los productos de elevadas temperaturas de ebullición se sacan en forma de flujo inferior y se separan de la instalación a través de la línea 18.
- 5.
  - 10.

- A continuación se describe el proceso de preparación del glicidol mezclando previamente los reactivos en una premezcla e introduciendo los reactivos mezclados en la columna de destilación tomando como referencia la figura 2. Se alimenta ácido peracético en una concentración del 5 al 40%, preferiblemente del 5 al 20% en peso, en un disolvente inerte virtualmente anhidro, como puede ser la diisobutilcetona, a través de la línea 52 a la premezcladora 42. Se alimenta alcohol alílico a través de la línea 54 a la premezcladora 52. El tiempo de residencia en la premezcladora se regula generalmente a unos 20 minutos y la temperatura se mantiene a aproximadamente 35-65°C. En estas condiciones aproximadamente un 25% del alcohol alílico se convierte en glicidol en la premezcladora. La mezcla de la premezcladora se alimenta a través de la línea 56 a la columna 44. La sección inferior de la columna 44, la sección de separación, se mantienen a aproximadamente 50 a 120°C, la sección superior de la columna 44, la zona de reacción, se mantienen a aproximadamente 30
- 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



- a 90°C y a una presión de aproximadamente 50 mm a 400 mm de Hg cuando se utiliza diisobutilacetona como disolvente. La cabeza de la columna, consistente principalmente en alcohol alílico, se condensa y devuelve a la columna
5. 44. Se saca una pequeña cantidad de condensado de cabeza a través de la línea 58 para evitar la acumulación de sub productos volátiles ó impurezas en la carga. Los productos de reacción, glicidol y ácido acético, junto con disolvente, descienden por la columna y salen de la misma
10. en forma de flujo inferior a través de la línea 60 y se alimentan a la columna 46.

- La columna 46 es una columna de destilación que se mantiene a presión reducida. El ácido acético se sepa ra del glicidol en esta columna y se saca de la instala ción a través de la línea 62. El glicidol producido se recupera por la línea 64 y puede hallarse en forma de un azeotropo de glicidol-disolvente. El disolvente y los pro ductos de elevadas temperaturas de ebullición se cacan de la columna 46 como flujo inferior y se alimentan a tra vés de la línea 66 a otra columna de destilación 48, que se hace funcionar a presión reducida. El disolvente orgá nico se vaporiza y saca por la columna 48 a través de la línea 68. Los productos de elevadas temperaturas de ebullición se sacan como flujo inferior de la columna 48 y se separan de la instalación a través de la línea 70.
15. 20. 25.

- Los ejemplos que siguen ilustran el nuevo proce dimiento descrito en la presente memoria, y se exponen sin intención alguna de que el invento quede limitado a los mismos. Todas las partes y porcentajes se dan en peso a menos que se indique lo contrario.
- 30.



Ejemplo 1

Se dispuso del modo que sigue una columna Oldershaw, de vidrio con platos de rejilla continua de 50,8 mm.: condensador, cabeza de reflujo magnetica, controlada para dar una proporción de reflujo de 15:1, 5 platos, sección de regulación de temperatura, sección de alimentación de alcohol alílico, 20 platos, sección de alimentación peracético, 30 platos y un dispositivo de transferencia calorífica que produce vapor en el fondo de la columna de destilación.

Se puso en funcionamiento la columna y se reguló a una presión en cabeza de 100 mm Hg. con diisobutilcetona para en la columna. Se introdujeron los reactivos en la columna del modo que sigue: Alcohol alílico, 2042 gms.; pureza 98,7%, 34,70 moles, que se alimentó en la columna a una velocidad de 3,06 gms. (0,053 moles) por minuto.; ácido peracético, 8,15% y ácido acético 3,12% en diisobutilcetona, 17348 gms. de solución se alimentaron en la columna a una velocidad de 25 gms. por minuto, equivalente a 0,028 moles de ácido peracético por minuto, ó un total de 18,84 moles de ácido peracético. El contenido de ácido acético de la carga fué de 9,01 moles.

Se hizo funcionar la columna de reacción a 100 mm Hg. y la temperatura de los vapores en cabeza fué de 46 a 48,5°C, el plato de alimentación de alcohol alílico a 51,5-52°C, el plato de alimentación de ácido peracético a 72-73,5°C. y el dispositivo de transferencia calorífica funcionó de 96 a 99°C.

Se recuperó destilado por cabeza que pesaba 1.154 gms. y contenía los componentes que sigue: acetaldehido,



1968

0,04%, propionaldehído, 0,01%; acetato de metilo, 2,5%; acroleína, 1,6%; metanol, 3,8%; éter dialílico, 0,4%; acetato alílico, 1,0%; propanol, 0,9%; alcohol alílico, 85,2%; glicidol, 0,49%; ácido acético, 0,66%; y componentes desconocidos, 3,2%. El tiempo de permanencia en la columna fué de aproximadamente 10 minutos.

5.

El flujo inferior de la zona de reacción fué de 18.109 gramos que contonían un 0,04% de ácido peracético y 0,03 de productos de baja temperatura de ebullición incluyendo alcohol alílico. El flujo inferior se alimentó en una secuencia de zonas de destilación continua y se destiló para producir 24,14 moles de ácido acético y 15,02 moles de glicidol y una pequeña cantidad de productos de temperaturas elevadas de ebullición.

10.

15.

Este ejemplo demuestra que el proceso de elaboración puede realizarse con elevada proporción molar de alcohol alílico por mol de ácido peracético; no obstante, esto no resulta conveniente debido al costo que lleva consigo la recuperación del alcohol alílico.

20.

#### Ejemplo 2

Una columna Oldershaw de 50,8 mm. se dispuso del modo que sigue: condensador, cabeza de reflujo magnética, sección de regulación de temperatura, 5 platos, sección de alimentación de alcohol alílico, 20 platos, sección de alimentación de ácido peracético, 20 platos, y un dispositivo de transferencia térmica.

25.

30.

La presión en la columna se ajustó a 100 mm. de Hg., se introdujó diisobutilcetona y se calentó y se comenzó a alimentar alcohol alílico cuando los vapores de diisobutilcetona alcanzaron la sección de alimentación de



ácido peracético. La columna se mantuvo bajo total reflujo hasta que la temperatura en la sección de alimentación de ácido peracético se estabilizó en 60°C. Después se introdujo una solución de ácido peracético en diisobutilcetona en la columna a la velocidad indicada en la tabla que sigue. Simultaneamente, se alimentó alcohol alílico en la columna a tal velocidad que la temperatura del plato de alimentación de ácido peracético se mantuviera a 62-63°C. Cuando la columna alcanzó el equilibrio, la temperatura de los vapores en cabeza era de 40,5°C, y la temperatura del flujo inferior de 94 a 95°C. Se introdujeron cantidades medidas de los reactivos alcohol alílico y solución de ácido peracético-ácido acético en diisobutilcetona del modo que sigue:

15.	Composición de la carga de alimentación % en peso	Total de moles de carga	Velocidad de alimentación moles/minuto	
	Alcohol alílico	97,9	26,33	.0410
	Solución de ácido peracético			
20.	ácido peracético	7,88	23,95	.0373
	ácido acético	4,98	19,17	.0298

Se sacó por la parte superior ó cabeza de la columna de destilación aproximadamente un 1,8% del total de la carga de alimentación y su análisis demostró que consistía en un 50 a un 55% de alcohol alílico correspondiente a 3,78 moles. El flujo inferior contenía 20,19 moles de glicidol, lo que representaba un 93,1% de eficacia de alcohol alílico no recuperado. El flujo inferior contenía asimismo 41,7 moles de ácido acético ó un 95,9 del total de ácidos orgánicos alimentados en la instalación.



17 JUL 1968

5. El tiempo de residencia en la columna fué de aproximadamente 6 minutos. El flujo inferior de la columna se alimentó a una zona de destilación continua, y se destiló para separar el ácido acético y una pequeña cantidad de productos de elevadas temperaturas de ebullición del glicidol.

### Ejemplo 3

10. Una columna Oldershaw de 50,8 mm. se dispuso del modo que sigue: condensador, cabeza de reflujo magnético, sección de regulación de temperatura, 10 platos, sección de alimentación de ácido paracético, 10 platos, sección de alimentación de alcohol alílico, sección de regulación de temperatura para la regulación de la velocidad de alimentación de alcohol alílico, 30 platos, y un dispositivo de transferencia térmica. El alcohol alílico alimentado en este ejemplo se introdujo por debajo de la carga de ácido paracético.

20. Se puso en marcha la columna según se describe en el ejemplo 2. Después se introdujo una solución de ácido paracético (7,71%) y ácido acético (5,01%) en diisobutilacetona a una velocidad de 32,8 gms. por minuto a la sección de alimentación de ácido paracético, mientras que simultáneamente se alimentaba alcohol alílico (98,7% de pureza) a razón de 2,17 gms. por minuto en la sección de alimentación de alcohol alílico. El total de la solución de ácido paracético alimentado en la columna fué de 10.520 gms. (10,67 moles) y 685 gms. (11,81 moles) de alcohol alílico.

30. La columna se hizo funcionar manteniendo la temperatura de los vapores en cabeza a 39,5 a 40,5°C. La tempe-



17 JUL 1968

5. ratura del plato de alimentación del alcohol alílico fué de 62 a 64,5°C y el dispositivo de transferencia termica se hizo funcionar a 96-99°C. El destilado extraído por cabeza pesaba 155 gms. y contenía un 44,1% de alcohol alílico (1,10 moles). El tiempo de residencia en la columna fué de aproximadamente 8 minutos.

10. El flujo inferior (11,060 gms.) contenía un 7,06% de glicidol, (410,54 moles) y un 10,12 % de ácido acético (18,63 moles). El flujo inferior contenía también alcohol alílico (0,14%, 0,27 moles) y ácido peracético (0,07%, 0,10 moles). La eficacia aparente de conversión de alcohol alílico a glicidol fué del 10,8%; después de la oportuna corrección de los cálculos de alcohol alílico se estimó la eficacia en un 98,0%. La recuperación de ácido acético y 15. peracético fué de 96,5% de la cantidad de ácidos alimentados.

El glicidol se recuperó del flujo inferior de la zona de reacción según se describe en el ejemplo 1.

#### Ejemplo 4

20. Se alimentaron alcohol alílico y ácido peracético en una premezcladora y se mezclaron entre sí a una temperatura de aproximadamente 53° a 55°C por espacio de unos 20 minutos durante cuyo tiempo aproximadamente un 25% del alcohol alílico alimentado se convirtió en glicidol en la 25. premezcladora. Se dispuso una columna Oldershaw de 50,8 mm. como en el ejemplo 3, a excepción de que la carga mezclada se introdujo en el punto de alimentación de ácido peracético y la parte del reflujo se desvió a lo que había sido la sección de alimentación de alcohol alílico para mantener 30. aproximadamente los mismos gradientes de velocidades de



- flujo de alcohol alílico y concentración en la columna. La columna se hizo funcionar según se describe en el ejemplo 3 y el alcohol alílico se convirtió en glicidol con una eficacia química del 96%. La recuperación de ácido acético fué del 96,5% sobre el total de ácidos orgánicos alimentados en la instalación. El flujo inferior de la columna de reacción se trató mediante destilación continua según se describe en el ejemplo 1 para separar glicidol del ácido acético. El tiempo de permanencia en la columna fué de aproximadamente 8 minutos.

#### Ejemplo 5

- Se dispuso una columna Oldershaw de 50,8 mm. según se describe en el ejemplo 3. La columna se puso en marcha a una presión de 175 mm. Hg. utilizando disolvente de etilbenceno. El etilbenceno se introdujo y se calentó y se comenzó a alimentar alcohol alílico cuando los vapores de etilbenceno alcanzaron la sección de ácido peracético. Se introdujo una solución de ácido peracético (8,20%) y ácido acético (2,56%) en etilbenceno a una velocidad de 29,5 gramos por minuto, mientras se alimentó alcohol alílico, (98,6%) a una velocidad de 2,12 gms./minuto. Se alimentó un total de 17.700 gramos (19,10 moles) de solución de ácido peracético y 1.291 gramos (21,92 moles) de alcohol alílico. La temperatura de los vapores en cabeza fué de 56 a 60°C., el plato de alimentación de ácido peracético se halló a 64-67°C. y el dispositivo de transferencia termica se halló a 94-97°C. Se sacaron por cabeza 300 gramos de destilado que contenia un 56% de alcohol alílico (2,90 moles). El flujo inferior (18.690 gramos) contenía un 7,09% de glicidol (17,90 moles, 94,5% de eficacia basa-



1968

- da en el alcohol alílico contenido) y 8,10% de ácido acético (25,2 moles, 94,5% de recuperación basada en el total de ácidos orgánicos alimentados). El tiempo de residencia en la columna fué de aproximadamente 10 minutos.
5. Ulteriormente se elaboró el flujo inferior mediante destilación continua en una segunda columna de destilación para separar el ácido acético del glicidol producido. La segunda columna de destilación que separaba el ácido acético se hizo funcionar para que separara azeotropo de glicidol disolvente, y productos de elevada temperatura de ebullición, que se sacaron de la columna de destilación como flujo inferior. El flujo inferior que contenía disolvente y productos de elevada temperatura de ebullición se destió en otra columna de destilación para separar el disolvente que se devolvió a la instalación. Los productos de elevada temperatura de ebullición se sacaron de la tercera zona de destilación como flujo inferior.
- 10.
- 15.

N O T A

20. 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 Norteamérica con el nº Ser. No. 653.847 de 17 de Julio de 1967, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO CONTINUO
- 25.
- 30.



PARA LA OBTENCION DE GLICIDOL", caracterizándose por lo siguiente:

- 1.- Procedimiento continuo para la obtención de glicidol, por epoxidación de alcohol alílico con ácido peracético, caracterizado porque comprende: introducir alcohol alílico en una zona de destilación; introducir ácido peracético en una solución del 5 al 40% en un disolvente orgánico, inerte, virtualmente anhidro, cuya temperatura de ebullición a presión atmosférica se halla comprendida entre 110 y 180°C., en la columna de destilación, siendo la proporción molar de alcohol a ácido peracético al menos de 1,01 moles de alcohol alílico por mol de ácido peracético; destilar el ácido peracético y alcohol alílico en sentido ascendente en la zona de destilación a una zona de reacción enriquecida por alcohol alílico en la que tiene lugar la rápida epoxidación del alcohol alílico mientras se mantiene la zona de reacción a una temperatura de 30 a 90°C. y a una presión reducida correspondiente; dejar que los productos de reacción por epoxidación, glicidol y ácido acético y disolvente descendan en la columna de destilación; y sacar de una forma continua los productos de reacción y disolvente de la parte inferior de la zona de destilación y sacar el alcohol alílico sin reaccionar y los subproductos de baja temperatura de ebullición como vapores en cabeza.
  - 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el alcohol alílico y solución de ácido peracético se mezclan previamente y la mezcla de reactivos se introduce en la zona de destilación.
  - 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó

17 JUL



2, caracterizado porque la temperatura en la sección inferior de la zona de destilación se mantiene entre 50 y 120°C.

5. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque la temperatura en la zona de reacción es de 40 a 65°C.; la temperatura en la sección inferior de la zona de destilación es del orden de 65 a 120°C; y la presión en cabeza de la zona de destilación se halla comprendida entre 50 mm. y 200 mm. Hg.
10. 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el alcohol alílico se separa de los vapores de cabeza y se devuelve a la zona de destilación.
15. 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el disolvente orgánico inerte tiene un punto de ebullición a presión atmosférica comprendida entre 130 y 170°C.
20. 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el disolvente orgánico inerte se elige del grupo que consiste en: acetato de butilo, acetato de amilo, butirato de butilo, etilbenceno, ortoxileno, pseudocumeno, monoclorobenceno, ortodichlorobenceno, metilheptilcetona, y diisobutilcetona.
25. 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el tiempo de residencia de los reactivos en la zona de destilación es del orden de 1 a 30 minutos.
30. 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el tiempo de residencia de los reactivos en la zona de destilación es del orden de 5 a 15 minutos.



tos.

10.- Procedimiento continuo para la obtención de glicidol, tal y como queda sustancialmente descrita en la presente Memoria y en los dibujos adjuntos.

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

Madrid,

17 JUL 1968

TEC CORPORATION.

A GOMEZ A EGO Y MODEV  
p.p. Firmado: J. Hernández Ruiz

1/2

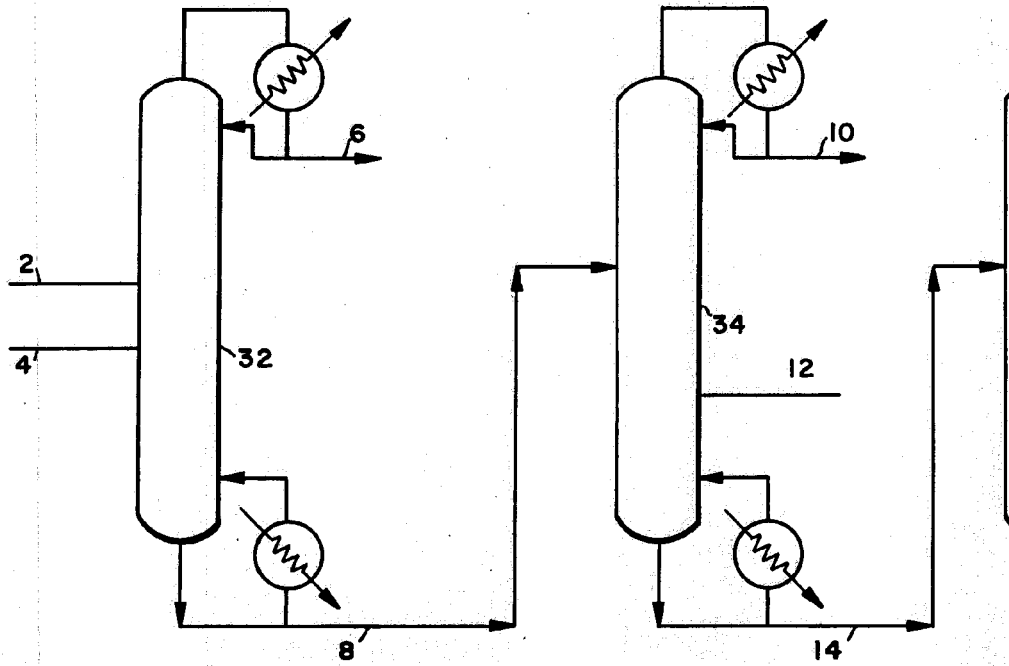


FIG. I.

2/12

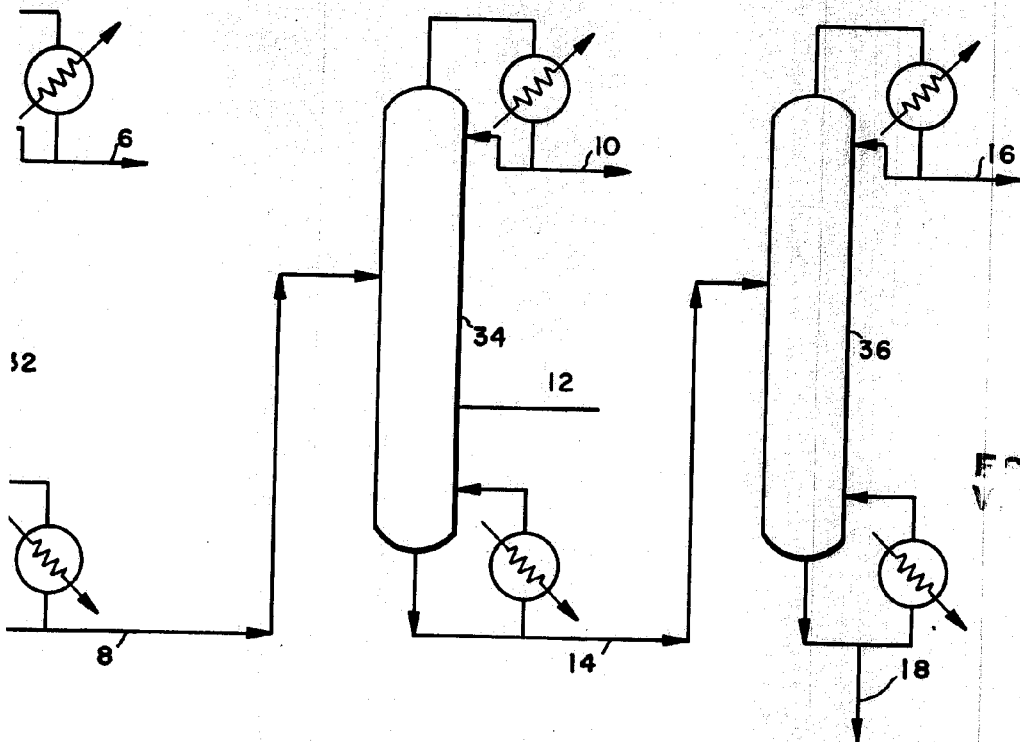
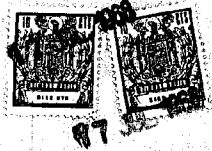


FIG. I.

FRANCIA

17 JUL 1969  
SOMER AGRIO Y CORDER  
S. A. Madrid, España

112

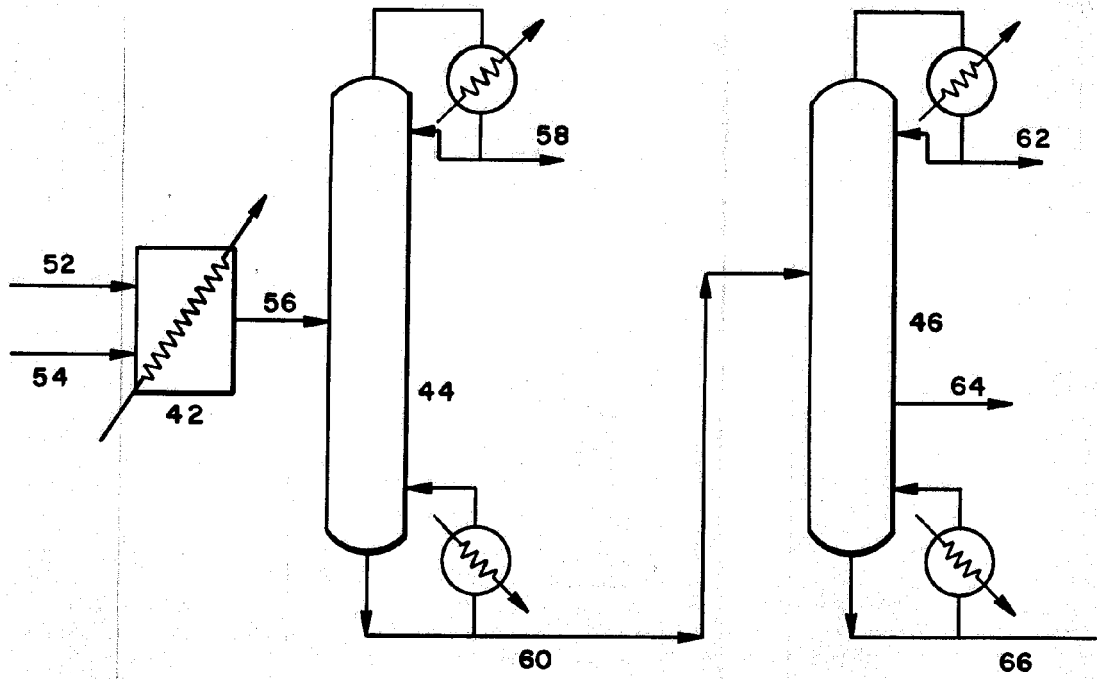


FIG. 2

7/2

SPAIN

2 hojas hoja 2

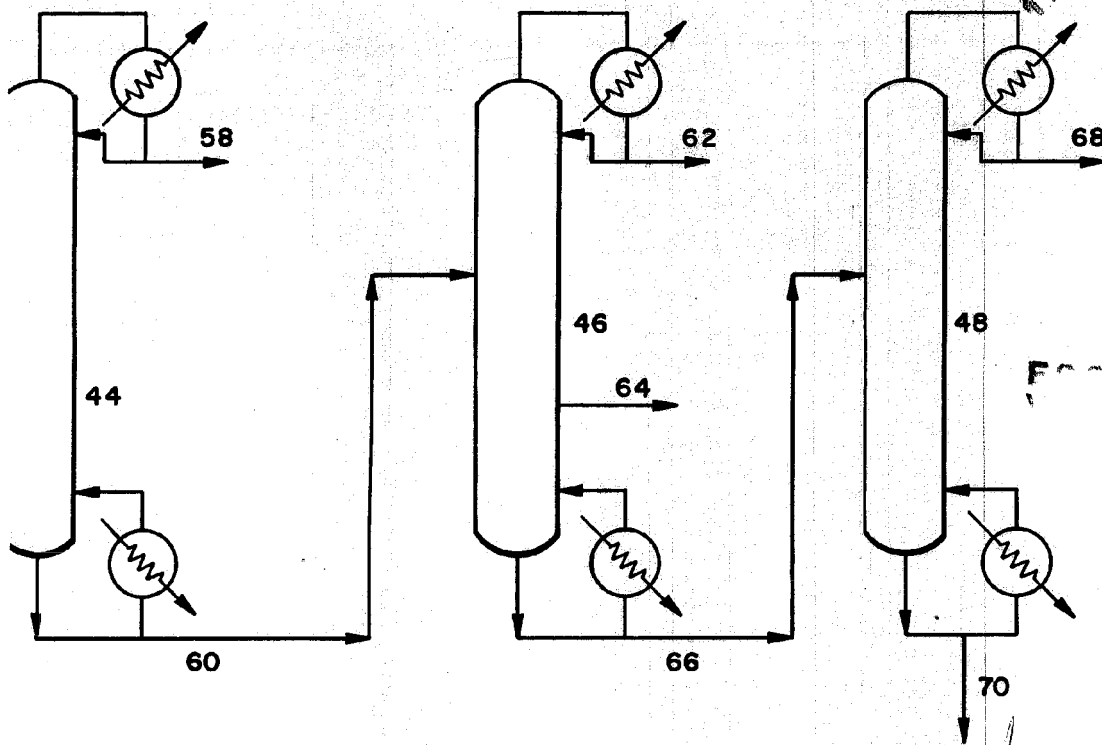


FIG. 2

07 JUL 1968  
MADRID  
J. Y. MOSEY  
Ingeniero de Minas y Geología