

377161

PATENTE DE INVENCION

LA A LE 080-EP.

377161

CLASIFICACION	LINEA
C. A. C. I. G.	
Cl. e. 07	
SUBCLAS. e	



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE ACETATO DE ALILO.--

Solicitante FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en 509 Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.



1 por ejemplo un 30 % hasta un 80 %, sea convertida en el paso direc-
to, y entonces puede lograrse la disgregación a una relación baja de
agua a ácido acético en el producto de entrada, por ejemplo 5 a 10
moles de agua por cada mol de ácido acético. Finalmente puede ope-
5 rarse bajo tales condiciones que en el paso directo se convierte un
80 % hasta el 100 % del ácido acético, y entonces puede lograrse la
disgregación a relaciones todavía más bajas de agua a ácido acético,
por ejemplo 1 a 5 moles de agua por cada mol de ácido acético. -

Un modo operativo preferido, por ello, con-
10 siste en que por hora se introducen las siguientes cantidades de apli-
cación:

1 a 3 moles de ácido de acético por litro de catalizador,
1 a 10 moles de agua por cada mol de ácido acético,
1 a 5 moles de oxígeno por cada mol de ácido acético,
15 4 a 40 moles de propileno + componentes inertes por cada mol
de oxígeno,

y en que dentro del margen de 50 a 250°C se ajusta una temperatura
tal que llega a convertirse en el paso directo un 90 % hasta el 100 %
del ácido acético aplicado. En el enfriamiento del producto de reac-
20 ción gaseoso hasta temperaturas inferiores a 50°C, entonces se ob-
tienen una fase líquida superior que consta esencialmente de acetato
de alilo, y una fase líquida inferior que consta esencialmente de
agua. -

El paladio contenido en el catalizador puede es-
25 tar presente como metal o en forma de compuestos que, de prefe-

377161

- 5 MAR 1954

1 rencia, son substancialmente exentos de halógenos, de azufre y de
nitrógeno, por ejemplo como acetato de paladio, benzoato de paladio,
propionato de paladio, acetilacetato de paladio, hidróxido de pa-
ladio. -

5 El catalizador contiene ventajosamente compues-
tos alcalinos que constan de acetatos alcalinos o de compuestos al-
calinos que, bajo las condiciones de reacción, se transforman por
lo menos parcialmente en acetatos alcalinos, por ejemplo formiatos,
propionatos, hidróxidos, carbonatos, fosfatos, boratos, citratos,
10 tartratos, lactatos. Compuestos alcalinos apropiados son: compues-
tos del potasio, del sodio, del litio, del rubidio y del cesio. -

Además, al catalizador pueden agregarse meta-
les o compuestos que ejercen influencia sobre la actividad y selecti-
vidad del catalizador. Aditivos apropiados son por ejemplo metales
15 del grupo V a VIII del sistema periódico y/u oro y/o cobre, pudiendo
los metales estar presentes también como compuestos que son subs-
tancialmente exentos de halógeno, azufre y nitrógeno. A título de
ejemplo, como aditivos sean mencionados: oro, platino, iridio, ru-
tenio, rodio como metal u óxido o hidróxido, así como óxidos, hi-
20 dróxidos, acetatos, acetilacetatos o sus productos de descompo-
sición o de transformación de los elementos hierro, manganeso, cro-
mo, tungsteno, molibdeno. De preferencia, se emplean, como adi-
tivos, compuestos de hierro que son substancialmente exentos de ha-
lógeno, azufre y nitrógeno. -

25 Los catalizadores se encuentran preferiblemente



1 sobre soportes. Como soportes de catalizador pueden emplearse,
por ejemplo: ácido silícico, silicatos naturales y sintéticos, carbón
activo, óxido de aluminio, espinela, piedra pómez, dióxido de tita-
nio. Son preferidos tales soportes que tienen una elevada resistencia
5 química al agua y al ácido acético, tales como por ejemplo ácido si-
lícico. -

El catalizador puede ser empleado por ejemplo
en forma de píldoras, medialunas o bolitas, por ejemplo en forma de
bolitas de un diámetro de 4 a 6 mm. -

10 La producción de los catalizadores puede efec-
tuarse de la más diferente manera. Por ejemplo, pueden disolverse
compuestos de los metales en un disolvente, aplicarlos subsiguiente-
mente al soporte, por impregnación y entonces secarlos. Pero tam-
bién pueden aplicarse los componentes sucesivamente al soporte por
15 impregnación y transformarlos eventualmente por un tratamiento in-
termedio, tal como calcinación, o por reacciones químicas, tales
como por ejemplo tratamiento con soluciones de hidróxidos alcalinos,
carbonatos alcalinos, agentes reductores. En la preparación de los
catalizadores, puede partirse de compuestos que contienen azufre,
20 nitrógeno o halógeno, tales como por ejemplo cloruro de sodio-pala-
dio, ácido tetraclorocáurico, cloruro de hierro, nitrato de cobre, sul-
fato de manganeso, y entonces transformar estos compuestos sobre
el soporte en compuestos insolubles que son esencialmente exentos
de azufre, nitrógeno y halógeno, tales como por ejemplo metal de
25 paladio, óxido de paladio, hidróxido de hierro, hidróxido de oro,

377161



1 hidróxido de cobre, óxido de manganeso, y entonces por lavado li-
berar el catalizador de los compuestos de nitrógeno, de azufre y de
halógeno. -

5 Por ejemplo, pueden aplicarse por impregna-
ción compuestos orgánicos de paladio y de hierro juntos en un disol-
vente orgánico y secarse los mismos, pudiendo aplicarse temperatu-
ras de secamiento de por ejemplo 50 a 150°C; entonces pueden apli-
carse por impregnación acetatos alcalinos en solución acuosa y se-
carse éstos a temperaturas de 50 a 200°C. Bajo las condiciones de
10 secamiento puede producirse una descomposición o transformación
parcial o total de los compuestos orgánicos de paladio y de hierro.
El catalizador así obtenido puede tratarse con metanol, etileno o
propileno líquido o gaseoso, reduciéndose así los compuestos de
paladio a paladio metálico. Antes de la reacción con propileno, á-
cido acético y oxígeno a formar acetato de alilo, también puede tra-
15 tarse el catalizador, en la fase gaseosa, con propileno y agua, even-
tualmente ácido acético y/o nitrógeno y/o dióxido de carbono, en lo
que puede ocurrir una reducción parcial o total del compuesto de pa-
ladio a paladio metálico. -

20 El procedimiento según la invención puede ser
realizado a la presión normal o a una presión elevada, preferible
a 3 hasta 15 atmósferas de presión relativa. -

Un modo operativo preferido en la preparación
de los catalizadores consiste en que acetilacetato de paladio y
25 eventualmente acetilacetato de hierro se disuelven en benceno, se

377161



1 aplican por impregnación al soporte de catalizador, se secan a
80-100°C, subsiguientemente se aplica por impregnación adicho
soporte acetato de potasio en solución acuosa, se somete el catali-
zador a un tratamiento térmico a 100-130°C y entonces se trata el
5 catalizador en la fase gaseosa a 50-250°C - eventualmente bajo pre-
sión -con propileno y agua y eventualmente ácido acético. Es téc-
nicamente ventajoso efectuar este tratamiento en el reactor antes
de la reacción formadora de acetato de alilo propiamente dicha, va-
le decir, antes de la adición del oxígeno. -

10 Un modo operativo ulterior preferido en la pre-
paración de los catalizadores consiste en que se impregna el sopor-
te, por ejemplo ácido silfícico, con una solución acuosa de cloruro
de sodio-paladio conforme al poder absorbente del soporte, se seca,
se transforma con una solución acuosa de hidróxido de sodio del clo-
15 ruro de sodio-paladio en un compuesto de paladio insoluble en agua,
por ejemplo hidróxido de paladio, subsiguientemente se reduce el
compuesto de paladio insoluble, por tratamiento con hidrato de hi-
dracina acuoso, a paladio metálico, entonces por lavado se libera
el catalizador de cloruros y de hidracina, luego se lo seca y entou-
20 ces se lo impregna con acetato de potasio. -

El catalizador acabado contiene ventajosamente,
calculado como metal, 1 a 10 g de Pd, así como 1 a 50 g de acetato
alcalino por litro de catalizador. En el caso de emplearse otros me-
tales o compuestos metálicos como aditivos, el catalizador acabado
25 puede contener estos metales - calculados como metal - por ejemplo

377161



1 en cantidades de 0,1 a 10 g. Las materias primas requeridas para
la preparación del acetato alcalino, preferiblemente deben ser exen-
tos de compuestos de halógeno, de azufre y de nitrógeno. -

5 El gas que entra en el reactor puede contener,
además de propileno, oxígeno, ácido acético y agua, componentes
inertes, tales como por ejemplo propano, dióxido de carbono, nitró-
geno, argón. La concentración de oxígeno en la entrada en el reac-
tor se elige ventajosamente de tal modo que queda debajo del límite
de explosión de la mezcla de gas que se encuentra en el reactor. -

10 Las cantidades de ácido acético y de agua son
elegidas de tal modo que, bajo las condiciones de reacción, los com-
ponentes participantes en la reacción están presentes en la fase
gaseosa. -

15 Mientras que en la aplicación de pequeñas can-
tidades de agua, los acetatos alcalinos abandonan paulatinamente el
catalizador, en el caso del modo operativo según la invención, ésto
prácticamente no ocurre. Por consiguiente, una nueva adición de
los acetatos alcalinos, entre otras cosas, no hace falta o bien es
necesaria tan solo a grandes intervalos. En el caso necesario, la
20 adición puede ser efectuada, por ejemplo de tal manera que en la
corriente de gas caliente, antes de entrar en reacción, se introdu-
cen pequeñas cantidades de acetatos alcalinos, por ejemplo en for-
ma de una solución diluída de acetatos alcalinos en agua y/o ácido
acético, pudiendo inyectarse la solución en fase líquida directamen-
25 te en la corriente de gas caliente y evaporársela en ésta. -

377161

25 MAR 1970
U.S. PATENT & TRADEMARK OFFICE

1 La reacción es llevada a cabo ventajosamente
en reactores tubulares. Dimensiones apropiadas de los tubos de reac-
ción son, por ejemplo longitudes de 4 a 8 m y diámetro interior de
20 a 50 mm. El calor de reacción puede ser desviado ventajosa-
5 mente por líquidos refrigerantes en ebullición que rodean los tubos
de reacción, por ejemplo agua a presión. -

La reacción puede llevarse a cabo, por ejemplo
de tal manera que un gas de circulación que consta esencialmente de
propileno, oxígeno y componentes inertes, tales como dióxido de
10 carbono, propano, nitrógeno, argón, se hace pasar bajo presión por
un evaporador que contiene ácido acético y agua, y que por selección
apropiada del producto líquido en el evaporador y por la temperatura
en el evaporador, se carga el gas de circulación con la cantidad de-
seada de ácido acético y de agua. Entonces se calienta la mezcla de
15 gas bajo presión a la temperatura de reacción y se le agrega el oxí-
geno necesario para la reacción. -

Para el procedimiento según la invención, en
el producto de entrada que entra en el reactor en forma gaseosa, se
emplea una proporción de agua: ácido acético tal que los componen-
tes condensables contenidos en el producto de reacción y consisten-
20 tes esencialmente en agua, acetato de alilo y ácido acético, a tem-
peraturas debajo de 50°C a la presión normal o a una presión eleva-
da, se disgregan bajo formación de una fase superior que consta esen-
cialmente de acetato de alilo, y de una fase inferior que consta esen-
cialmente de agua. Puede llevarse a cabo el procedimiento de tal
25 manera que se enfría la mezcla gaseosa de reacción bajo la presión

377161



1 de reacción hasta temperaturas inferiores a 50°C, por ejemplo has-
ta 20°C y que se la separa, en un separador, bajo la presión de reac-
ción, en una fase superior y otra inferior. La fase superior que cons-
ta esencialmente de acetato de alilo, puede ser retirada del separa-
5 dor bajo presión y generalmente puede ser empleada, sin tratamiento
previo ulterior, por ejemplo como producto de partida para síntesis
químicas. Pero también puede someterse la fase superior a un aflo-
jamiento de tensión en un separador sin presión, pudiendo llevarse
el producto, antes o después de este aflojamiento, a una temperatura
10 más alta o más baja y pudiendo separarse componentes eventualmen-
te formados de una fase inferior. La fase superior así obtenida y que
consta esencialmente de acetato de alilo, por lo general, puede ser
empleada, sin tratamiento previo ulterior, por ejemplo como pro-
ducto de partida para síntesis químicas. Pero también pueden sepa-
15 rarse compuestos, tales como por ejemplo agua y/o ácido acético,
contenidos, además de acetato de alilo, en la fase superior, por
ejemplo mediante destilación, y aislarse así el acetato de alilo en
condición pura. La fase inferior contenida en el separador a pre-
sión y que consta esencialmente de agua, puede ser devuelta total o
20 parcialmente al evaporador de ácido acético y agua y de ahí en for-
ma de gas a la producción de acetato de alilo. Pero también la fase
inferior puede ser sometida a un aflojamiento de tensión en un se-
parador sin presión, pudiendo llevarse el producto, antes o después
de este aflojamiento, a una temperatura más alta o más baja y pu-
25 diendo separarse componentes eventualmente formados de una fase

377161



1 superior. La fase inferior así obtenida puede ser devuelta total o
parcialmente al evaporador de ácido acético y agua y de éste en for-
ma gaseosa a la producción de acetato de alilo. Pero también puede
separarse primeramente acetato de alilo disuelto en la fase inferior,
5 por ejemplo por destilación y devolverse recién entonces la fase
acuosa total o parcialmente. -

En la reacción de propileno, oxígeno y ácido
acético a formar acetato de alilo, se forma agua de reacción. Ade-
más, se forman en la reacción pequeñas cantidades de dióxido de
10 carbono como producto secundario. También aquí se forman pequeñas
cantidades de agua de reacción. Esta agua de reacción puede ser re-
tirada en un punto adecuado en el curso de la realización del proce-
dimiento y puede ser descargada como aguas de desecho directamen-
te o después de la separación del acetato de alilo en ella contenido o
15 eventualmente después de la separación de ácido acético en ella con-
tenido. -

A fin de contrarrestar a una eventual formación
de y a un eventual enriquecimiento con compuestos de elevado punto
de ebullición en el fondo del evaporador de ácido acético y agua, en
20 forma continúa o discontinua pueden retirarse pequeñas cantidades
del depósito en el fondo de dicho evaporador, pudiendo devolverse las
eventualmente después de su purificación, por ejemplo de su redes-
tilación. -

La fase gaseosa que se obtiene en la condensa-
25 ción después de la separación de los componentes líquidos, consta

377161



1 esencialmente de propileno no reaccionado y de oxígeno no reaccio-
nado y de dióxido de carbono formado y eventualmente de componen-
tes inertes, tales como propano, nitrógeno, argón. Según sean la
temperatura y la presión a que procede la separación de los compo-
5 nentes líquidos, la fase de gas contiene ciertos componentes de los
productos de reacción condensables, tales como agua, acetato de
alilo, ácido acético. La fase gaseosa puede ser devuelta bajo la pre-
sión de la reacción directamente como gas de circulación a la reac-
ción, respectivamente al evaporador de ácido acético y agua. Pero
10 también, por un cambio de la temperatura y/o de la presión, pueden
recuperarse otros componentes líquidos y puede devolverse el gas
recién después de la separación de estos componentes líquidos. Pe-
ro también pueden reducirse los componentes condensables en el gas,
por ejemplo el acetato de alilo, antes de la devolución, lavándose
15 el gas con disolventes apropiados, por ejemplo ácido acético. -

El gas de distensión formado en el aflojamiento de la presión de la fase líquida, puede ser comprimido y devuelto en forma apropiada. -

20 El dióxido de carbono formado como producto secundario en la transformación del propileno en acetato de alilo, puede ser devuelto a la reacción. Para contrarrestar a un enriquecimiento demasiado fuerte del dióxido de carbono, de la devolución puede sacarse una corriente parcial del gas de circulación y de esta manera puede ajustarse un contenido constante de dióxido de car-
25 bono en el gas de circulación, por ejemplo 20 a 30 %. Después de

377161



1 la separación del dióxido de carbono, la corriente parcial puede ser
devuelta al gas de circulación. -

5 Con el procedimiento de acuerdo con la inven-
ción puede obtenerse en forma económicamente ventajosa un producto
de reacción que consta esencialmente de acetato de alilo y que puede
ser utilizado directamente como producto de aplicación para síntesis
químicas y del cual en forma sencilla puede aislarse un acetato de
10 alilo puro. Según el procedimiento de la invención, es posible lograr
una conversión prácticamente total del ácido acético aplicado, con el
resultado de que, después de la condensación, se obtiene una fase su-
perior prácticamente exenta de ácido acético y una fase inferior prác-
ticamente exenta de ácido acético, conteniendo la fase superior, ade-
más de acetato de alilo, esencialmente tan solo agua disuelta y la
fase inferior, además de agua, esencialmente tan solo acetato de
15 alilo disuelto. Dado que son bajas las solubilidades de acetato de alilo
en agua y de agua en acetato de alilo, de esta manera se logra, sin
destilación, un aislamiento amplio del acetato de alilo del producto
de reacción. -

Ejemplo 1.

20 A un soporte de ácido silícico para catalizado-
res, con una superficie interior de $100 \text{ m}^2/\text{g}$ en forma de bolitas
de un diámetro de 5 mm, se aplica por impregnación una solución
de acetilacetonato de paladio, subsiguientemente se lo seca, enton-
ces se le aplica por impregnación una solución de acetato de potasio
25 en agua y se lo seca nuevamente. El catalizador así obtenido es



1 tratado a 150°C sin presión durante 2 horas con propileno, reduciéndose el compuesto de paladio a paladio metálico, como el análisis lo demuestra. - El catalizador así obtenido contiene 3,3 g de Pd como metal y 30 g de acetato de potasio por litro de catalizador. -

5 2350 ml del catalizador son introducidos en un tubo de reacción de un diámetro interior de 25 mm y de una longitud de 5m. El tubo de reacción es rodeado alrededor de su camisa por agua a presión en ebullición. A una presión de 5 atmósferas de presión relativa en la corriente de propileno, el catalizador es calentado a 140°C. Subsiguientemente, mediante una bomba, se introduce agua en un evaporador de presión y se hace pasar el propileno a 120°C y a 5 atmósferas de presión relativa por el evaporador. El producto que sale del reactor en estado gaseoso, es enfriado bajo presión hasta 20°C y, en un separador, es separado en una fase gaseosa y una fase líquida. Por vía de una válvula de mantenimiento de presión, la fase de gas es descargada de presión. La fase líquida sufre la distensión en un separador sin presión. El gas que así se forma por la distensión, es reunido con la corriente de gas detrás de la válvula de mantenimiento de presión. La fase inferior que consta de agua, es devuelta mediante una bomba al evaporador de presión. Una vez establecido este circuito, en la entrada del reactor, se agrega oxígeno y ahora se hacen pasar por hora 66 moles de propileno y 7 moles de oxígeno por el catalizador, siendo conducido todo el propileno a 5 atmósferas de presión relativa a través del evaporador de presión mantenido a 120°C y cargándose aquí el propileno con vapor de agua.

377161

5 MAR 1970

1 La mezcla de propileno y vapor de agua es precalentada en un re-
calentador a 140°C . Entonces el ácido acético es introducido median-
te una bomba en el evaporador de presión y se ajusta la temperatura
de reacción de tal modo que por lo menos un 95 % en peso del ácido
5 acético aplicado se convierte en el paso directo. Después de la adi-
ción del ácido acético, en los separadores, una vez enfriado el pro-
ducto de reacción gaseoso hasta 20°C , se forman por separación de
capas una fase superior que consta esencialmente de acetato de alilo,
y una fase inferior que consta esencialmente de agua. La fase infe-
10 rior se devuelve mediante una bomba al separador de presión; una
pequeña parte de la fase inferior que corresponde al agua de reacción
formada en la reacción, es sacada de la circulación. -

La fase superior es liberada, por destilación,
del agua disuelta. El agua que aquí se forma, es reunida con el ex-
15 ceso de la fase inferior que es sacado de la circulación. La fase in-
ferior es liberada, por destilación, del acetato de alilo disuelto y
el acetato de alilo aquí obtenido es reunido con la fase superior antes
del secamiento. La cantidad de ácido acético y la temperatura de
reacción son reguladas de tal modo que se forman por hora 200 a
20 220 g de acetato de alilo puro por litro de catalizador y que en el
paso directo se convierte un 98 % hasta el 100 % del ácido acético
aplicado. -

Al cabo de un tiempo de reacción de 100 horas,
las condiciones llegaron a ser constantes. En el período de ensayo
25 de 100 a 500 horas, se obtuvieron los siguientes resultados de en-

377161



1 sayo: Temperatura en el reactor 164°C; rendimiento en dependencia
del volumen y del tiempo en gramos de acetato de alilo por litro de
catalizador y por hora; 217; grado de conversión de ácido acético en
el paso directo: 99 %; selectividad, calculada sobre propileno reac-
5 cionado: 94 % para acetato de alilo y 6 % para dióxido de carbono. El
contenido de potasio en el condensado era menor de 0,5 ppm. -

Ejemplo 2.

Se hizo el ensayo de la misma manera que en
el Ejemplo 1, pero se aplicaron otros catalizadores cuya prepara-
10 ción se describe en lo siguiente:

Catalizador A:

A un soporte de óxido de aluminio con una superficie interior de
5 a 10 m²/g en forma de pequeñas medialunas de un diámetro de
3 a 4 mm y de una longitud de 5 a 6 mm, por impregnación, se
15 aplicó una solución de cloruro de sodio-paladio y subsiguientemente
con una solución alcalina de hidrato de hidracina se redujo el com-
puesto de paladio a paladio metálico. Subsiguientemente, el catali-
zador fue lavado con agua, secado, impregnado con una solución de
acetato de potasio y secado nuevamente. El catalizador así obtenido
20 contiene 0,5 % en peso de paladio como paladio metálico y 30 g
de acetato de potasio por litro de catalizador. -

Catalizador B: Acido silícico con una superficie interior de 160 m²/g
en forma de bolitas de un diámetro de 5 mm es impregnado con una
solución acuosa de cloruro de sodio-paladio y ácido tetracloroaúrico,
25 entonces es secado, subsiguientemente es impregnado con una solución

377161



MAR 1970

1 acuosa de hidróxido de sodio y con ésto los compuestos solubles de
 metales preciosos son transformados en compuestos insolubles de
 metales preciosos. Entonces, con hidrato de hidracina acuoso, los
 compuestos de metales preciosos son reducidos a los respectivos
 5 metales, el catalizador es lavado y secado; subsiguientemente se
 aplica acetato de potasio y se seca nuevamente. El catalizador aca-
 bado contiene por litro de catalizador 3,3 g de paladio y 1,5 g de oro
 como metales y 30 g de acetato de potasio. -

10 Catalizador C: El catalizador es preparado como en el Ejemplo 1,
 pero, en lugar de acetilacetato de paladio, se le aplica por impreg-
 nación una mezcla de acetilacetato de paladio y de acetilacetato
 de hierro. El catalizador acabado contiene 3,3 g de Pd, 0,6 g de Fe
 y 30 g de acetato de potasio. -

15 Los resultados obtenidos con los catalizado-
 res en el período de ensayo de 100 a 500 horas, están resumidos en
 la siguiente tabla. -

		Catalizador		
		A	B	C
20	Temperatura	144	160	166
	rendimiento en dependen- cia de volumen y tiempo	201	203	215
	grado de conversión en % en el paso directo	96	98	99
25	selectividad, calculada sobre propileno reaccionado, para acetato de alilo	90	92	94
	dióxido de carbono	10	8	6

377161



1

El contenido de potasio en los condensados era menor de 0,5 ppm. -

Ejemplo 3.

5

Se trabaja como en el Ejemplo 2 con el catalizador B, pero se emplea un soporte con una superficie interior de 120 m²/g y como solución de sal de metal precioso tan solo una solución de cloruro de sodio-paladio. El catalizador contiene por litro de catalizador 3,3 g de paladio como metal y 30 g de acetato de potasio. Se obtienen valores muy similares a aquéllos del Ejemplo 2 con el catalizador B. -

10

N O T A

15.

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 Alemania con fecha y número siguientes: 5 de marzo de 1969, nº P 19 11 178.5; 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 para la producción de acetato de alilo; caracterizándose por lo siguiente:

25.

1.-Procedimiento para la producción de acetato

377161

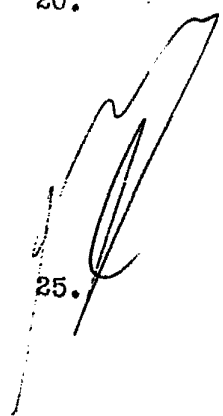
5 MAR 1970
U.S. PATENT OFFICE

5. de alilo, por reacción de propileno, oxígeno y ácido acético en presencia de agua, en fase gaseosa, a temperaturas de 50 a 250°C, y en presencia de catalizadores de paladio, caracterizado porque en el producto de entrada se ajusta una proporción de agua: ácido acético tal que los componentes condensables contenidos en el producto de reacción y consistentes esencialmente en agua, acetato de alilo y ácido acético, se disgregan a temperaturas por debajo de 50°C a la presión normal hasta a una presión elevada, bajo formación de una fase superior que consta esencialmente de acetato de alilo, y de una fase inferior que consta esencialmente de agua.

10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el catalizador contiene adiciones de acetatos alcalinos o compuestos alcalinos que bajo las condiciones de reacción se transforman por lo menos parcialmente en acetatos alcalinos.

15. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el catalizador contiene, calculado como metal, 1 a 10 g de Pd, así como 1 a 50 g de acetatos alcalinos por litro de catalizador.

20. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el catalizador contiene adiciones de metales o compuestos de metales de los grupos V a VIII del sistema periódico y/o del oro y/o

25. 

- 5 MAR 1950

del cobre.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el catalizador contiene adiciones de compuestos de hierro.

5. 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se enfría el producto de reacción gaseoso bajo presión hasta una temperatura por debajo de 50°C y, en un separador, se lo separa en una fase gaseosa, en una fase superior líquida y una fase inferior líquida.

10. 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se enfría el producto de reacción gaseoso bajo presión hasta una temperatura por debajo de 50°C y se lo separa en una fase líquida y una fase gaseosa, y se somete el producto líquido a una distensión en un recipiente sin presión y aquí se lo separa en una fase superior y una fase inferior.

15. 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque se aplican tales cantidades de entrada de ácido acético que resulta convertido más de un 90 % del ácido acético aplicado.

20. 9.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque, antes de la adición de oxígeno, se trata el catalizador a temperaturas de 100 a 200°C y a presiones de hasta 10 atmósferas con propileno

25.

377161



o propileno y vapor de agua o propileno, vapor de agua y ácido acético en la fase de gas.

5. 10.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque por hora se suministran al reactor 1 a 3 moles de ácido acético por litro de catalizador y 1 a 10 moles de agua por mol de ácido acético aplicado y se elige una temperatura de reacción tal que se convierte un 90 % hasta el 100 % del ácido acético en el paso directo.

10. 11.- Procedimiento para la producción de acetato de alilo; tal y como queda descrito sustancialmente en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 21 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

- 5 MAR. 1970

FARBENFABRIKEN BAYER PATENT-GESELLSCHAFT
GOMEZ ACEBO Y MODEI
F. de Firmado: F. Hernández Ruiz

377161