

50373

384082

REG. INV. CA C. S. S. I. O. N. Y. C. CLAS. <u>C</u> SUBCLASE <u>C</u>	PATENTE DE INVENCION O. S. 26 392. _____ 29  <b>384082</b>
--	---

*Memoria Descriptiva*  
sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE 2-ETILHEXANOL

=====

*Solicitante:* BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,  
entidad alemana, residente en 6700 Ludwigshafen, Repu**bl**i  
ca Federal Alemana.

=====

El objeto de la invención es un procedi-  
miento mejorado para la obtención de 2-etilhexanol  
por hidrogenación de 2-etilhexen-(2)-al-(1).

5. El 2-etilhexanol se emplea en escala indus-  
trial para la obtención de reblandecedores de ftalato



5. para cloruro de polivinilo. Para evitar el decoloramiento del cloruro de polivinilo reblandecido se le imponen por esta razón ya al 2-etilhexanol, empleado como producto de partida, grandes exigencias respecto a su pureza. Por otra parte es necesario, al trabajar en grandes instalaciones para la obtención de 2-etilhexanol: desarrollar el procedimiento para su obtención de manera que tenga un rendimiento óptimo. Para la obtención de un 2-etilhexanol lo más puro posible se emplearon por esta razón un proceso de dos etapas. Por la publicación de solicitud de patente alemana 1 227 882 se conoce que se obtiene un 2-etilhexanol que contiene aún un 0,025 % de 2-etilhexen-(2)-al-(1) y hasta un 2,3 % de 2-etilhexenal-(1). Para lograr este resultado
10. miento se han de emplear, sin embargo, 2 etapas de reacción, hidrogenando el 2-etilhexen-(2)-al-(1) en la fase gaseosa. Debido a la utilización de la fase gaseosa resultan unos volúmenes de reacción muy grandes y además es necesario emplear dos catalizadores diferentes, lo que hace que el procedimiento no sea industrialmente sencillo de realizar. Además se describe en la publicación de solicitud de patente alemana 1 003 702 que se obtiene un 2-etilhexanol relativamente puro en un procedimiento de dos etapas en fase líquida. Aquí se han de emplear sin embargo unas presiones relativamente altas para lograr un resultado favorable. Se han de utilizar además costosos apar-
- 15.
- 20.
- 25.

3-3-73

- 3 -

384082

29



5. ratos de alta presión. Se describe además, en la publicación de solicitud de patente alemana 1 269 605, un procedimiento para la obtención de 2-etilhexanol en el que la hidrogenación se efectúa en una etapa y el 2-etilhexen-(2)-al-(1) e hidrogenar se diluye con 0,5 a 10 veces su cantidad de 2-etilhexanol en bruto. Para lograr buenos rendimientos durante un periodo de servicio más largo se han de emplear, también según este procedimiento, unas presiones elevadas hasta 10. 300 atmósferas.

15. Finalmente se conoce por la publicación de solicitud de patente alemana 1 277 232 un procedimiento de una sola etapa para la obtención de 2-etilhexanol en el que se trabaja a presiones relativamente bajas y se obtiene un 2-etilhexanol puro. Este procedimiento tiene sin embargo la desventaja de que por el aumento de la temperatura dentro de la zona de hidrogenación se presentan irregularidades en la hidrogenación que, por una parte, perturban el desarrollo de la reacción y, por otra parte, conducen a un daño del 20. catalizador.

25. Por lo tanto estaba dado el cometido técnico, en la obtención de 2-etilhexanol por hidrogenación de 2-etilhexen-(2)-al-(1) en un procedimiento de una sola etapa a presiones medias, de dirigir la reacción de manera que se obtenga el 2-etilhexanol siempre con igual calidad y elevado rendimiento por espacio



tiempo y donde la temperatura en la zona de hidrogenación sea fácil de regular sin que el catalizador resulte dañado.

v5. Se ha descubierto ahora que el 2-etilhexanol se puede obtener por hidrogenación de 2-etilhexen-(2)-al-(1) a temperaturas de 70 a 220°C y presiones de 20 a 100 atmósferas en presencia de catalizadores de hidrogenación dispuestos estacionariamente en una zona de riego bajo reciclado de una parte del 2-etilhexanol en bruto a esta zona de riego, en forma más ventajosa, si se alimenta a la zona de riego una cantidad tal de 2-etilhexen-(2)-al-(1), inclusive el 2-etilhexanol en bruto reciclado, de manera que se obtenga una carga superficial de 20 a 100 m por hora.

10. El nuevo procedimiento tiene la ventaja de que, si bien transcurre en una sola etapa, produce durante un largo periodo de tiempo un 2-etilhexanol de una alta calidad siempre igual. Además se evita que se presenten puntas de temperatura y con ellas un daño del catalizador o una disminución de la calidad del 2-etilhexanol producido.

15. La hidrogenación se efectúa en una zona de riego en catalizadores de hidrogenación dispuestos fijos. Como es usual en la técnica, se deja fluir el producto de partida a hidrogenizar en fina distribución en forma líquida sobre la capa del catalizador. Simultáneamente se mantiene una presión de hidrógeno de 20 a 100 atmósferas, ventajosamente de 30 a 60 atmós-

20.

25.

384082



feras.

5. La hidrogenación se efectúa a temperaturas de 70 a 220°C. Ventajosamente se lleva la temperatura en la zona de riego de manera que desde la iniciación de la reacción tenga un gradiente ascendente hasta la salida del producto hidrogenado. Ventajosamente se mantiene en la cabeza de la zona de riego una temperatura de 70 a 130°C y a la salida de la zona de riego una temperatura de 170 a 200°C, en dependencia de la actividad del catalizador.

10. Una parte del 2-etilhexanol en bruto obtenido como producto de salida se introduce de nuevo en la zona de riego junto con 2-etilhexen-(2)-al-(1) fresco. Se ha acreditado especialmente el alimentar 4 - 8 veces la cantidad en peso de 2-etilhexanol en bruto, referido al 2-etilhexen-(2)-al-(1) fresco alimentado, a la zona de riego. Ventajosamente se selecciona la cantidad conducida en circuito de manera que se alcancen en la zona de riego las temperaturas de entrada arriba mencionadas, con lo que la hidrogenación se inicia inmediatamente sin periodos de tiempo de inducción.

15. Como catalizadores se emplean ventajosamente catalizadores soporte conteniendo cobalto y/o níquel. Preferentemente contienen los catalizadores un 10 a un 30 % en peso de cobalto y/o níquel, referido al contenido en metal, independientemente de los metales que estén contenidos en el soporte

20.

25.



- Además de los metales mencionados pueden contener los catalizadores activadores, tales como manganeso, cromo o cobre en cantidades hasta un 10 % en peso. Se han acreditado especialmente los catalizadores que
5. tienen un contenido en ácido piro- o polifosfórico, determinándose el contenido en ácido piro- o polifosfórico, independientemente del enlace del fósforo, analíticamente como pentóxido de fósforo. Una especial importancia técnica han alcanzado los catalizadores que sobre soportes inertes, tales como óxido
10. de aluminio o ácido silícico, contienen un 15 a 25 % en peso de níquel, un 3 a 10 % en peso de cobre, un 0,5 a 3 % en peso de manganeso así como un 0,5 a 3 % en peso de ácido piro- o polifosfórico, calculado como
15. pentóxido de fósforo, referido a la totalidad del catalizador soporte.

- Una característica esencial de la invención es que a la zona de riego se alimentan tales cantidades de 2-etilhexen-(2)-al-(1), inclusive la parte de 2-etilhexenol en bruto reciclado, de manera que se
20. mantiene una carga superficial de 20 a 100 m por hora. Como carga superficial se entiende la cantidad de producto alimentado por hora por  $\text{cm}^2$  de sección de la zona de riego. La carga superficial se puede expresar
25. también como velocidad lineal en m por hora. Se logran unos resultados especialmente buenos si se mantiene una carga superficial de 40 a 80 m por hora.



- El procedimiento de la invención se realiza, por ejemplo disponiendo en un tubo resistente a la presión, en forma fija, los catalizadores indicados y dosificando desde arriba 2-etilhexen-(2)-al-(1) junto con la cantidad indicada de 2-etilhexanol en bruto, teniéndose cuidado de mantener las mencionadas temperaturas de entrada. La hidrogenación se efectúa bajo las presiones indicadas y la cantidad de producto alimentado se selecciona además de manera que se mantenga la carga superficial descrita. El producto de salida es ventajosamente enfriado y liberado del hidrógeno en exceso. Una parte del 2-etilhexanol en bruto se alimenta de nuevo junto con el 2-etilhexen-(2)-al-(1) fresco a la zona de riego, mientras la parte restante se elabora según métodos conocidos, por ejemplo, por destilación fraccionada, para retirar los últimos restos de impurificaciones.
- 5.
- D.
- 15.

El 2-etilhexanol se emplea para la obtención de ftalatos, blandos que son reblandecedores para el cloruro de polivinilo.

20.

Ensayo comparativo

Sobre un catalizador de hidrogenación dispuesto en un lecho fijo, que contiene un 20 % en peso de níquel, un 12% en peso de manganeso, un 1 % en peso de cobre y un 0,5 % en peso de ácido pirofosfórico, calculado como  $P_2O_5$ , sobre ácido silícico, se conducen en fase de riego por hora 2.250 kg de 2-etil-

25.



5. hexenal y 13,500 kg de 2-etilhexanol en bruto junto con hidrógeno a 37 atmósferas de sobrepresión. A la entrada de la zona de riego se mantiene una temperatura de 110°C y a la salida una temperatura de 175°C y el hidrógeno se dosifica a través de una regulación de presión. El volumen del catalizador asciende a 8,7 m<sup>3</sup>. El diámetro del lecho de catalizador es de 1.400 mm. Se calcula así una velocidad espacial (carga espacial) de 2,45 (h<sup>-1</sup>) y una velocidad lineal (carga superficial) de 13,8 (m/h).

10. Como medida para el rendimiento de hidrogenación se toma el índice de bromo según Kaufmann del producto de salida del reactor. Este método recogió por bromización el 2-etilhexenal no hidrogenado en el doble enlace -C=C,

15. El producto de salida del reactor tiene un índice de bromo de 3,91.

Ejemplo 1  
=====

20. Una disposición igual y bajo idénticas condiciones de presión y temperatura se hidrogenan en un lecho de catalizador de 17,4 m<sup>3</sup>, con igual diámetro de reactor, por hora 4.500 kg de 2-etilhexenal diluidos con 27.000 kg de 2-etilhexanol en bruto. La velocidad espacial es invariablemente de 2,45 (h<sup>-1</sup>), la velocidad lineal se duplicó a 27,6 (m/h).

25. El índice de bromo del producto de salida del reactor ascendió a 1,13.



384082

Ejemplo 2  
=====

5. Sobre un lecho de catalizador de 34,8 m<sup>3</sup> se alimentan bajo condiciones de presión y temperatura sin variar e igual diámetro, que en el ejemplo 1, por hora 9.000 kg de 2-etilhexenal y 54.000 kg de 2-etilhexenol en bruto.

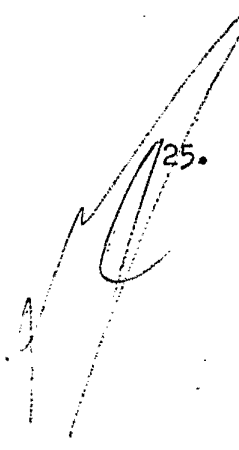
La velocidad espacial asciende a 2,45 (h<sup>-1</sup>) y la velocidad lineal alcanza 55,2 (m/h).

10. El producto de salida del reactor tiene un índice de bromo de 0,20.

- 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 una solicitud de patente presentada en Alemania, nº P 19 49 296.7 de 30 de septiembre de 1969, 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, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE 2-ETILHEXANOL., caracterizándose por lo siguiente:

25.



384082

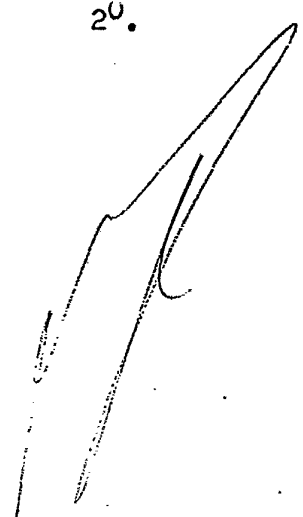


5. 1.- Procedimiento para la obtención de 2-etilhexanol por hidrogenación de 2-etilhexen-(2)-al-(1) a temperaturas de 70 a 220°C y presiones de 20 a 100 atmósferas en presencia de catalizadores de hidrogenación dispuestos fijos en una zona de riego y reciclado de una parte del 2-etilhexanol en bruto a esta zona de riego, caracterizado porque a la zona de riego se alimenta una cantidad tal de 2-etilhexen-(2)-al-(1) inclusive la parte de 2-etilhexanol en bruto reciclado, de manera que se obtenga una carga superficial de 20 a 100 m por hora.

10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se mantiene una presión de 30 a 60 atmósferas.

15. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 y 2, caracterizado porque en la cabeza de la zona de riego se mantiene una temperatura de 70 a 130°C y a la salida de la zona de riego una temperatura de 170 a 200°C.

20. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 con 3, caracterizado porque a la zona de riego se alimenta de 4 a 8 veces la cantidad en peso de 2-etilhexanol en bruto, referido al 2-etilhexen-(2)-al-(1) fresco alimentado.





5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 con 4, caracterizado porque se emplean catalizadores soporte conteniendo cobalto y/o níquel.

5. 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 con 5, caracterizado porque se emplean catalizadores que sobre soportes contienen un 15 a 25 % en peso de níquel, un 3 a 10 % en peso de cobre, un 0,5 a 3 % en peso de manganeso así como un 0,5 a 3% en peso de ácido piro- ó polifosfórico, calculado como pentóxido de fósforo, refiriéndose todos los datos cuantitativos a la totalidad del catalizador soporte, incluyendo el soporte.

10.

7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 con 6, caracterizado porque se mantiene una carga superficial de 40 a 80 m/hora.

10.

8.- Procedimiento para la obtención de 2-etilhexanol, tal y como queda sustancialmente descrito.

Esta Memoria consta de 11 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 29 SEP. 1970

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK  
AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MODEY  
p. p. Firmado por: A. GARCIA BRAVO

