

384638



SECCION	DA
CLASIFICACION	
CLASE	<i>Cot</i>
SUBCLASE	<i>C</i>

PATENTE DE INVENCIÓN
 =====
 D.Z. 26 428

384638

Memoria Descriptiva

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR 2-ETILHEXANOL"

=====

Solicitante: BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
 entidad alemana, residente en : 6700 Ludwigshafen,
 República Federal Alemana.

=====

El objeto de la invención es un procedimiento mejorado para la obtención de 2-etilhexanol puro a partir de 2-etilhexanol en bruto, obtenido por hidrogenación de 2-etilhexen-(2)-al-(1), mediante destilación continua en tres columnas conectadas

5.



en serie.

El 2-etilhexanol se obtiene generalmente por aldolización de n-butiraldehído y disociación simultánea de agua a 2-etilhexen-(2)-al-(1) y ulterior hidrogenación, no purificándose el 2-etilhexen-(2)-al-(1) entre la etapa de aldolización y la etapa de hidrogenación. El 2-etilhexanol en bruto contiene por lo tanto, además de impurezas que tienen puntos de ebullición inferiores y superiores al del 2-etilhexanol, una mezcla de isómeros de sustancias insaturadas de fórmula $C_{12}H_{22}O$. El 2-etilhexanol se emplea en grandes cantidades para la obtención de plastificantes para cloruro de polivinilo. Por esta razón se le imponen al 2-etilhexanol exigencias de pureza muy elevadas, especialmente también exigencias con respecto a la coloración. La coloración se determina industrialmente mediante calentamiento en una prueba con ácido sulfúrico y ulterior medición de la coloración.

Se ha observado que, además de otras impurezas, la mezcla de isómeros de fórmula $C_{12}H_{22}O$ es especialmente responsable de una coloración del 2-etilhexanol. Justamente este compuesto se separa con dificultad.

Corresponde al actual estado de la técnica de destilación el separar, al purificar compuestos por destilación, primeramente, en una primera columna, las impurezas de punto de ebullición mas bajo y después separar por destilación del compuesto a purificar, en una segunda columna, los componentes de punto de ebullición más alto y, en una tercera columna, obtener de estos componentes de punto de ebullición más alto los productos valiosos aún contenidos en ellos. En la aplica-



- ción de este modo de trabajo para la purificación de 2-etilhexanol se procedía hasta ahora industrialmente manteniendo en la cabeza de la segunda columna una presión inferior a 200 torr y en la tercera columna una presión de <50 torr para lograr resultados óptimos. Se ha demostrado sin embargo que trabajando de esta manera se obtiene un 2-etilhexanol que al ser tratado con ácido sulfúrico muestra una fuerte coloración (índice de color de 12 a 95, según la pureza del etilhexanol en bruto y de la destilación efectuada). También se ha intentado retener en el residuo las impurificaciones responsables de la coloración del 2-etilhexanol mediante adición de glicol durante la destilación. Este procedimiento tiene, por una parte, la desventaja de que es demasiado costoso emplear sustancias extrañas para la purificación y, por otra parte que el 2-etilhexanol así obtenido no satisface elevadas exigencias técnicas.

- Se imponía pues el cometido técnico de obtener un 2-etilhexanol de 2-etilhexanol en bruto del que se eliminan en lo posible todos los compuestos influenciadores del color del 2-etilhexanol, especialmente la mezcla de isómeros de fórmula $C_{12}H_{22}O$, y por lo tanto el 2-etilhexanol puro se colorea lo menos posible al ser tratado con ácido sulfúrico.

- Se ha descubierto ahora que se obtiene 2-etilhexanol puro a partir de 2-etilhexanol en bruto, obtenido por hidrogenación de 2-etilhexen-(2)-al-(1) mediante destilación continua en tres columnas conectadas en serie separando en la primera columna, a



5. través de la cabeza, las impurezas que tienen un punto de ebullición mas bajo que el 2-etilhexanol y obteniendo en el pie de la segunda columna las impurezas con punto de ebullición superior al 2-etilhexanol y del producto de pie se separa el 2-etilhexanol que aún queda en una tercera columna, en una forma más ventajosa que hasta ahora si en la cabeza de la segunda columna se mantienen presiones de 200 hasta 800 torr y en la cabeza de la tercera columna presiones de 70 hasta 300 torr
10. y en el pie de la segunda columna se permite que la concentración de 2-etilhexanol sea como mínimo del 50% en peso.

15. El nuevo procedimiento tiene la ventaja de que en forma sencilla, sin el empleo simultáneo de medios adicionales, se obtiene un 2-etilhexanol tan puro que presenta, al ser tratado con ácido sulfúrico a temperatura elevada, índices de color de 10 o menores.

20. Por regla general se emplea como producto de partida un 2-etilhexanol en bruto que se obtuvo por aldolización de n-butiraldehido y ulterior hidrogenación del 2-etilhexan-(2)-al-(1) a presiones de 10 a 320 atmósferas de sobrepresión, especialmente de 10 a 60 atmósferas de sobrepresión. El 2-etilhexanol en bruto que es adecuado para el presente procedimiento contiene como impurezas, por lo general, de un 0,6 a un 3% en peso, especialmente de un 1 a un 2% en peso de partes de punto de ebullición inferior al 2-etilhexanol, tales como agua, n-butanol, 2-etilhexen-(2)-al-(1) y 2-etilhexanal-1 y además un 1 a un 4% en peso de partes con punto de ebullición superior al 2-etilhexanol,
- 25.
- 30.



entre ellas un 0,01 a un 3% en peso, especialmente un 0,01 a un 0,6% en peso de isómeros de un compuesto de la composición $C_{12}H_{22}O$.

- La destilación se efectúa en tres columnas conectadas en serie. Para la destilación son adecuadas las columnas usuales, tales como las columnas con pisos de rejilla, columnas con pisos de borboteadores o pisos de campanas. Son especialmente adecuadas las columnas con pisos de borboteadores o pisos de campanas.
5. En la primera columna se separan por la cabeza los productos que tienen un punto de ebullición inferior al 2-etilhexanol. Ventajosamente la primera columna tiene de 40 a 60 pisos reales. La destilación en la primera columna se efectúa convenientemente a presión normal o ligera depresión, por ejemplo, hasta 400 torr absolutos, manteniéndose en la cabeza de la columna 95 a 102°C y en el pie 165 a 172°C, el 2-etilhexanol obtenido en el pie de la primera columna se libera en la segunda columna de los componentes de punto de ebullición alto. Convenientemente se conduce la mezcla a destilar hacia la mitad inferior, por ejemplo, hacia el piso 15 de una columna de 60 pisos de la segunda columna y el 2-etilhexanol puro se destila por la cabeza. Ventajosamente la segunda columna tiene de 40 a 80 pisos reales. La columna se manipula de manera que en la cabeza reine una presión de 200 a 800 torr. Se obtienen resultados especialmente buenos si se mantienen 300 a 760 torr. La temperatura de la cabeza y del pie en la segunda columna dependen de las presiones aplicadas. Ventajosamente se mantiene una relación de
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- reciclo de 1 a 3 : 1. En la segunda columna se separa por destilación la cantidad de 2-etilhexanol necesaria para que el producto obtenido en el pie contenga como mínimo un 50% en peso, especialmente de un 50 a un 70% en peso de 2-etilhexanol. El producto obtenido en el pie de la segunda columna se elabora en una tercera columna que tiene ventajosamente de 30 a 50 pisos reales. La tercera columna trabaja a una presión tal que en la cabeza reine una presión de 70 a 300 torr, especialmente de 100 a 250 torr. Ventajosamente se mantiene una relación de reciclo de 1,5 a 3 : 1. El 2-etilhexanol obtenido en la cabeza de la tercera columna está aún algo impurificado y se recicla convenientemente de nuevo al 2-etilhexanol en bruto. El 2-etilhexanol se emplea para la obtención de plastificantes.

La eficacia del procedimiento se describe en los siguientes ejemplos de ejecución:

EJEMPLO 1
=====

20. Una primera columna con pisos de borboteadoras 50 pisos de borboteadoras con 50 pisos de borboteadores se alimenta por hora con 10.000 partes de 2-etilhexanol en bruto obtenido por hidrogenación de 2-etilhexen-(2)-al-(1) en bruto a 40 atmósferas. El 2-etilhexanol en bruto contiene 1,5% en peso de componentes de punto de ebullición inferior al del 2-etilhexanol, entre ellos 0,8% en peso de agua, 0,1% en peso de 2-etilhexanal-1, además, 2,5% en peso de compuestos con punto de ebullición superior al 2-etilhexanol, entre ellos 0,2% en peso de isómeros de la composición $C_{12}H_{22}O$.



- La columna trabaja a presión normal y en la cabeza se separan por destilación los componentes de punto de ebullición más bajo, de manera que en el pie de la columna se obtenga un 2-etilhexanol con un contenido de un 0,02% en peso de agua y 0,005% en peso de 2-etilhexanal. Como producto de pie, en la
5. primera columna, se obtienen así 9.845 partes que se alimentan al piso 12 de una segunda columna con 36 pisos. En la segunda columna se mantiene una presión
10. de 450 torr. La destilación se efectúa con una relación de reciclo de 3 : 1. A través de la cabeza se obtienen 9.295 partes de 2-etilhexanol puro que, después del tratamiento con ácido sulfúrico tiene un índice de color de 4 a 6. Adicionalmente se obtiene como
15. producto de cola 550 partes (conteniendo un 54% de 2-etilhexanol) que se alimenta al centro de una columna de 45 pisos. En esta tercera columna se mantiene en la cabeza una presión de 200 torr y una relación de reciclado de 3 : 1. A través de la cabeza se sepa-
20. ran por destilación 297 partes de 2-etilhexanol, que se alimenta de nuevo al 2-etilhexanol en bruto. Mediante el reciclo del 2-etilhexanol de la tercera columna se logra, después de un cierto tiempo, un estado estacionario de manera que se obtiene 2-etilhexanol puro
25. que, después del tratamiento con ácido sulfúrico, tiene un índice de color entre 5 y 7.

EJEMPLO COMPARATIVO
 =====

30. Se realiza la destilación como se ha descri-



to en el ejemplo 1 con la diferencia de que en la cabeza de la segunda columna se mantiene una presión de 30 torr. De esta manera se obtiene un 2-etilhexanol que después del tratamiento con ácido sulfúrico tiene un índice de color de 100 a 200.

5.

EJEMPLO COMPARATIVO
=====

Se procede como se ha descrito en el ejemplo 1 con la diferencia de que en la cabeza de la tercera columna se mantiene una presión de 20 torr. Se obtiene un 2-etilhexanol que después del tratamiento con ácido sulfúrico tiene un índice de color superior a 40.

10.

EJEMPLO 2
=====

Se procede como se ha descrito en el ejemplo 1, se emplea sin embargo un 2-etilhexanol que se obtuvo por hidrogenación de 2-etilhexen-(2)-al-(1) en bruto a 300 atmósferas de sobre presión y que contenía 1,4% en peso de componentes de punto de ebullición inferior al 2-etilhexanol y 2,8% en peso de sustancias de punto de ebullición superior al 2-etilhexanol, entre ellas un 0,03% de isómeros de la composición $C_{12}H_{22}O$. Las condiciones en la segunda columna se seleccionan de manera que en la cabeza exista una presión de 500 torr y un reciclo de 1,2 : 1. Se obtienen por hora 9.250 partes de destilado, en el pie quedan 600 partes (conteniendo un 52% de 2-etilhexanol), que se alimentan a la tercera columna en cuya cabeza se mantiene una presión de 100 torr y un reciclo de 1,5 : 1. Las 320 partes

15.

20.

25.

30.



de destilado así obtenidas se agregan al 2-etilhexanol en bruto. Después de alcanzarse un estado estacionario se obtienen en la segunda columna por hora 9.570 partes de 2-etilhexanol puro que, según la comprobación con ácido sulfúrico a temperatura más elevada tiene un índice de color de 2 a 3.

EJEMPLO COMPARATIVO
=====

Se procede como en el ejemplo 2, sin embargo se mantiene en la cabeza de la segunda columna una presión de 130 torr y se obtiene un 2-etilhexanol que, después de tratamiento con ácido sulfúrico a temperatura elevada tiene índices de color de 8 a 15.

EJEMPLO 3
=====

A una columna con pisos de borboteadores con 50 pisos se alimentan por hora 10.000 partes de 2-etilhexanol en bruto que se obtuvo por hidrogenación de 2-etilhexen-(2)-al-(1) en bruto a 20 atmósferas de sobrepresión y que contenía 1,8% en peso de componentes de punto de ebullición inferior al 2-etilhexanol y 2,6% en peso de componentes con el punto de ebullición superior al 2-etilhexanol, entre ellos 0,6% en peso de isómeros de la composición $C_{12}H_{22}O$. Esta columna trabaja a presión normal con una relación de reciclo de 30 : 1. Se obtienen por hora 9.810 partes de producto de pie que se alimentan a la mitad inferior de una segunda columna con 80 pisos de válvula. En la segunda columna se mantiene en la cabeza una presión



17 OCT. 1970

- de 400 torr así como un reciclado de 1,4 : 1. Se obtienen por hora 9.000 partes de 2-etilhexanol puro como destilado así como 810 partes de producto de pie, que contiene un 68% de 2-etilhexanol. Este producto de pie
5. se alimenta al centro de una tercera columna con 60 pisos de borboteadores. En la tercera columna se mantiene en la cabeza una presión de 250 torr así como un reciclado de 3 : 1. Se obtienen en la tercera columna 530 partes de destilado por hora que se alimentan de nuevo
10. al 2-etilhexanol en bruto. Después de alcanzarse un estado estacionario se obtienen en la segunda columna 9.530 partes de 2-etilhexanol que después del tratamiento con ácido sulfúrico a temperatura elevada tiene un índice de color <10.

15.

-N O T A-

- 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
20. en cuanto no alteren su principio fundamental, También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Alemania nº P 19 52.333.2 de 17 de octubre de 1969 acogiéndose, por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del
25. referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR 2-ETILHEXANOL; caracterizándose por lo siguiente:

30.

1a.- Procedimiento para purificar 2-etilhexa-

384638

-11-



17 OCT 1970

5. nol, a partir de 2-etilhexanol bruto que se obtuvo por hidrogenación de 2-etilhexen-(2)-al-(1), mediante destilación continua en tres columnas conectadas en serie separándose en la primera columna, a través de la cabeza, las impurezas que tienen un punto de ebullición inferior al del 2-etilhexanol, en la segunda columna se separa, a través de la cabeza, 2-etilhexanol puro y en la tercera columna las impurezas de punto de ebullición más elevado el 2-etilhexanol aún contenido,
10. do, caracterizado porque en la cabeza de la segunda columna se mantiene presiones de 200 a 800 torr, en la cabeza de la tercera columna presiones de 70 a 300 torr y en el pié de la segunda columna se permite que la concentración de 2-etilhexanol sea como mínimo del
15. 50% en peso.

- 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se emplea 2-etilhexanol en bruto que se obtuvo por aldolización de n-butiraldehído y ulterior hidrogenación del 2-etilhexen-(2)-al-(1)
20. obtenido a presiones de 10 a 320 atmósferas de sobrepresión y que contiene de un 0,6 a un 3% en peso de componentes de punto de ebullición inferior al 2-etilhexanol, un 1 a 4% en peso de componentes de punto de ebullición superior al 2-etilhexanol, entre ellas un
25. 0,01 a un 3% en peso de isómeros de un compuesto de la composición $C_{12}H_{22}O$.

- 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque la primera columna tiene de 40 a 60 pisos reales y en la cabeza de la columna se mantiene una temperatura de 95 a 102°C y en el pié
- 30.



17

una temperatura de 165 a 172°C así como una relación de reciclo de 20 a 40 : 1.

5. 4a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1a a 3a, caracterizado porque la segunda columna tiene de 40 a 80 pisos reales y una relación de reciclo de 1 a 3 : 1 y en la cabeza de la columna se mantiene una presión de 300 a 760 torr.

10. 5a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1a a 4a, caracterizado porque en el pié de la segunda columna se mantiene un contenido de un 50 a un 70% en peso de 2-etilhexanol.

15. 6a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1a con 5a, caracterizado porque la tercera columna tiene 30 a 50 pisos reales, en la cabeza de la columna se mantiene una presión de 70 a 300 torr y la relación de reciclo es de 1,5 a 3 : 1.

20. 7a.- Procedimiento para purificar 2-etilhexanol, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de 12 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

17 OCT. 1970

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK
AKTIENGESELLSCHAFTA. GOMEZ ACEBO Y MODEI
D.º Firmador: F. Hernández Ruiz