

m.j.



388766

388766

memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>B.01</u>
SUBCLASE <u>D</u>

CLASE DE REGISTRO Una patente de invención, por veinte años en España.

NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE The Japanese Geon Co. Ltd.
- sociedad japonesa -

RESIDENCIA Y DOMICILIO Tokio (Japón) - 6-1, 2-Chome, Marunouchi, Chiyoda-ku.

OBJETO " Procedimiento para separar metacroleina."

INVENTORES: Ryozi Sato; Yoshio Ito; de nacionalidad japonesa.

PRIORIDAD: solicitud patente japonesa Nº 17983/1970 del 4 de marzo de 1970.



388766

- 1.-

1

El presente invento se refiere a un procedimiento para separar metacroleina de una mezcla de gas, conteniendo metacroleina.

5

Particularmente el invento se refiere a un procedimiento para la separación de metacroleina de una mezcla de reacción, obtenida por la oxidación catalítica en fase de vapor, de isobutileno o de una mezcla de hidrocarburo de C_4 , compuesta principalmente de isobutileno. Además, el presente invento es aplicable a un procedimiento para la recuperación de metacroleina no reaccionada desde una mezcla de reacción, resultante de la oxidación catalítica de fase de vapor de metacroleina, para producir ácido metacrílico.

10

15

20

25

Recientemente, se han estudiado y desarrollado procedimientos para producir metacroleina y ácido metacrílico, que son compuestos extremadamente útiles. Por ejemplo, isobutileno o metacroleina se mezclan con oxígeno, nitrógeno y vapor, y la mezcla resultante se oxida a 350° hasta $550^{\circ}C$. en presencia de un catalizador, para producir metacroleina o ácido metacrílico según se desee. En este caso, sin embargo, la mezcla gaseosa de reacción obtenida comprende, en adición a metacroleina o ácido metacrílico, isobutileno no reaccionado o metacroleina no reaccionada, oxígeno no reaccionado y grandes cantidades de nitrógeno y vapor, y productos secundarios, tales como aldehídos C_1-C_4 , ácidos grasos, cetonas, dióxido de carbono, monóxido de carbono. Con el fin de separar metacroleina de dicha mezcla de reacción gaseosa, se adopta frecuentemente un procedimiento, en que la mezcla de reacción gaseosa, se lava con agua, con refrigeración, para

30

388766



- 2.-

1 obtener disuelta la metacroleina en la misma, y después la
solución acuosa resultante se somete a destilación para con-
seguir la separación de la metacroleina desde la misma. En
5 el caso arriba citado, sin embargo, la cantidad de agua re-
querida es extremadamente grande, de modo que la concentra-
ción de la sustancia deseada, después de lavar con agua, se
reduce, y la separación de metacroleina en la fase subsiguie[n]
te requiere medios de destilación a gran escala. Además, las
10 cantidades de vapor calentador y agua de refrigeración usa-
das también se incrementan para producir grandes inconveni-
nientes económicos.

Además, la mayoría de los productos secundarios
de reacción forman usualmente mezclas azeotrópicas con agua
15 y son similares en punto de ebullición, en general, de modo
que la separación de metacroleina resulta más difícil y, al
mismo tiempo, es probable que se exponga a elevadas tempera-
turas la metacroleina inestable. Por lo tanto, se producen
varias desventajas, de modo que el rendimiento de metacrolei[n]
20 na se disminuye, debido a polimerización, y las columnas,
tuberías medios rotativos y semejantes es posible que se
atasquen debido a depósitos de productos de polimerización
insolubles, para hacer imposible la operación. Por las razo-
nes arriba citadas, se ha deseado el establecimiento de un
25 procedimiento comercialmente ventajoso para la separación y
recuperación de metacroleina. El objeto de este invento es
obtener metacroleina de tal mezcla de gas con ventajas co-
merciales.

Como resultado de extensos estudios, se ha hallado

30

388766



- 3.-

1 que tal procedimiento, como se ha mencionado más abajo, en que la baja solubilidad en agua de metacroleina se utiliza ventajosamente, es bastante preferible para la separación de metacroleina inestable.

5 De acuerdo con el presente invento, se crea un procedimiento para separar metacroleina desde una mezcla de gas, conteniendo metacroleina, que se caracteriza porque la metacroleina en la mezcla de gas se absorbe por un disolvente orgánico, capaz de formar una solución a temperatura normal, junto en cada caso con agua y metacroleina en proporciones opcionales, el disolvente orgánico es extraído de la solución resultante de acuerdo con extracción de líquido-líquido usando agua como reactivo extractor, para separar por 10 ello la metacroleina como una fase de residuo de extracción.

15 El gas conteniendo metacroleina es obtenido usualmente como una mezcla de gas de alta temperatura por la oxidación catalítica de fase de gas de isobutileno o una mezcla de hidrocarburo conteniendo isobutileno, y éste es también el caso, en que la recuperación de metacroleina se propone 20 subsiguientemente a la oxidación catalítica de fase de gas para la producción de ácido metacrílico.

25 La antes mencionada mezcla de reacción de gas de alta temperatura se refrigera por un medio adecuado, para dividir la mezcla de gas en una fase líquida, en que se han condensado o disuelto porciones principales de vapor, ácido metacrílico (producto secundario o principal) y pequeñas cantidades de otros ácidos orgánicos, aldehidos y cetonas, y una fase de gas, que comprende vapor sin condensar, nitróge-

30

388766



- 4.-

1 no, oxígeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono, isobu-
tileno sin reaccionar e hidrocarburos semejantes, y porcio-
nes mayores de aldehidos, compuestos principalmente de meta-
5 croleina. El presente invento se aplica ventajosamente a di-
cha fase de gas, para separar la metacroleina.

El producto de fase de gas, obtenido por el trata-
miento de refrigeración arriba mencionado, es absorbido pre-
ferentemente a presión y a baja temperatura, en un disolven-
te orgánico, capaz de formar una solución a temperatura nor-
10 mal, junto en cada caso, con metacroleina y agua en proporci-
nes opcionales, separando por ello la metacroleina del gas.
Preferentemente, son disolventes de absorción, usados en el
arriba mencionado procedimiento de separación, por ejemplo,
15 metil alcohol, etil alcohol, isopropil alcohol, n-propil al-
cohol, acetona y acetonitrilo. Estos pueden usarse, bien
sea individualmente, o en mezcla de dos o más. La fase de
gas, después de separación de metacroleina, se introduce,
si fuera necesario, a una etapa para recuperar isobutileno
20 u otros hidrocarburos residuales sin reaccionar, para recu-
perarles por una operación adecuada, tal como absorción, des-
tilación y semejantes.

Después de absorción de metacroleina por uso de
un disolvente y antes de alimentar la solución resultante a
25 una zona de extracción, es deseable para la subsiguiente
aislación de metacroleina, que la concentración de metacro-
leina se controle por lo menos a 40% de peso, preferentemen-
te por lo menos a 50% de peso.

Después de ello, el disolvente orgánico, que se ha

30



388766

- 5.-

1
5
10
15
20
25
30

usado para la absorción, se extrae de la resultante solución conteniendo metacroleína, por uso de agua como un reactivo extractor, utilizando el hecho de que la metacroleína es extremadamente baja en solubilidad para agua, por lo que la metacroleína es separada y recuperada como un residuo de extracción, que, si fuera necesario, puede someterse a ulterior purificación.

Los valores de selectividad de los disolventes orgánicos, citados arriba como ejemplo, que deben extraerse de la solución conteniendo metacroleína, por el uso de agua, son tales que, en caso de que la cantidad de agua sea de alrededor de 80% de peso, por ejemplo, son para alcohol metílico 29, alcohol etílico 17, isopropil alcohol 7, acetona 4 y acetonitrilo 5. Así se entiende que la extracción por uso de agua es eficaz. Además, un sistema ternario comprendiendo dicho disolvente orgánico, metacroleína y agua, forma una fase homogénea relativamente amplia, de modo que la absorción arriba citada de metacroleína y vapor acompañante pueda ejecutarse de un modo eficiente.

Por otra parte, la fase de extracción (solución acuosa), que contiene el disolvente orgánico y parte de la metacroleína, se trata de acuerdo con un procedimiento ordinario para separar la metacroleína y el disolvente orgánico, y el primero se devuelve al ciclo, a la zona de extracción de líquido-líquido, mientras que el último, después de purificación, si fuera necesario, se vuelve a usar como disolvente de absorción para metacroleína. Además, el agua residual puede volverse a usar como un reactivo extractor para la



388766

- 6.-

1

arriba citada extracción de líquido-líquido.

5

10

15

20

25

30

Lo que es ventajoso es que la metacroleína arrastrada en la solución acuosa es más elevada en volatilidad que acetona y alcohol metílico, que tienen puntos de ebullición inferiores a la metacroleína, de modo que se separa un destilado rico en metacroleína por mera destilación y se devuelve al ciclo en la zona de extracción de líquido-líquido, por lo que se puede efectuar fácilmente la recuperación de metacroleína en la fase de extracción. Es bien conocido que en soluciones acuosas, los aldehídos, que son hidrófobos, tienen más alta la volatilidad, que alcoholes, que son hidrófilos, en general. Por lo tanto, puede comprenderse que la arriba mencionada tendencia se observa también en el caso de metacroleína, que es baja en solubilidad para agua.

En contraste con esto, el uso de disolvente orgánico, de baja solubilidad para metacroleína y agua, produce resultados tan indeseables como disminución en eficacia de absorción de metacroleína, incremento en la cantidad de disolvente orgánico usado, necesidad de equipos para estricta deshidratación, disminución en eficacia de extracción en la extracción de líquido-líquido y, en algunos casos, impracticabilidad de la operación de extracción.

La separación de agua y del disolvente orgánico puede efectuarse de acuerdo con tal procedimiento bien conocido para los expertos en la materia. Por ejemplo, destilación ordinaria, o destilación azeotrópica, usando un soporte, tal como benceno, tricloroetileno o isopropiléter, o destilación extractiva. En vista del hecho de que la deshidrata -



388766

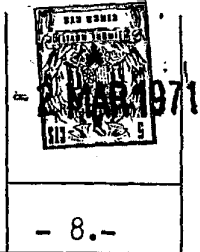
- 7.-

1 ción no se requiere estrictamente de modo particular en el
invento, la separación se consigue fácilmente por la destila
ción ordinaria.

5 Hasta ahora se había considerado que los alcoholes,
cuando se usaban en combinación con aldehidos, daban lugar a
indeseables reacciones y por ello no eran preferibles como
disolventes para ser usados en tales casos. Sin embargo, se
ha hallado que, bajo las condiciones operacionales del pre-
10 sente invento, pueden usarse alcoholes sin perjudicar sustan-
cialmente la estabilidad de metacroleina. Este punto también
es una gran característica del presente invento.

15 La acroleina, que es un aldehido útil, semejante
a la metacroleina, es varias veces mayor en solubilidad en
agua que la metacroleina, de modo que la selectividad de la
misma es extremadamente baja, en comparación con la de la
metacroleina y es, por ejemplo, de alrededor de 1,5 en el ca-
so de un sistema de acroleina-alcohol metílico-agua. Según
20 ésto, está claro que la aplicación del presente procedimien-
to a la acroleina no siempre es ventajosa. Así, puede decir-
se que el presente invento se aplica característicamente a
metacroleina.

25 De acuerdo con el presente procedimiento, la meta-
croleina es separada por extracción de líquido-líquido, eje-
cutada por debajo de temperatura normal, y la recuperación y
devolución al ciclo de metacroleina, que se ha arrastrado par-
cialmente en la fase de extracción, puede ejecutarse suficien-
temente por simple destilación, similar a la destilación de
equilibrio, de modo que el tiempo de permanencia de metacro-
30



388766

1
5
10
15
20
25
30

leina en la columna es breve y se disminuyen reacciones indeseables de metacroleina. Así, todas las operaciones se efectúan bajo circunstancias ventajosas para mantener la estabilidad de metacroleina para dar resultados tan deseables como disminución en cantidad del inhibidor de polimerización usado, incremento en rendimiento de recuperación, y sustancial supresión de atascamiento y contaminación de aparatos, interrupción de operaciones e inconvenientes semejantes. Además, tanto las columnas de extracción, como de destilación pueden hacerse fácilmente operables y de coste bajo para dar grandes efectos para el ahorro de costes y mano de obra.

En el caso de la zona de absorción de metacroleina del presente invento, la cantidad de vapor no condensado, arrastrado en la mezcla de gas, que entra en la zona, no se requiere que se limite estrictamente. Esto es eficaz para hacer más simple el equipo de refrigeración de gas y para inhibir la pérdida de metacroleina, debida a escape dentro de agua condensada.

Como se ha mencionado arriba, el presente invento procura un procedimiento para separar metacroleina, que es comercial y económicamente ventajoso y característicamente aplicable.

El presente invento se explicará más concretamente más abajo con referencia al adjunto dibujo, que es una hoja de flujo, mostrando una ejecución del invento.

En primer lugar, una mezcla de reacción gaseosa (1), que se ha formado por la oxidación catalítica de fase

388766

-2



- 9.-

1 de gas de isobutileno o una mezcla de hidrocarburo conte-
niendo isobutileno, o metacroleina en presencia de oxígeno,
nitrógeno y vapor, se enfría por un adecuado medio refrigeran-
te, por ejemplo, un cambiador indirecto de calor (2). La
5 fase de líquido condensado, comprendiendo una proporción prin-
cipal del vapor y ácido metacrílico y semejantes productos de
elevados puntos de ebullición, se separa y retira a través
de un tubo (3) y, si fuera necesario, pueden recuperarse los
componentes disueltos en el mismo. La fase de gas resultan-
te se envía, preferentemente por debajo de 50°C aproximada-
mente, a través de una tubería (4) a la parte inferior de una
columna (5) de absorción de metacroleina.

10 En la columna (5) de absorción, la absorción de
metacroleina se efectúa a elevada presión y a una baja tempe-
15 ratura, preferentemente de 1 a 10 atm. y a temperatura nor-
mal (a elevada presión) a -30°C. Como disolvente de absor-
ción, se usa el disolvente recuperado de una columna de des-
tilación (18), si fuera necesario después de purificación.
20 El disolvente es cargado en una cantidad deseada, si es nece-
sario junto con una cantidad apropiada de un inhibidor de
polimerización, que puede añadirse desde una tubería (21) a
través de una tubería (22) cerca de la cima de la columna
de absorción (5).

25 La cantidad del gas de alimentación es variable
en un amplio alcance, dependiendo de las concentraciones de
la mezcla de reacción de fase de gas, particularmente meta-
croleina, la presión del sistema, la temperatura del disol-
vente y la estructura de la columna. Generalmente, sin em-

30



1 bargo, la cantidad es de alrededor de 500 a 2.000 litros por
litro de disolvente y es deseable seleccionar aquellas con-
diciones operacionales, en que el gas es tratado en una can-
tidad la mayor posible para incrementar la concentración de
5 metacroleína en el fondo de la columna.

Dependiendo de la concentración de metacroleína de
la solución retirada a través de la tubería (6) desde el fon-
do de la columna de absorción (5) puede alimentarse una ade-
cuada cantidad de metacroleína adicionalmente a través de
10 una tubería (14). Además, el destilado desde una columna de
recuperación (15) también puede hacerse retornar a través de
una tubería (17) a una adecuada porción (8) ajustadora de
composición. De la manera arriba citada, la composición de
15 la solución, alimentada a través de una tubería (9) hasta
cerca del fondo de una columna de extracción (10) puede ajus-
tarse de modo que se conforme con las condiciones operacio-
nales de la columna de extracción. La columna de extracción
puede ser cualesquiera de las columnas de extracción ordina-
rias, tales como columna empaquetada, columna de placas, co-
20 lumnas rotativa de discos o semejante, y se hace funcionar
preferentemente desde 0° a 40°C.

Agua, como reactivo extractor, se alimenta a tra-
vés de una tubería (26) hasta cerca de la cima de la columna
25 de extracción (10). Este agua procede desde el fondo de la
columna de destilación (18) a través de las tuberías (19) y
(23). En esta agua, sin embargo, se acumulan gradualmente
productos de polimerización y semejantes, de modo que una
parte del agua se retira a través de la tubería (24) y se des-

388766



- 11:-

1 carga fuera del sistema, y una cantidad requerida de agua fresca se suplementa a través de una tubería (25),

5 Como la concentración de agua en la fase de extracción se disminuye, puede observarse una influencia perjudicial sobre el funcionamiento, en la diferencia de densidad, tensión interfacial y semejantes, de las fases. Por lo tanto, es deseable determinar la cantidad de reactivo extractor de alimentación, de modo que la concentración de agua en la fase de extracción se mantenga a 50% ó más. Dicha cantidad puede inferirse fácilmente por utilización de la relación de equilibrio líquido-líquido.

10 Desde la cima de la columna de extracción, se obtiene metacroleina como un residuo de fase de extracción (refinado) a través de una tubería (12). Si fuera necesario, la metacroleina puede ser enviada a una fase adecuada (13) para ulterior purificación.

15 La solución acuosa, que forma la fase de extracción, se envía a través de una tubería (11) a la columna de recuperación (15) y se destila a presión normal o a presión reducida, y se obtiene un destilado suficientemente rico en metacroleina desde la solución de alimentación (fase de extracción), por lo que sustancialmente puede recuperarse toda la metacroleina, arrastrada en la fase de extracción.

20 Además, es deseable que el fondo de la columna se mantenga por debajo de alrededor de 110°C y, si fuera necesario, se añade una cantidad apropiada de inhibidor de polimerización, tal como hidroquinona o semejante, para estabilizar metacroleina dejada sin recuperar, aunque en pequeña cantidad.

25
30



1 La solución del fondo de la columna de recuperación
(15) se introduce a través de una tubería (16) dentro de la
columna de destilación (18) y el disolvente se separa del
agua por destilación. El destilado en la cima de la columna
5 se retira a través de la tubería (20) y se devuelve al ciclo
como disolvente orgánico dentro de la columna de absorción
(5). Si fuera necesario, el destilado puede ser purificado
a la pureza deseada por destilación azeotrópica, destilación
extractiva u operación semejante. En caso de que se haya
10 utilizado un disolvente, que tenga punto de ebullición supe-
rior al agua y que no forma con la misma una mezcla azeotró-
pica, el disolvente se recupera del fondo de la columna.

El presente invento se ilustra más abajo con refe-
rencia a un ejemplo, en que %, mostrando cada composición,
15 es % molar, a no ser que se especifique de otro modo.

Ejemplo

Una mezcla de reacción gaseosa, que se había obte-
nido oxidando catalíticamente isobutileno a alrededor de 470°
20 hasta 510°C en presencia de oxígeno, nitrógeno, vapor y un
catalizador, se enfrió a alrededor de 30°C, por lo que se
formaron una fase de gas y una fase acuosa. La fase acuosa
estaba de más de 98% de agua, alrededor de 0,9% de ácido acé-
tico, metacrílico ó ácidos semejantes, y pequeñas cantidades
25 de formaldehído, acetaldehído y metacroleína. La fase de gas
estaba compuesta de 6,75% de metacroleína, 0,24% de compues-
tos orgánicos conteniendo oxígeno, 2,65% de isobutileno sin
reaccionar, 3,7% de agua, y en adición a ello, oxígeno sin
reaccionar, dióxido de carbono, monóxido de carbono y una gran



MAR 1971

388766

- 13.-

1 cantidad de nitrógeno.

5 La arriba mencionada fase de gas fué introducida en una columna (5) de absorción de metacroleina y alrededor de 4 litros/hora de alcohol metílico, enfriado a -25°C , se alimentan hasta cerca de la cima de la columna, para absorber la metacroleina. La columna de absorción tenía alrededor de 150 mm de diámetro interior y alrededor de 4 m. de longitud y tuvo bien empaquetados unos anillos Raschig de $\frac{1}{2}$ pulgada. La operación se efectuó prestando atención a
10 mantener fría la columna, de modo que el fondo de la columna se mantenía a alrededor de 5°C .

15 La concentración media de metacroleina de la solución del fondo obtenida era de alrededor de 27% (correspondiendo a alrededor de 47% de peso) y se separaron de 98 a 99% de la metacroleina en el gas de alimentación.

20 Esta solución fué ajustada para mantener la concentración de metacroleina de 60% de peso, mientras se añadía inicialmente metacroleina sola y más tarde en combinación con el destilado de la columna de recuperación (15) y se alimentaron a un régimen de 1.320 g/hora a la columna de extracción (10). En este caso, 200 p.p.m. de hidroquinona se utilizó como un inhibidor de polimerización.

25 La columna de extracción fué una columna empaquetada de alrededor de 40 mm. de diámetro interior y 2,5 m de largo, y la temperatura media del líquido era de 23°C . Se alimentó agua como un reactivo de extracción a un régimen de 2.100 g/hora y se puso en contacto en contracorriente con la solución, para obtener 2.690 g/hora de una fase de extra

30



388766

- 14.-

1 ción y 730 g/hora de una fase de residuo de extracción desde
el fondo de la columna y la cima de la misma, respectivamen-
te. La fase de residuo de extracción se componía de 94,5%
5 de peso de metacroleína, 3,0% de peso de metil alcohol y 2,5%
de peso de agua y semejantes, mientras que la fase de extrac-
ción contenía 6,48% de peso de metacroleína y 12,4% de peso
de metil alcohol.

10 Subsiguientemente, la fase de extracción se envió
a la columna de recuperación (15) y se alimentaron adicional-
mente 200 p.p.m. de hidroquinona. En la columna de recupera-
ción, alrededor de 1/4 de toda la longitud de la columna se
usó como una zona de condensación. El líquido fué destilado
15 a presión normal a una temperatura media de columna de 94°C.
El vapor destilado fué inmediatamente retirado por medio de
refrigeración por agua. Así se obtuvieron 240 g. de un des-
tilado por 2.690 g del líquido de alimentación. El destila-
do contenía 71,7% de peso de metacroleína. Cuando se conden-
só, se separó una pequeña cantidad de agua, por lo que se
20 formaron dos fases. El destilado total se usó como una parte
del líquido de alimentación en el sistema de extracción de lí-
quido-líquido, como se ha mencionado anteriormente.

25 El residuo del fondo de la columna de recuperación
contenía 12,35% de peso de metil alcohol y, en adición a ello,
alrededor de 800 p.p.m. de metacroleína y una ligera cantidad
de una sustancia soluble semejante a polímero. El residuo
del fondo fué destilado en la columna de destilación (18) a
presión normal y en una proporción de reflujo de 3,0 para
obtener, por 2450 g del líquido de alimentación 300 g. de un

30

388766



- 15.-

1 destilado conteniendo 96,1% de peso de metil alcohol y 3,3%
de peso de agua, y 2.150 g de un residuo acuoso de fondo,
conteniendo 1,35% de peso de metil alcohol.

5 La proporción de recuperación de metacroleina a
través de toda la etapa fué de más de 97%.

10 El presente invento no está limitado al ejemplo,
arriba mencionado, y puede ser practicado incluso cuando la
composición de la mezcla de reacción gaseosa, la clase del
disolvente y las condiciones operacionales de cada columna
se varíen.

15 N O T A .

=====

La presente patente de invención, consta de las
siguientes reivindicaciones:

20 1.- Procedimiento para separar metacroleina de una
mezcla gaseosa conteniendo metacroleina, caracterizado por-
que comprende las operaciones de absorber la metacroleina
en la mezcla gaseosa por un disolvente orgánico, capaz de
formar una solución a temperatura normal, junto con metacro-
leina y agua, en cada caso en proporciones opcionales, y
25 extraer el disolvente orgánico de la solución resultante usan-
do agua, para separar por ello la metacroleina como una fase
de extracción de residuo.

30 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque el disolvente orgánico es seleccionado

pp.

388766



1 entre metil alcohol, etil alcohol, isopropil alcohol, n-
propil alcohol, acetona y acetanitrilo.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque el disolvente orgánico es metil alcohol.

5 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque la mezcla gaseosa es una que está por
debajo de 50°C, y que se obtiene oxidando catalíticamente
isobutileno o una mezcla de hidrocarburo conteniendo isobu-
tileno o metacroleína en fase de gas y enfriando el gas de
10 reacción resultante de alta temperatura.

15 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque la fase de extracción resultante es des-
tilada para recuperar por ello parte de la metacroleína,
que había permanecido en ella y para obtener una solución
acuosa.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, ca-
racterizado porque la solución acuosa es destilada para se-
parar por ello el disolvente del agua.

20 7.- Procedimiento según las reivindicaciones pre-
cedentes, caracterizado porque se absorbe la metacroleína
en la mezcla gaseosa por un disolvente orgánico, capaz de
formar una solución a temperatura normal, junto con metacro-
leína y agua en cada caso, en proporciones opcionales, ajus-
tando la concentración de metacroleína en la solución resul-
tante para tener por lo menos 40% de peso añadiendo metacro-
leína adicional o metacroleína recuperada, obtenida en la
25 etapa de recuperación, extrayendo el disolvente orgánico de
la solución resultante, usando agua, para separar por ello

30

[Handwritten signature]

388766



- 17.-

1 la metacroleina como una fase de residuo de extracción, recuperando parte de la metacroleina, que había permanecido en el extracto, destilándole y devolviendo al ciclo la metacroleina recuperada en el mencionado paso de ajuste.

5 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el disolvente orgánico es seleccionado entre metil alcohol, etil alcohol, isopropil alcohol, n-propil alcohol, acetona y acetonitrilo.

10 9.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el disolvente orgánico es metil alcohol.

15 10.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la mezcla gaseosa es aquella que está por debajo de 50°C y se obtiene oxidando catalíticamente isobutileno o una mezcla de hidrocarburo conteniendo isobutileno o metacroleina en fase de gas y enfriando el resultante gas de reacción de alta temperatura.

20 11.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes para separar metacroleina de una mezcla de reacción gaseosa de alta temperatura producida por oxidación catalítica de fase de gas de isobutileno o mezcla conteniendo isobutileno, caracterizado por comprender las operaciones de:

25 (1) enfriar dicha mezcla de reacción a una temperatura por debajo de 50°C efectuando la separación de la fase líquida condensada,

(2) absorber la metacroleina en la mezcla de reacción gaseosa, así enfriada, por alcohol metílico,

(3) ajustar la concentración de metacroleina de

30

Ref. p.

388766



- 18.-

1
5
10
15
20
25
30

la solución resultante por lo menos a 40% de peso, añadiendo metacroleína adicional o metacroleína recuperada, obtenida en la etapa (5) de recuperación, mencionada más abajo,

(4) extraer el alcohol metílico de la solución, añadiendo agua para separar por ello la metacroleína como un residuo de extracción,

(5) recuperar parte de la metacroleína, que quedó en el extracto, por destilación y devolución al ciclo, de la metacroleína recuperada, a la etapa arriba citada (3), y

(6) destilar la solución acuosa, obtenida en la etapa arriba citada (5) para separar por ello el alcohol metílico del agua, devolviéndose el alcohol metílico a la etapa de absorción (2).

12.- Procedimiento para separar metacroleína.

Según se describe y reivindica en la adjunta memoria descriptiva y se ilustra en el plano anexo, constando la memoria de dieciocho hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

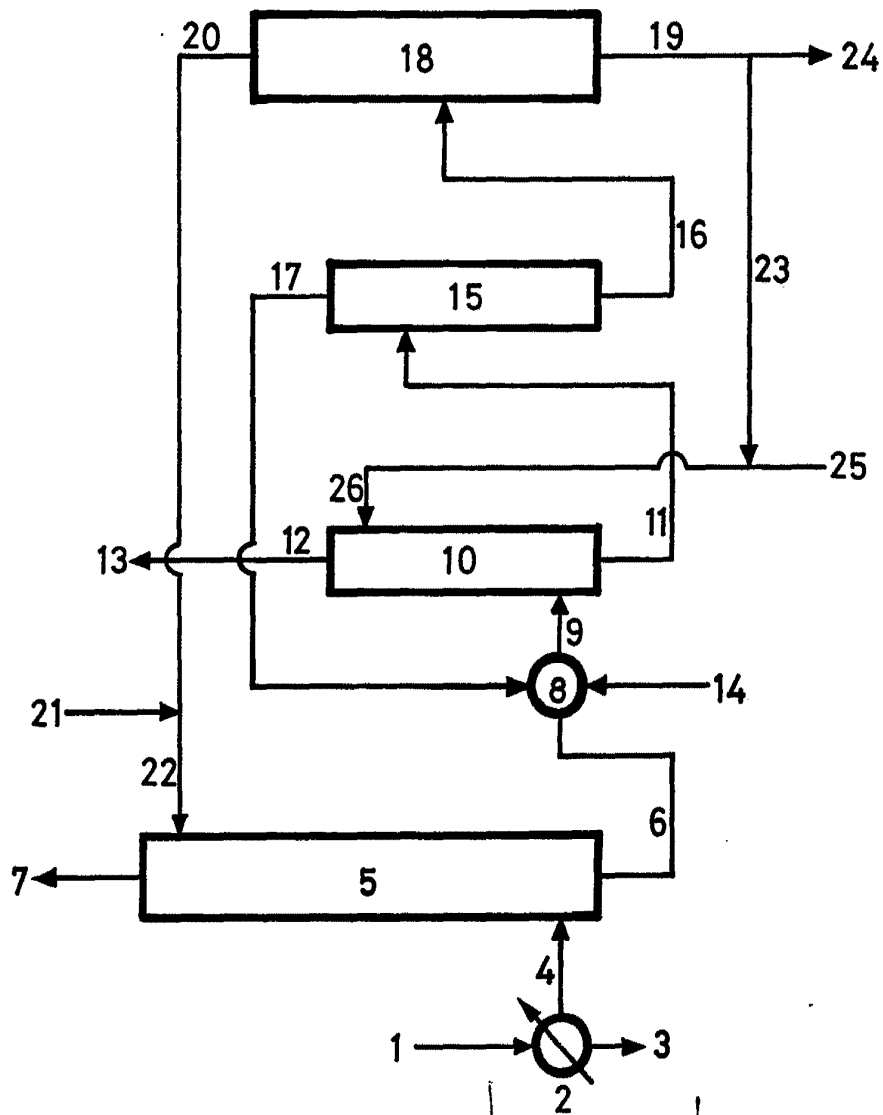
Madrid a 2 de Marzo de 1971.

CARLOS ROEB
P. P.

Fdo.: Francisco del Pozo

388766

-2 MAR 1977



ESCALA VARIABLE

P. CARLOS ROEB
P. P.

Fdo: Francisco del Pozo

25.057