

430284

PATENTE DE INVENCION

=====
Le A 15 209-Sp.
=====

..... cotc
.....
.....

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ISOPRENO

=====

Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT., entidad alemana, residente en
Leverkusen Bayerwerk, República Federal Alemana.

=====

La invención se refiere a un procedimiento para la
fabricación de isopreno mediante transformación de isobuteno
con formaldehído, bajo recuperación de formaldehído.

Es conocido fabricar isopreno a partir de isobuteno
y formaldehído, transformando, en una primera etapa, isobuteno

5

**POOR
QUALITY**

o bien fracciones de hidrocarburo con contenido en isobuteno,
y formaldehído acuoso, en presencia de un catalizador ácido,
en 4,4-dimetil-m-dioxano y disociando éste en isopreno y for-
maldehído en una segunda etapa de reacción a temperatura más
5 elevada, en presencia de catalizadores ácidos. Tales procedi-
mientos se describen por ejemplo en los siguientes artículos:
Petróleo y Carbón 15, páginas 274-282 y 348-352 (1.962), Z.
vses. chim. Obsc. 14, 3, páginas 313-319 (1.969) DAS 1.271.106
DAS 1.233.880, memoria de patente belga 735.564.

10 En estos procedimientos se producen fases acuosas
con contenido en formaldehído. Con el fin de estructurar ren-
tablemente estos procedimientos y obtener aguas residuales
que puedan clarificarse sin problemas, es necesario recuperar
lo más completamente el formaldehído contenido en las fases
15 acuosas producidas. Sería especialmente ventajoso si se pu-
diese recuperar el formaldehído en una forma que se preste
como producto de aplicación en la primera etapa de la fabri-
cación de isopreno a partir de isobuteno y formaldehído.

20 Mientras que el formaldehído que se produce en la
segunda etapa de reacción de la disociación de 4,4-dimetil-
m-dioxano, puede recuperarse y por ejemplo retornarse a la
transformación de isobuteno y formaldehído en 4,4-dimetil-m-
dioxano (compárese DOS 1.618.331 y DOS 2.044.623), la prepa-
ración de soluciones acuosas de formaldehído, muy contaminan-
25 tes con componentes orgánicos, poco concentradas, que se pro-
ducen en la primera etapa de reacción al transformar en
4,4-dimetil-m-dioxano, para la recuperación del formaldehído
contenido en ellas, es sin embargo extraordinariamente pro-
blemática.

30 Para la preparación de tales soluciones, especial-

mente para la eliminación de componentes orgánicos de soluciones acuosas de formaldehído, se han propuesto por ejemplo diversos procedimientos de extracción.

5 Asi, por la DOS 1.618.331 y la DOS 2,044.623 es conocido que se puede extraer la fase acuosa de la primera etapa del procedimiento con los hidrocarburos C_4 empleados para la síntesis de 4,4-dimetil-m-dioxano. En una extracción semejante, sin embargo, las impurezas orgánicas contenidas en la fase
10 acuosa junto al formaldehído, no se retiran tan completamente para que sea posible, sin problemas, un enriquecimiento destilativo del formaldehído contenido. Así mismo tampoco es posible conducir la fase acuosa extraída sin ulterior depuración, al tratamiento biológico de aguas residuales.

15 Por la DT-PS 1.258.861 es conocido además un procedimiento de extracción en el que se depuran las fases acuosas producidas en la fabricación de isopreno a partir de isobuteno y formaldehído. Aquí se extraen por separado, con los hidrocarburos C_4 no transformados, en la primera etapa de reacción, las fases acuosas producidas en la primera y segunda
20 etapa de la síntesis de isopreno. En la DT-PS 1.258.861 se indica en realidad que el líquido restante después de la extracción de la fase acuosa no contiene, aparte del formaldehído, ningún compuesto orgánico, de manera que éste puede emplearse de nuevo, como tal, o después de una reducción. Sin embargo un repaso de este procedimiento ha demostrado que la fase
25 líquida después de la extracción contiene siempre todavía ciertas cantidades de sustancias orgánicas, además de formaldehído. No fue posible concentrar por destilación el formaldehído contenido en la fase acuosa extraída. Se observaron
30 siempre taponamientos en la columna de destilación, que se han

de atribuir a la polimerización de compuestos orgánicos todavía contenidos. Así pues el procedimiento según DT-PS 1.258.861 no es en modo alguno apropiado para recuperar, en un proceso continuo, el formaldehído contenido en las fases acuosas y utilizarle de nuevo en el procedimiento para la fabricación de isopreno. Además, no es posible conducir, al tratamiento biológico de aguas residuales, la fase acuosa extraída, con contenido en formaldehído, sin separar el formaldehído contenido.

Como otro procedimiento de preparación para la recuperación de formaldehído, entra en consideración la concentración de soluciones acuosas diluidas de formaldehído, por ejemplo mediante destilación (J.F. Valker, formaldehído, Reinhold Publ. Co. N.Y. 1.964). Aquí es por ejemplo posible obtener el formaldehído bien en su forma concentrada como producto de cola, cuando se realiza la destilación bajo presión reducida, o bien en forma concentrada, como destilado, cuando se realiza la destilación bajo presión elevada.

Pero las fases acuosas que contienen formaldehído producidas en la síntesis de isopreno, contienen además, junto al formaldehído, todavía una serie de otras sustancias orgánicas que dan lugar a perturbaciones en una preparación destilativa.

Así pues, en una destilación en vacío de estas fases acuosas puede obtenerse el formaldehído en forma concentrada como producto de cola, sin embargo una gran parte de los compuestos orgánicos contenidos quedan en el destilado a causa de su volatilidad, de manera que este destilado no puede desecharse como agua residual.

Otra posibilidad de la preparación destilativa, con-

siste en la destilación a presión. Sin embargo, como se describe en la DOS 1.618.331, en la destilación a presión tiene que separarse, preferentemente, de las fases acuosas, con contenido en formaldehído, y antes de la destilación, los compuestos orgánicos de alto punto de ebullición en una evaporación de varias etapas. Tras ésto, al aplicar las soluciones acuosas con contenido en formaldehído en la destilación a presión, como producto de cola, se produce un agua residual ampliamente liberada de compuestos orgánicos, pero sin embargo, debido a las temperaturas elevadas necesarias en la destilación bajo presión de las soluciones acuosas con contenido en formaldehído, se llega a resinificaciones, y concretamente también cuando los compuestos orgánicos de alto punto de ebullición se separaron destilativamente o extractivamente antes de la aplicación de la destilación a presión. Las resinificaciones dan lugar en corto tiempo a un taponamiento de la columna de destilación a presión.

Así pues, no ha sido posible hasta ahora preparar de modo satisfactorio las soluciones acuosas con contenido en formaldehído, diluidas, producidas en la síntesis de isopreno, de tal manera que todo el formaldehído contenido en las fases acuosas producidas pueda retornarse al proceso para la fabricación de isopreno y se produzca al mismo tiempo un agua residual que pueda conducirse al tratamiento biológico de aguas residuales.

Sin embargo, es deseable disponer de un procedimiento con el que sea posible incluir en la recuperación de formaldehído, junto a las soluciones acuosas con contenido en formaldehído de la segunda etapa del procedimiento, también la solución de formaldehído acuosa bajo porcentaje producida en

la primera etapa del procedimiento, al no ser cuantitativamente la cifra de formaldehído, y preparar en caso dado también otras soluciones acuosas diluidas de formaldehído, producidas en la síntesis de isopreno.

5 El objeto de la invención es por lo tanto la preparación y concentración conjunta de todas las soluciones de formaldehído a partir del proceso de síntesis de isopreno de dos etapas, con fines de recuperación, produciéndose al mismo tiempo un agua residual, prácticamente liberada de formaldehído y de compuestos orgánicos, que puede conducirse al tratamiento biológico de aguas residuales.

10

Se encontró un procedimiento para la fabricación de isopreno mediante transformación de isobuteno con formaldehído y disociación del 4,4-dimetil-m-dioxano formado como producto intermedio, bajo retroalimentación del formaldehído obtenido de las fases acuosas con contenido en formaldehído, producidas, que se caracteriza porque las fases acuosas con contenido en formaldehído, producidas en la primera etapa de la fabricación de isopreno (síntesis de 4,4-dimetil-m-dioxano) y en la segunda etapa de la fabricación de isopreno (disociación de 4,4-dimetil-m-dioxano), así como en caso dado otras soluciones acuosas con contenido en formaldehído, se juntan y se someten a una destilación de varias etapas, en caso dado bajo separación de los componentes de alto punto de ebullición, como productos de cola, se extrae el destilado con la corriente de hidrocarburo C₄ prevista para la transformación con formaldehído, se alimenta la corriente C₄ que abandona la extracción a la primera etapa de reacción para formar el 4,4-dimetil-m-dioxano y se dirige la solución de formaldehído acuosa extraída a una columna rectificadora puesta bajo presión con

15

20

25

30

adición de compuestos de reacción alcalina, en la que se obtiene como producto de cabeza prácticamente todo el formaldehído como formalina al 30-40 % en peso, mientras que de la cola de la columna rectificadora se expulsa del proceso agua residual prácticamente exenta de formaldehído.

Según el procedimiento de la invención puede prepararse no solo las fases acuosas con contenido de formaldehído juntas, producidas en la síntesis y disociación de 4,4-dimetil-m-dioxano, sino que también es posible añadir en la preparación y depuración según la invención otras fases acuosas con contenido en formaldehído, como las que se producen por ejemplo en la depuración del isopreno contenido en la reacción de disociación de 4,4-dimetil-m-dioxano. Las soluciones acuosas con contenido en formaldehído juntas, pueden contener una multiplicidad de impurezas orgánicas. Pueden mencionarse individualmente: 4,4-dimetil-m-dioxano, butanol terciario, alcoholes isoprénicos, como por ejemplo 1-hidroxi-3-metil-buteno-(3), 1-hidroxi-3-metil-buteno-(2), 1-hidroxi-3-metil-buteno-(1), además 4-metil-5,6-dihidroxi- α -pirano, sustancias muy solubles en agua como butanodiol-1,3, alcoholes de dioxano, metanol y 4-hidroxi-4-metil-tetrahidro- α -pirano y productos de alto peso molecular, así como pequeñas cantidades de sustancias no volátiles superficialmente activas. Ya que en la primera y segunda etapa de la fabricación de isopreno se emplean catalizadores ácidos, las fases acuosas con contenido en formaldehído depuradas, contienen también ciertas cantidades de ácidos, por ejemplo ácido fosfórico o ácido sulfúrico.

El procedimiento según la invención se realiza de manera que primero se separan destilativamente las impurezas de alto punto de ebullición de las fases acuosas con contenido

en formaldehído juntadas. Esta destilación puede estar com-
puesta de una etapa o varias etapas. Las condiciones de presión
y temperatura en esta destilación se eligen convenientemente
de manera que se evite la formación de residuos a consecuencia
de las reacciones secundarias entre los distintos componentes
del producto.

5

Se ha mostrado que puede evitarse la formación de
residuos si al aumentar el contenido en ácido del producto se
realiza la destilación con presiones y temperaturas más bajas.
El límite inferior de presión y temperatura no es crítico.

10

Convenientemente se trabaja en condiciones tales que por una
parte se evite perfectamente la formación de residuos y por
otra parte no sea necesario un coste desproporcionadamente
alto para el vacío y calefacción o refrigeración.

15

Si el producto en la destilación contiene, por ejem-
plo, ácido fosfórico o ácido sulfúrico, en una concentración
de 0,01 % en peso o menos, se puede trabajar a presión normal
o hasta presión reducida del orden de 500 Torr y temperaturas
del lodo de 90°C hasta 100°C. Si el producto contiene por

20

ejemplo ácido fosfórico o ácido sulfúrico, en una concentración
de 0,01-5 % en peso, se puede trabajar a presiones de 100 a
500 Torr y temperaturas del lodo de 60 a 90°C. Si la concentra-
ción de ácido del producto está, por ejemplo, en 1 a 20 % en
peso de ácido fosfórico o ácido sulfúrico, se puede trabajar
a presiones entre 10 y 100 Torr y temperaturas del lodo de

25

25 a 70°C. Si el producto tiene un contenido en ácido más
alto, de por ejemplo 20 % en peso de ácido fosfórico o ácido
sulfúrico, la destilación puede realizarse a presiones y tem-
peraturas correspondientemente más bajas. En esta destilación
se emplean preferentemente productos con un contenido en áci-

do fosfórico de 0,05 a 1,0 % en peso, ajustándose la presión a 200 - 400 Torr y la temperatura del lodo a 70 - 80°C.

5 Los productos de alto punto de ebullición separados, los cuales contienen también los ácidos existentes en el producto de aplicación, por ejemplo ácido fosfórico o ácido sulfúrico, se producen como producto de cola y pueden conducirse total o parcialmente a la disociación de 4,4-dimetil-m-dioxano.

10 El destilado producido en esta destilación que, además de agua y formaldehído, contiene todavía impurezas más volátiles y volátiles con el vapor de agua, se extrae luego mediante extracción con la corriente de hidrocarburo C₄ prevista para la fabricación de 4,4-dimetil-m-dioxano. En la extracción puede aplicarse toda la corriente de hidrocarburo C₄ prevista para la fabricación de 4,4-dimetil-m-dioxano. Es
15 también posible emplear para la extracción solo una parte de esta corriente de hidrocarburo C₄.

20 La extracción puede realizarse, por ejemplo, a temperaturas de 20 - 50°C, preferentemente a 30 - 40°C. La presión se elige convenientemente de manera que la mayor parte del hidrocarburo C₄ está en forma líquida durante la extracción. Mediante esta extracción se separa la cantidad principal de impurezas de fácil ebullición y volátiles con el vapor de agua, por ejemplo 4,4-dimetil-m-dioxano, la cantidad principal de alcoholes de isopreno y una parte del butanol terciario.
25

30 Se ha demostrado sin embargo que están contenidas todavía una cierta cantidad de impurezas orgánicas en la solución acuosa de formaldehído que abandona la extracción. Por ejemplo, están contenidos todavía metanol, una parte del

butanol terciario y trazas de sustancias desconocidas, que en las siguientes columnas conducen al cubrimiento de las superficies del evaporador con polimerizados. La ulterior preparación de la solución acuosa con contenido en formaldehído, se efectúa en una columna rectificadora.

Según el invento, se añaden al producto de aplicación de la columna rectificadora, o directamente en la columna rectificadora, compuestos inorgánicos u orgánicos de reacción alcalina. En general se ajusta aquí, en la solución acuosa con contenido en formaldehído, un valor pH de 4-8, preferentemente de 6-7. Convenientemente no se emplean para ésto compuestos volátiles de reacción alcalina. Preferentemente se utilizan compuestos inorgánicos no volátiles, de reacción alcalina.

Como compuestos inorgánicos de reacción alcalina son apropiadas, por ejemplo, las sales de metales de reacción alcalina del primero y segundo grupo principal del sistema periódico. Pueden emplearse por ejemplo los carbonatos de estos metales, especialmente carbonato sódico, carbonato potásico, carbonato de calcio y carbonato básico de magnesio. Los compuestos inorgánicos de reacción alcalina pueden ser también los hidróxidos de metales del primero y segundo principal del sistema periódico, especialmente hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de litio, hidróxido de calcio e hidróxido de magnesio. Es también posible emplear intercambiadores de guiones básicos, dirigiéndose el producto de aplicación en la columna rectificadora, a tales temperaturas, sobre intercambiadores de iones básicos, en las que estos no sufren ningún daño. En especial se emplean preferentemente, como compuestos de reacción alcalina, hidróxido de sodio, hidróxido

de calcio e hidróxido de potasio.

Con el fin de no cargar innecesariamente las aguas residuales, los compuestos de reacción alcalina se adicionan en las cantidades menores posibles. Por ejemplo los compuestos de reacción alcalina pueden añadirse, en la columna rectificadora, en cantidades de 50-1000 ppm, preferentemente 150-400 ppm referido al total del producto de aplicación.

La adición de compuestos de reacción alcalina a la solución acuosa de formaldehído, puede efectuarse en un lugar cualquiera después de la separación de las impurezas de alto punto de ebullición. Por ejemplo, los compuestos de reacción alcalina pueden adicionarse al destilado obtenido después de la separación de las impurezas de alto punto de ebullición, a la extracción, a la columna rectificadora o a las corrientes del producto que se encuentra entre medias.

La solución acuosa de formaldehído así adicionada con compuestos de reacción alcalina o bien dirigida a través de intercambiadores de iones básicos, se dirige, después de la extracción con hidrocarburos C_4 , a la columna rectificadora. Esta columna rectificadora se pone bajo presión elevada. Por ejemplo la presión en la columna rectificadora puede suponer 3-7 bares, preferentemente 4-6 bares. La temperatura en la columna rectificadora puede ajustarse de manera que el producto de cabeza presenta una temperatura de 120-170°C, preferentemente 130-150°C. En la cola de la columna se toma un agua residual que prácticamente no contiene ya impurezas orgánicas y puede conducirse al tratamiento biológico de aguas residuales. En la cabeza de la columna rectificadora se produce la totalidad del formaldehído en forma de una solución acuosa al 30-50 %. Esta solución puede contener todavía pequeñas cantida

des de impurezas orgánicas que sin embargo no conducen forzosamente a complicaciones cuando la solución de formaldehído obtenida debe retornar de nuevo a la fabricación de isopreno. Por ejemplo, la solución de formaldehído producida en la cabeza de la columna rectificadora puede contener todavía pequeñas cantidades de metanol y butanol terciario.

Si deben separarse también estas impurezas, esto puede tener lugar en otra columna de destilación que puede conectarse delante de la columna rectificadora y se acciona convenientemente como columna Strip. En este caso la solución de formaldehído que viene de la extracción se dirige primeramente a una columna de destilación que se pone a presión normal, a presión algo reducida o algo elevada, pero preferentemente a presión normal. La temperatura puede elegirse de manera que en la cabeza de la columna pueden producirse y separarse impurezas orgánicas de bajo punto de ebullición o que con agua formen azeotropos, por ejemplo metanol o butanol terciario, a temperaturas de 60-90°C, preferentemente 70-80°C. El producto de cola de esta destilación se dirige luego a la columna rectificadora que se acciona como se ha descrito arriba. La adición de compuestos de reacción alcalina puede llevarse a cabo naturalmente también antes, en, o después de esta destilación.

A continuación se aclara a base del dibujo adjunto una forma de ejecución especial del procedimiento según la invención:

Se mezcla formalina (1) recién alimentada, por ejemplo al 40 % en peso, con formalina (2) retornada, concentrada por ejemplo al 40 % en peso, y (3) conjuntamente con la alimentación (4), con contenido en isobuteno, se introduce en el

reactor (5) en presencia de un catalizador ácido, por ejemplo ácido fosfórico (3a), en la reacción Prins para la síntesis de 4,4-dimetil-m-dioxano. La mezcla de reacción se separa en el separador (6) en una fase acuosa y una fase orgánica. La fase orgánica superior se separa destilativamente a continuación en la columna (8) en hidrocarburos C_4 (9) y en el denominado "Dioxano basto" (10) el cual se disocia en presencia de un catalizador ácido en el reactor (11) formando isopreno en presencia de vapor de agua (10a). Los productos de disociación se dividen en un sistema separador (12) en la fase orgánica de isopreno (13) y en la fase acuosa (14) que contiene el formaldehído producido. La fase acuosa (14) que contiene el formaldehído de la disociación, se junta directamente, según la invención, con la fase acuosa que contiene el formaldehído no transformado de la síntesis de 4,4-dimetil-m-dioxano (7) y con las soluciones acuosas con contenido en formaldehído de la preparación del 4,4-dimetil-m-dioxano y del isopreno (14a) (15). En un sistema de evaporación preferentemente de varias etapas (16) se separan, como producto de cola (17), los componentes orgánicos de más alto punto de ebullición y se retornan (10c) al horno de disociación (11). El destilado (18) contiene la cantidad principal del formaldehído acuoso; esta corriente se extrae en la extracción (19) con la alimentación de corriente de C_4 (20). En la corriente acuosa (21) extraída se ajusta ahora, según la invención, mediante adición de sustancias (21a) de reacción alcalina, un valor pH de 4-8, preferentemente 6-7. Es ventajoso adicionar como solución acuosa las sustancias de reacción alcalina, por ejemplo hidróxido de sodio. La corriente acuosa (21b) así tratada puede en caso dado liberarse destilativamente como producto de cabeza (23), en una

columna (22), de compuestos orgánicos de fácil ebullición, como por ejemplo metilal, metanol, butanol terciario, con el fin de evitar un enriquecimiento de estas sustancias al tratarse de un procedimiento continuo. El producto de cola (24) se alimenta por último a la columna rectificadora (25) donde la solución acuosa diluida con contenido en formaldehído, se encuentra bajo presión convenientemente de manera que como destilado se produce una formalina concentrada por ejemplo al 40 % (2), que complementada por formalina (1) recién alimentada se utiliza de nuevo completamente para la síntesis de 4,4-dimetil-m-dioxano. Como cola se produce un agua residual (26) prácticamente exenta de formaldehído y de sustancias orgánicas, que puede por ejemplo entregarse directamente al tratamiento biológico de aguas residuales.

Según el procedimiento de la invención, es por primera vez posible recuperar la totalidad del formaldehído producido en la fabricación de isopreno a partir del formaldehído e isobuteno en forma de soluciones acuosas diluidas y sin depurar. El formaldehído recuperado se produce aquí en una concentración tal que puede conducirse de nuevo directamente al proceso. El procedimiento según la invención proporciona al mismo tiempo aguas residuales que pueden conducirse, sin otro tratamiento, a una depuración biológica de aguas residuales.

La ejecución del procedimiento según la invención se describe con más detalle en los siguientes ejemplos.

EJEMPLO 1

Se mezclan en una proporción 1:1 las corrientes de agua residual (7) y (14) que contienen formaldehído. Por la tubería (15) se alimentan a la columna (16) 5,0 kg/h, bajo una

presión de 350 Torr y una temperatura de cola de 85°C. Por la tubería (17) se extraen por cola 0,3 kg/h de compuestos orgánicos de punto de ebullición más alto. La corriente (18), después de la adición de 200 ppm de NaOH, se ajusta a un pH de aproximadamente 7 y llega por la tubería (24) a la columna (25) que se pone a una presión de 4 bares y cuya temperatura de cola se ajusta a 150°C.

En la cabeza (2) se recogen en el centro 1,6 kg/h. de solución acuosa de formaldehído al 40 % y por la cola (26) 3,1 kg/h de agua residual.

La presión del vapor de calentamiento de la columna (25) no se alteró después de un tiempo de funcionamiento de más de 700 horas. Los tubos del evaporador de circulación y los cuerpos de relleno en la parte de salida y refuerzo estaban exentos de polimerizados.

EJEMPLO 2 (ejemplo comparativo)

Se alimentan a la columna (16) 18,8 kg/h de una mezcla de agua residual (15) con contenido en formaldehído. Por la tubería (17) se extraen, en la cola, 1,3 kg/h de compuestos orgánicos de punto de ebullición más alto. A la cabeza llegan 17,5 kg/h que se extraen en el extractor con 12,6 kg/h de la mezcla de alimentación C₄ (20). En la columna (15) se alimentan en el centro 15,9 kg/h de la solución de formalina extraída. Ambas columnas funcionan con los datos de servicio del ejemplo 1. En la cola de la columna (25) se expulsan 10,1 kg/h de agua residual (26), mientras que se retornan, a la síntesis de 4,4-dimetil-m-dioxano, 5,58 kg/h de producto de cabeza como formalina (2) concentrada.

A pesar del más corto tiempo de residencia del producto en la parte de evaporación de la columna (25), solo pu-

do conseguirse un tiempo de funcionamiento de aproximadamente 250 horas, ya que los tubos del evaporador (lado del producto) tenían costra y estaban taponados. La presión del vapor de calentamiento ascendió en este tiempo de 6 a 11 bares en el centro. Los cuerpos de relleno de la parte de salida estaban muy recubiertos de polimerizados.

N O T A

=====

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse 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 el número y fecha siguiente: nº P 23 47 841.3 de 22 de septiembre de 1.973; acogíéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, por lo que se solicita patente de invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ISOPRENO; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para la fabricación de isopreno, mediante transformación de isobuteno con formaldehído y disociación del 4,4-dimetil-m-dioxano formado como producto intermedio, bajo reciclo del formaldehído obtenido de las fases acuosas con contenido en formaldehído producidas, caracterizado porque las fases acuosas, con contenido en formaldehído, producidas en la primera etapa de la fabricación de

isopreno (síntesis de 4,4-dimetil-m-dioxano) y en la segunda etapa de fabricación de isopreno (disociación de 4,4-dimetil-m-dioxano), así como en caso dado otras soluciones acuosas con contenido en formaldehído, se reúnen y se someten a una destilación de varias etapas, en caso dado bajo separación de los componentes de alto punto de ebullición, como productos de cola; se extrae el destilado con la corriente de hidrocarburo C_4 prevista para la transformación con formaldehído; se alimenta la corriente C_4 , que abandona la extracción, a la primera etapa de reacción, para formar el 4,4-dimetil-m-dioxano; y se dirige la solución acuosa de formaldehído extraída a una columna rectificadora puesta bajo presión, bajo adición de compuestos de reacción alcalina; en la que se obtiene como producto de cabeza prácticamente todo el formaldehído como formalina al 30-40 % en peso, mientras que de la cola de la columna rectificadora se expulsa del proceso agua residual prácticamente exenta de formaldehído.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en la solución acuosa de formaldehído extraída, se ajusta un valor pH de 4-8 mediante adición de compuestos de reacción alcalina.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1-2, caracterizado porque los compuestos de reacción alcalina se añaden en una cantidad de 50-1000 ppm.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque se adicionan compuestos de reacción alcalina, inorgánicos, no volátiles.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque se adiciona hidróxido de sodio, hidróxido de potasio y/o hidróxido de calcio.

5 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1-5-, caracterizado porque la solución acuosa con contenido en formaldehído, bruta, obtenida de la segunda etapa de la fabricación de isopreno (disociación de 4,4-dimetil-m-dioxano), se aplica, sin depuración intermedia anterior para la recuperación del formaldehído.

10 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1-6, caracterizado porque el formaldehído recuperado como formalina al 30-40 % en peso, se recicla al procedimiento para la fabricación de isopreno.

15 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1-7, caracterizado porque los restantes compuestos de fácil ebullición o volátiles con el vapor del agua, que se encuentran en la solución acuosa de formaldehído extraída, adicionada con el compuesto de reacción alcalina, se separan en una columna Strip que se encuentra delante de la columna rectificadora puesta bajo presión.

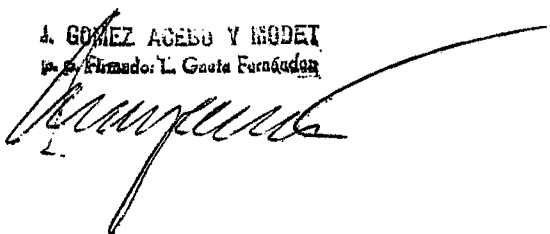
20 9.- Procedimiento para la fabricación de isopreno, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 18 hojas escritas a máquina por una sola cara.

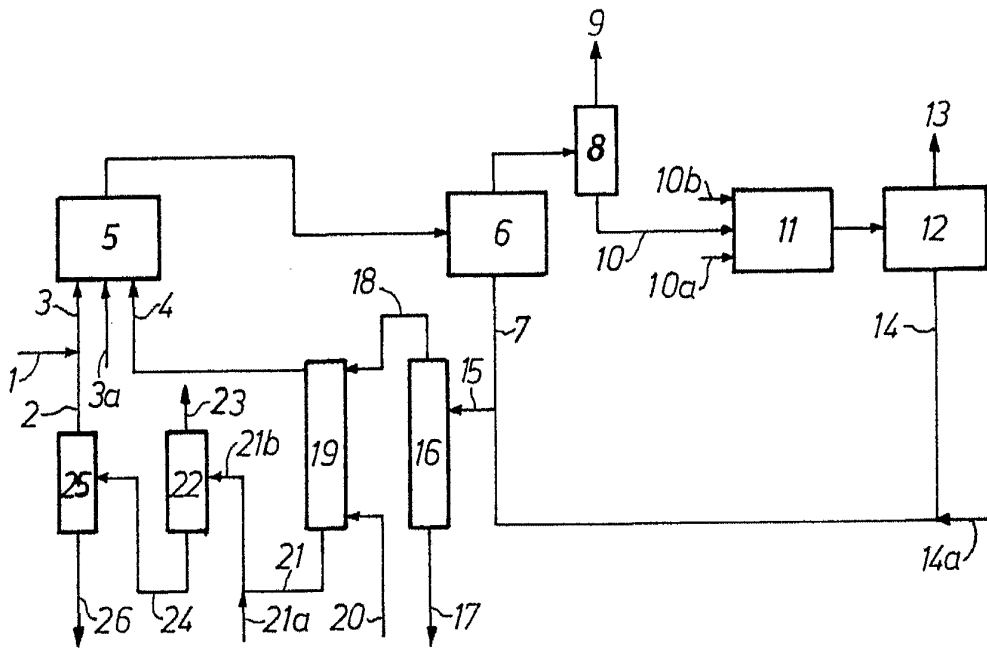
Madrid, 21 JUL 1974

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

A. GÓMEZ ACEBO Y MODET
Firmado: L. García Fernández



ESCALA VARIABLE



10/10/10
[Handwritten signature]