



ESPAÑA

- 4 MAR. 1977

PATENTE DE INVENCION

NUMERO	446.283
FECHA DE PRESENTACION	23 Marzo 1976

10 A1

50 PRIORIDADES: 51 NUMERO	52 FECHA	53 PAIS
P 25 14 095.8	29 Marzo 1975	República Federal Alemana

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C-07-C C07C	

54 TITULO DE LA INVENCION

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DEL ACIDO ACETICO"

71 SOLICITANTE (S)

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

6230 Frankfurt/Main 80 - República Federal Alemana

72 INVENTOR (ES)

1) Dr. Helmut Schaub	3) Dr. Rudolf Sartorius
2) Friedrich Schonk	4) Hartmut Voigt

73 TITULAR (ES)

La misma solicitante

74 REPRESENTANTE

D. PABLO AGUDO OBRIGON

**POOR
QUALITY**

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DEL ACIDO ACETICO".

Memoria Descriptiva

El ácido acético se obtiene en general técnicamente mediante oxidación catalítica de acetaldehído con oxígeno empleando acetato manganoso como catalizador.

5

Esta reacción se gradúa en general de manera que aproximadamente el 4% del acetaldehído no se transforma y a continuación se devuelve en la reacción después de la separación destilativa del ácido acético bruto.

10

La fracción de inmediato punto de ebullición superior contiene fundamentalmente ácido acético. El producto residual contiene el catalizador de acetato manganoso, ácido acético y productos secundarios de elevado punto de ebullición, como por ejemplo aldehidos acetilados (por ejemplo etilidenodiacetato), productos de la oxidación de ácido acético acetilados (por ejemplo ésteres de ácido acetoxiglicólico), productos de oxidación de ácido acético, (por ejemplo, derivados del ácido succínico) y productos de condensación de ácido acético (por ejemplo, derivados del ácido acetilacético). Este residuo líquido que contiene acetato manganoso no se puede emplear sin más nuevamente como catalizador, al utilizarse esta mezcla la

15

20 reacción viene a agotarse al cabo de poco tiempo.

Ahora se ha descubierto sorprendentemente que este residuo puede volver a emplearse como catalizador, si el ácido acético formado en la reacción, que en general contiene todavía 1 a 10% de acetaldehído, se somete a una reacción complementaria oxidativa con oxígeno o con gases que contienen oxígeno.

El procedimiento conforme a la invención para la obtención de ácido acético mediante oxidación de acetaldehído con oxígeno o con gases que contienen oxígeno en presencia de un catalizador de acetato manganoso se caracteriza por el hecho de que el ácido acético bruto obtenido del acetaldehído de la manera conocida en sí, que contiene todavía 1 a 10% de peso de acetaldehído, se somete juntamente con los gases de contenido de acetaldehído formados durante la reacción del ácido acético a una oxidación complementaria con oxígeno o con gases que contienen oxígeno, a continuación se separan por destilación los productos secundarios de bajo punto de ebullición y el ácido acético y se vuelve a emplear como catalizador el residuo que comprende el acetato manganoso, productos secundarios de alto punto de ebullición y el ácido acético.

El residuo que contiene acetato manganoso, productos secundarios del alto punto de ebullición y ácido acético se puede volver a emplear sin más en la oxidación de acetaldehído para obtener ácido acético. Preferentemente se devuelve en el

45 reactor hasta el 95% del residuo como catalizador y se dese -
cha el restante 5%, para que el nivel de impurezas no aumente
demasiado. En este caso se trata de porcentajes de peso. La
síntesis de ácido acético y la reacción complementaria oxida -
50 tiva se efectúan generalmente a presiones de 1 a 20 atmósfe -
ras, preferentemente a 1 hasta 2 atmósferas, y a temperaturas
de 33 a 150°C, preferentemente 40 a 90°C.

Una ventaja esencial del procedimiento conforme a
la invención consiste además en que no ha lugar la recupera -
ción de acetaldehído. En la realización del procedimiento con
55 forme a la invención se ha acreditado especialmente el siguien -
te método (Cf. figura):

En el reactor principal (1) se introducen acetal -
dehído a través de la tubería (2), oxígeno a través de la tu -
bería (3) y acetato manganeso a través de la tubería(4). Los
60 productos de reacción y el material de partida no transforma -
do se llevan al reactor complementario(5), y concretamente las
sustancias gaseiformes (principalmente el dióxido de carbono
y el acetaldehído en forma de vapor no transformado) a través
de la tubería(6) y las sustancias líquidas (ácido acético,
65 acetaldehído no transformado, agua, productos secundarios, ace -
tato manganeso) a través de la tubería(7). A través de la tu -
bería(8) se introduce oxígeno para la oxidación complementaria
del acetaldehído no transformado en el reactor complementario.
A través de la tubería(9) se elimina un gas de escape que

70 contiene fundamentalmente dióxido de carbono. A través de la
tubería (10) se lleva a la columna (11) una mezcla sin ace -
taldhido de ácido acético, agua, productos secundarios y ace -
tato manganeso. Allí se separan por destilación los productos
75 secundarios de bajo punto de ebullición (principalmente aceta -
to de metilo, formiato de metilo, metanol y agua) a través de
la tubería (12). El ácido acético, los productos secundarios
de bajo punto de ebullición y el acetato manganeso se llevan
a través de la tubería (13) a la columna (14). Allí el ácido
80 acético se separa por destilación a través de la tubería (15)
como producto de cabeza. Los productos secundarios de bajo
punto de ebullición y el acetato manganeso, disueltos en áci -
do acético, abandonan la columna (14) a través de la tubería -
(16) y se devuelven en el reactor principal (1) - eventualmen -
te después de eliminarse cantidades parciales de productos se -
95 cundarios de bajo punto de ebullición y separarse los residuos
insolubles a través de la tubería (17).

Ejemplo

La disposición del ensayo corresponde a la figura.

Al reactor (1), que en régimen estacionario contiene
90 1,2 Kg de $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4 H_2O$, se llevan 764 Kg/h de acetaldehí -
do a través de la tubería (2), 185 $N m^3/h$ de oxígeno a través
de la tubería (3) y 0,06 Kg/h de acetato manganeso fresco a
través de la tubería (4). La temperatura y presión en el reac -
tor son 50°C o 1 atmósfera respectivamente. A través de la

95 tubería (8) se llevan al reactor complementario(5) 20 Nm³/h de
oxígeno y a través de la tuberías (6) y (7) los productos de
reacción procedentes del reactor (1). Los gases de escape eli-
minados a través de la tubería (9) se queman. Del producto de
cola del reactor complementario (5) se separan en la columna
100 (11) los de bajo punto de ebullición y en la columna (14) el
ácido acético. A través de la tubería (15) se obtienen 1000
Kg/h de ácido acético. Esto corresponde a un rendimiento del
96%, en relación con el acetaldehído empleado. El producto re-
sidual de la columna (14) se purga a través de la tubería (16).
105 Una parte de 0,06 Kg/h se separa a través de la tubería (17)
y se desecha. La parte principal se lleva nuevamente al reac-
tor (1) y se emplea allí como catalizador. El rendimiento de
ácido acético permanece constante durante 8 semanas.

Ejemplo comparativo

110 La disposición del ensayo corresponde a la figura,
menos en que desaparece el reactor complementario(5). Las
sustancias en forma de gas (principalmente el dióxido de car-
bono y el acetaldehído gaseiforme no transformado) se elimi-
nan a través de la tubería (6) del reactor principal(1) como
115 gas de escape. Las sustancias líquidas (ácido acético, ace-
taldehído no transformado, agua, productos secundarios, aceta-
to manganeso) se llevan directamente a través de la tubería (7)
desde el reactor principal (1) a la columna (11).

Al reactor (1) se llevan 775 Kg/h de acetaldehído a

120 través de la tubería (2), 205 Nm³/h de oxígeno a través de la
tubería (3) y 1,2 Kg/h de Mn(OOCCN₃)₂·4H₂O a través de la tu-
bería (4). La temperatura de reacción del reactor (1) es de
60°C, la presión 1 atmósfera. En la columna (11) se destilan
los productos líquidos llevados a través de la tubería (7), que
125 contienen todavía 4% de acetaldehído, eliminándose los produc-
tos de bajo punto de ebullición a través de la tubería (12).
El acetaldehído contenido en ellos se aísla y se lleva nueva-
mente al reactor (1). El producto de cola de la columna (11)
se traslada a través de la tubería (13) a la columna (14). A
130 través de la tubería (15) se obtienen 1000 Kg/h de ácido acéti-
co. Esto corresponde a un rendimiento de 94,7% de peso, en re-
lación con el acetaldehído empleado.

Al volver a llevar el producto de cola que contiene
acetato manganoso de la columna (14) al reactor (1) la reacción
135 se agota al cabo de poco tiempo.

REIVINDICACIONES

1).- Procedimiento para la obtención de ácido acético median-
te oxidación de acetaldehído con oxígeno o gases que contienen
oxígeno en presencia de un catalizador de acetato manganoso,
caracterizado por el hecho de que el ácido acético bruto, ob-
tenido de la manera en sí conocida del acetaldehído y que con-
140 tiene todavía acetaldehído en 1 a 10% de peso, juntamente con
los gases que contienen todavía acetaldehído formados durante

145

La reacción del ácido acético se somete a una oxidación complementaria con oxígeno o con gases que contienen oxígeno, a continuación se separan por destilación los productos secundarios de bajo punto de ebullición y el ácido acético, y se vuelve a utilizar como catalizador el residuo que alberca acetato manganeso, productos secundarios de alto punto de ebullición y ácido acético.

150

2).- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que hasta el 95% de peso del residuo que consta de acetato manganeso, productos secundarios de alto punto de ebullición y ácido acético se emplea nuevamente como catalizador y se desecha el resto.

155

3).- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la oxidación complementaria se efectúa a presiones de 1 a 20 atmósferas.

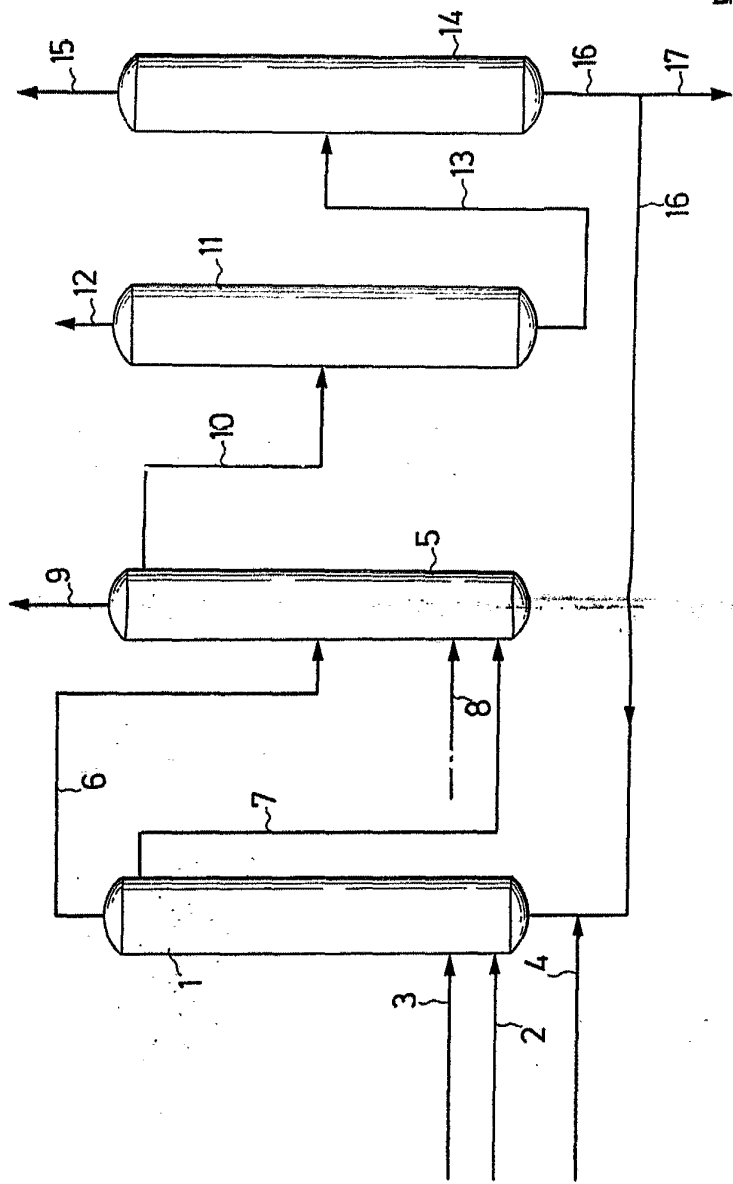
160

4).- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la oxidación complementaria se efectúa a temperaturas de 35 a 150°C.

5).- "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DEL ACIDO ACETICO".

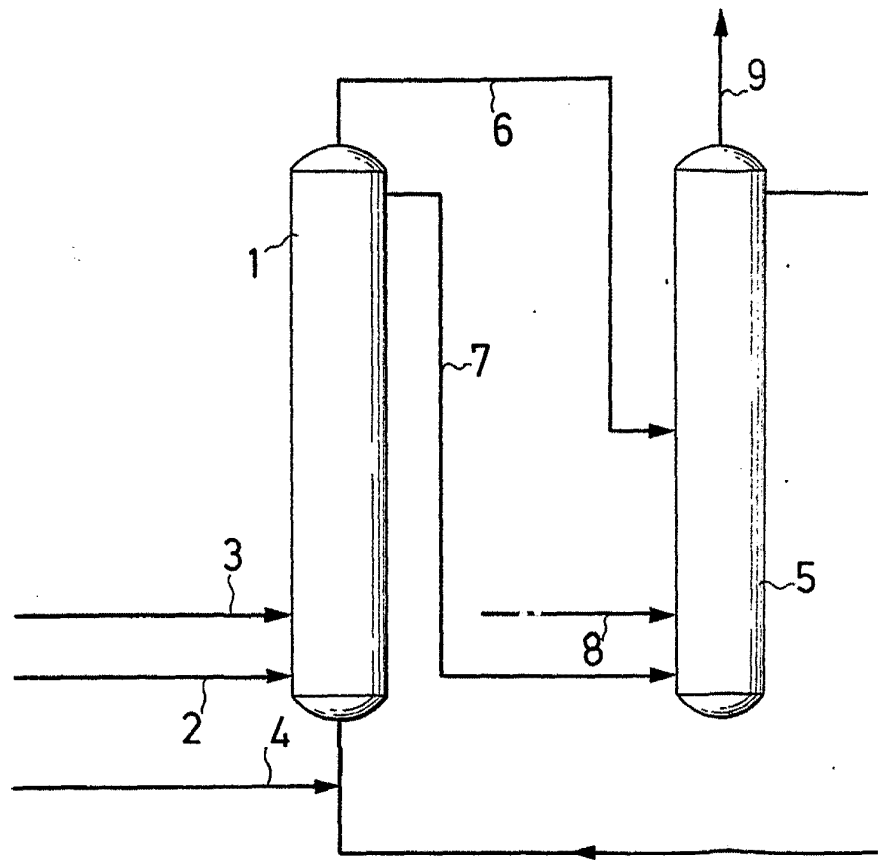
Esta memoria consta de 7 hojas foliadas y mecanografiadas por un solo lado de sus caras.

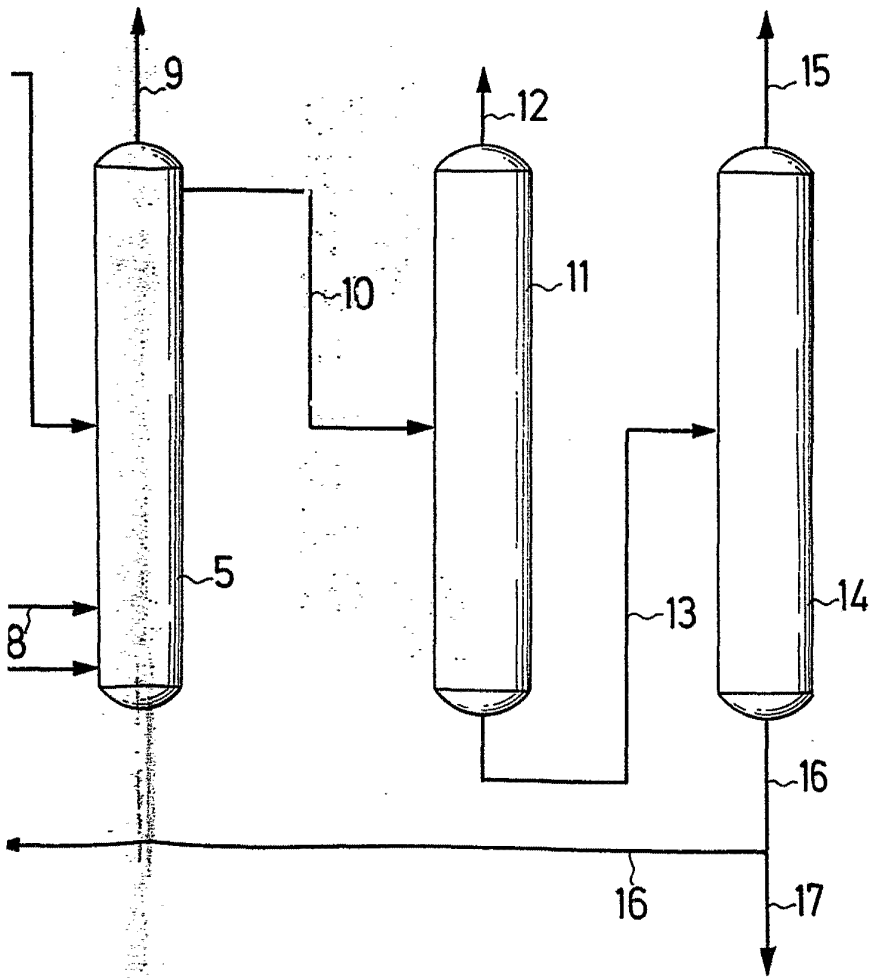
Madrid, 23 de Marzo de 1976



Escala variable
Madrid, 23 Marzo 1976
/ 4200

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT





Escala variable
Madrid, 23 Marzo 1976

[Handwritten signature]