



ESPAÑA

19	ES	11	NUMER	10	A 1
		21	452045		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			4.10.75		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31) NUMERO				
	P 25 44 570.9		4.10.75		República Federal Alemana.

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C07C		

64	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACION DE FRACCIONES RESIDUALES COMPUESTAS EN SU MAYOR PARTE DE ISOBUTANOL.

71	SOLICITANTE (S)
	BASF AKTIENGESELLSCHAFT.

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	6700 Ludwigshafen, República Federal Alemana.

72	INVENTOR (ES)

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	GOMEZ-ACEBO.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la elaboración de las fracciones residuales que se obtienen en la fabricación de butiroaldehidos por hidroformilación de propileno.

5 La hidroformilación de propileno a temperatura más elevada y presión más elevada en presencia de catalizadores transmisores de monóxido de carbono, tales como, preferentemente, complejos de carbonilo de cobalto, ya se conoce como reacción realizada en escala industrial.

10 Como salida del reactor directa, ya liberada del catalizador y de los gases residuales, se obtiene aquí un "oxoproducto en bruto", que por 100 kg, según las condiciones de la hidroformilación, contiene aproximadamente 72 hasta 83 kg de butiroaldehidos. Estos son expulsados en una columna I y en
15 una ulterior columna II se separan en isobutiroaldehido (17 a 21 kg) y n-butiroaldehido (55 a 62 kg).

El producto que abandona el pié de la columna I (17 a 28 kg) se fracciona en una columna III, donde se obtienen 2 a 5 kg de un residuo de alto punto de ebullición, que no se puede
20 seguir utilizando, reducidas cantidades de n-butiroaldehido como fracción de punto de ebullición más bajo, así como 13 hasta 22 kg de una fracción media líquida, de la que en la columna IV se pueden obtener 6 a 10 kg de n-butanol en bruto como producto de pié. El n-butanol en bruto se purifica en una ulterior columna
25 V.

Por la cabeza de la columna IV salen unos 9 a 13 kg de una fracción residual que se compone en aproximadamente un 20 % de agua, un 65 % de isobutanol y, además de reducidas cantidades de otros productos, de n-butyl- e isobutilformiato. Esta
30 fracción, se quemaba, a pesar de muchos ensayos realizados para

aislar de ésta el isobutanol con un gasto económicamente justificado. La destilación de esta fracción efectuada en las columnas usuales, suministraba un isobutanol teñido de amarillo, que en esta forma era invendible y que en el marco de la síntesis con-

5
tínua en escala industrial de los productos oxo no se podía liberar de las impurezas molestas. Así resultaron infructuosos los ensayos, en los cuales la fracción residual se sometía antes de la destilación a un lavado alcalino, por ejemplo, con lejía sódica. El coloreamiento del isobutanol no se puede elimi-

10
nar de esta manera, pero, sin embargo, debido al formiato sódico formado origina problemas adicionales en las aguas residuales.

La invención tenía, por lo tanto, por cometido elaborar las mencionadas fracciones residuales y obtener de ellas especialmente el isobutanol en forma rentable.

15
Se ha descubierto que las fracciones residuales de bajo punto de ebullición, que se obtienen en la hidroformilación de propileno, en su mayor parte compuestas de isobutanol, se pueden elaborar bajo obtención de isobutanol puro si antes de la separación destilativa del isobutanol se somete a una hidrogena-

20
ción.

Asimismo se ha descubierto que este procedimiento se puede realizar en forma especialmente económica si la hidrogenación se efectúa junto con la hidrogenación prevista de todas maneras en la mayoría de los casos de los butiroaldehidos, especialmente del isobutiroaldehido.

25

El procedimiento de elaboración de la presente invención es independiente de la clase del procedimiento de hidroformilación, por lo que son innecesarios más datos sobre el particular. Tiene, sin embargo, una importancia económica especial en

30
la síntesis catalizada con cobalto, ya que aquí se obtienen más

compuestos iso que con el empleo de catalizadores de rodio asimismo utilizados industrialmente.

5 Los butiroaldehidos que se forman como producto principal en la hidroformilación son o bien hidrogenados conjuntamente (siempre que el procedimiento esté dirigido a la obtención de butanoles) o, como sucede más frecuentemente, primeramente se separa en compuesto n e iso, ya que el n-butiroaldehido se sigue elaborando a 2-etilhexanol. En ambos casos no se perturba la hidrogenación por la mezcla de la fracción residual. 10 Tan sólo necesita un mayor consumo en hidrógeno (aproximadamente 1,0 hasta 1,5 kg por 100 kg de fracción residual) y transcurre bajo las condiciones de hidrogenación usuales - 120 hasta 160°C y 25 a 40 bar - algo más lentamente. Como catalizadores de hidrogenación entran asimismo en consideración, los usuales, por ejemplo, los catalizadores de níquel. Si no se ha previsto ninguna hidrogenación de los butiroaldehidos se puede hidrogenar 15 la fracción residual también independientemente.

En el caso general de la hidrogenación común con la hidrogenación del isobutiroaldehido se obtiene una mezcla, de la 20 que por fraccionamiento en una ulterior columna VI como producto principal se obtienen aproximadamente un 80 % de isobutanol. Esto corresponde a un rendimiento en isobutanol, referido a la cantidad total de los compuestos iso-C₄ formados en la hidroformilación, de aproximadamente un 95 %. Sin la elaboración de la 25 fracción residual según la presente invención, este rendimiento asciende solamente a un 70 %. Como gases residuales se obtiene agua, algo de isobutanol, diisobutiléter así como metano y como producto de pié algo de n-butanol, que se puede purificar destilativamente junto con la cantidad principal del n-butanol. El 30 isobutanol se emplea como disolvente para lacas industriales

y fines similares.

Ejemplo

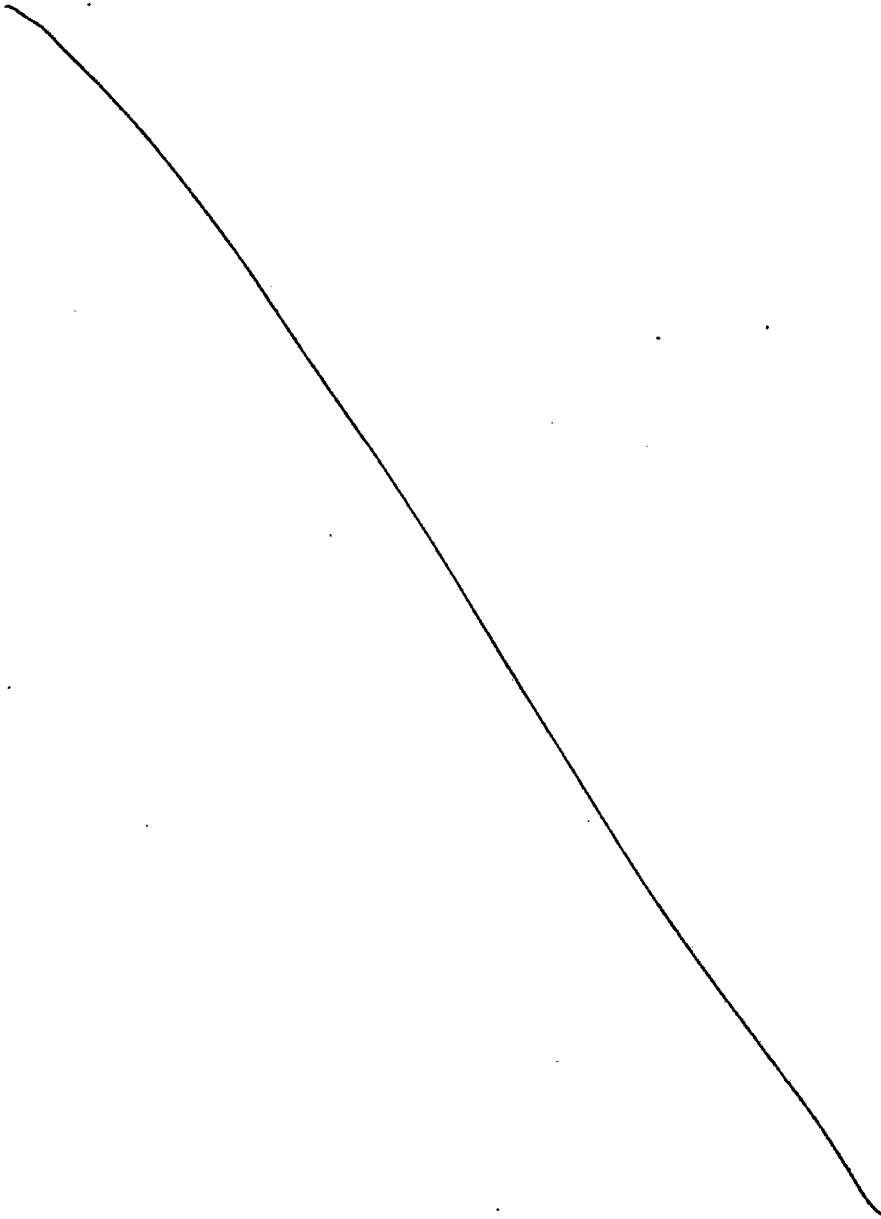
5 En la hidroformilación de anualmente 32.930 toneladas de propileno con ayuda de un catalizador de cobalto a 170°C y bajo una presión de 300 bar de un gas de síntesis conteniendo un 45 % de monóxido de carbono se obtuvieron después de separar el catalizador y eliminar los gases residuales, 9.920 t de isobutiroaldehído y 29.580 t de n-butiroaldehído así como 14.310 t de un "producto oxo residual". El n-butiroaldehído se siguió
10 elaborando a 2-etilhexanol y el isobutiroaldehído se hidrogenó bajo las condiciones indicadas junto con la fracción residual del producto oxo residual.

15 El producto oxo residual se liberó primeramente por destilación de ulteriores cantidades (220 t) de n-butiroaldehído y de residuos de punto de ebullición más alto (2290 t). La fracción central aquí obtenida (11.450 t) se destiló, obteniéndose como producto de pie el n-butanol, cuyo rendimiento, después de una ulterior etapa de purificación destilativa ascendió a 3020 t. Como fracción residual de bajo punto de ebullición se obtuvieron
20 6275 t de una mezcla de producto, que se componía esencialmente de 1255 t de agua, 270 t de isobutilformiato, 670 t de n-butylformiato y 4080 t de isobutanol.

25 Esta mezcla se reunió con el isobutiroaldehído y se hidrogenó a 130°C y 35 bar con ayuda de un catalizador de níquel. La elaboración destilativa de los productos de hidrogenación suministró isobutanol con el índice de color 5-10 APHA en un rendimiento de 12.380 t. Sin la elaboración de la fracción residual el rendimiento hubiese sido sólo de 8930 t.

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.

5



REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para la elaboración de fracciones residuales, compuestas en su mayor parte de isobutanol, de bajo punto de ebullición, que se obtienen en la hidroformilación de propileno, caracterizado porque antes de la separación destilativa del isobutanol se someten a una hidrogenación.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la hidrogenación se efectúa junto con la hidrogenación de los butiroaldehídos, especialmente del isobutiroaldehído.

3.- Procedimiento para la elaboración de fracciones residuales compuestas en su mayor parte de isobutanol, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 7 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 10 de Mayo de 1946

BASF AKTIENGESELLSCHAFT.

