



19	ES	11	NUMERO	10	A 1
		21	463873		
		22	FECHA DE REPRESENTACION		
			4 NOV. 1977		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	P 26 50 829.2		6.11.76		Rep. Federal Alemana

37	FECHA DE PUBLICIDAD	31	CLASIFICACION INTERNACIONAL	32	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C7C		

32	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE OXO-ALDEHIDOS QUE CONTIENEN FERROPENTACARBONILO.

71	SOLICITANTE (ES)
	BASF AKTIENGESELLSCHAFT

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	6700 Ludwigshafen, República Federal Alemana.

72	INVENTOR (ES)
	Dr. Heinrich Elliehausen., Dr. Heinz Hihenschutz., Dr. Max Strohmeyer., Dr. Huergen Haug

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado para la purificación de oxo-aldehidos, a saber aldehidos que se obtienen mediante hidroformilación (oxo-síntesis) de olefinas.

5 La hidroformilación de olefinas mediante monóxido de carbono e hidrógeno en presencia de compuestos complejos que contienen, sobre todo, cobalto o rodio, es generalmente conocida. Puesto que dicha síntesis se realizan a escala industrial en aparatos de acero, prácticamente no puede evitarse que se formen pequeñas cantidades
10 de ferropentacarbonilo. Aún cuando los aldehidos formados se elaboran destilativamente, permanecen trazos de ferropentacarbonilo en el destilado que más tarde causan descoloraciones parduzcas. Tales aldehidos descolorados no corresponden a las normas de calidad que se han de observar en vista de la mayoría de los fines de aplicación, p. ej. la obtención de plásticos
15 incoloros.

En la memoria de patente estadounidense 3 903 172 se describe un procedimiento en el cual el ferropentacarbonilo arrastrado e incorporado en el isobutiraldehido durante la hidroformilación de
20 propileno, se descompone exponiéndolo a una temperatura de 185 - 250°C, preferentemente en presencia de agua, de manera que en la destilación que sigue ya no puede entrar hierro en el destilado. Sin embargo, este procedimiento resulta ineconómico debido a las elevadas temperaturas de descomposición que además requieren
25 trabajar bajo presión.

La invención tuvo por cometido eliminar el ferropentacarbonilo fácil y económicamente en la purificación de oxo-aldehidos.

5 Se ha encontrado que oxo-aldehidos se pueden librar del ferropentacarbonilo cuando la destilación de los aldehidos se realiza en presencia de aire.

10 Este procedimiento se puede aplicar en principio a todos los oxo-aldehidos destilables a presión normal, pero se presta en especial para purificar aquellos aldehidos que se prepararon por hidroformilación de olefinas con 2 a 4 átomos de carbono. En tales casos, las pérdidas en aldehidos que se deben a la oxidación de los mismos son sorprendentemente tan reducidos, que este método de purificación es más económico que otros procedimientos.

15

El procedimiento es especialmente apropiado para los butir-aldehidos que se obtienen por hidroformilación de propileno y que contienen junto con otras impurificaciones 5 a 80 ppm de ferropentacarbonilo. La mezcla de hidroformilación bruta se

20 suele someter primero a una destilación simple (flash) en la cual los componentes menos volátiles permanecen en el fondo, pero el componente férrico pasa casi cuantitativamente al destilado que consta de n e iso-butiraldehido. Introduciendo según la

25 invención 0,01 a 0,1 m³ normales de aire por gramo de ferro-

- pentacarbonilo en las entradas de producto de esta destilación que hasta la fecha se realizó esencialmente en ausencia de aire, el contenido en ferropentacarbonilo en las fracciones puras de n e iso-butiraldehido pasa por debajo del límite de identificación.
- 5 El número de color (número APHA) según ASTM D-1209-62 que determina la calidad de los aldehidos puros asciende a aprox. 2 hasta 4. Sin este tratamiento de aire, los números de color ascenderían a aprox. 30 hasta 40. De manera que estos valores elevados que son intolerables en la práctica, se deben esencialmente a la
- 10 presencia del hierro. Las pérdidas por aldehidos oxidados llegan a menos de 0,7 por ciento en peso, lo que es perfectamente tolerable en vista de otros métodos de purificación considerablemente más costosos.
- 15 Por la adición de aire se transforma el ferropentacarbonilo en óxidos de hierro no volátiles que permanecen en el residuo junto con los otros componentes de elevado punto de ebullición. La dosificación del aire no presenta problemas técnicos. Se puede introducir antes de la evaporación bajo ligera sobrepresión en
- 20 la mezcla de oxorreacción caliente, mezclar con los aldehidos evaporados o introducir inmediatamente en la columna de destilación.

Ejemplo

- 25 Una oxo-mezcla bruta procedente de la hidroformilación de

propileno que contiene alrededor de 6 ppm de ferropentacarbonilo se somete a una destilación flash, con una capacidad de 10 t por hora, introduciéndose antes de la evaporación 1,5 m³ normales de aire (= 0,025 Nm³/g de Fe(CO)₅). Por la cabeza de la columna se descargan 8 t por hora de una mezcla de n e isobutiraldehido que ya no contiene hierro. El número de color del destilado asciende a 2 - 4. El hierro permanece junto con los componentes poco volátiles en el residuo de la columna. A continuación, se separan los butiraldehidos como siempre en una segunda columna en sus isómeros. El rendimiento en aldehidos, referido al destilado, asciende a un 74,8% en n-butiraldehido y un 24,8% en isobutiraldehido.

Quando no se emplea aire, los rendimientos son ligeramente más elevados ascendiendo a 24,9 y 74,9%, pero debido a la presencia de hierro el número de color asciende a valores de entre 10 y 30, que son intolerables para la ulterior elaboración comercial.

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.

25

Reivindicaciones

1. Procedimiento para la purificación de oxo-aldehidos que con-
tienen ferropentacarbonilo, caracterizado porque la destilación
5 de los aldehidos se realiza en presencia de aire.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque
se emplea 0,01 a 0,1 m³ normales de aire por g de ferropentacarboni-
lo.
- 10 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por-
que se aplica para la purificación de n-butiraldehido e iso-butir-
aldehido.
4. Procedimiento para la purificación de oxo-aldehidos que contienen
15 ferropentacarbonilo, tal y como queda sustancialmente descrito
en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 6 hojas escritas a máquina por una sola
cara.

20

Madrid, - 4 NOV. 1977

BASF AKTIENGESELLSCHAFT

J. M. GOMEZ AGERO Y ROA 1

P. P. Firmador: J. Suarez D.

25

26