

MINISTERIO DE INDUSTRIA

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la memoria adjunta.

20 OCT 1978

ES

11
21
22

NUMERO	460005
FECHA DE PRESENTACION	18 MAR. 1978

AI

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO 32 FECHA 33 PAIS <p>P 27 13 434.5 26 Marzo 1.977 Alemania</p>		
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07C/C08K	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
64 TITULO DE LA INVENCION <p>"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION PERFECCIONADA DE 2-ETILHEXANOL".-</p>		
71 SOLICITANTE (S) <p>FIRMA RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT</p>		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE <p>OBERRHAUSEN (REP.FED.DE ALEMANIA)</p>		
72 INVENTOR (ES) <p>Hans Tammes, Heinz Koeske, Boy Cornille y Waldemar Kascha</p>		
73 TITULAR (ES) <p>FIRMA RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT</p>		
74 REPRESENTANTE <p>A.V. DE LA TORRE.-</p>		

POOR QUALITY

MEMORIA DESCRIPTIVA

El 2-etilhexanol es empleado en grandes cantidades - para la fabricación de ftalato dietílico, el plastificante preferido para el cloruro polivinílico. La síntesis y la preparación en estado puro del alcohol se realizan en tres fases.-

En éste caso y de una forma ya conocida como tal - - (Véase la Revista Chemie-Ing-Techn. 41, Año 1.969, nº 17, página 976), en la primera fase se lleva el n-butiraldehído, a elevada temperatura, en estrecho contacto con hidróxido sódico acuoso, en que el n-butiraldehído es transformado, por la aldolización con deshidratación simultánea, en 2-etilhexenal. Las temperaturas aplicadas para ello pueden oscilar entre 90 y 130°C., y la concentración del hidróxido sódico puede variar del 1 hasta el 5%. El 2-etilhexenal, que es insoluble en agua, puede ser separado en conjunto con reducidos productos secundarios que se han constituido fácilmente como capa superior de la lejía acuosa.-

Como típico para el producto de ésta fase de la reacción se considera la composición que a continuación se relaciona:

- 95,0% del 2-etilhexenal
- 0,5% del 2-etilhexenal
- 0,1% del 2-etilhexanol
- 1,4% del n-butiraldehído (monómero y trímero)
- 3,0% de productos de condensación más elevados.

A continuación, se realiza en la segunda fase la hidrogenación del 2-etilhexenal y del 2-etilhexenal para obtener

30 el 2-etilhexanol, la del n-butilaldehído y de unas partes del n-butilaldehído trífeno para obtener el n-butanol, así como la hidrogenación de los productos de condensación más elevados con contenido de carbonilos para obtener unas combinaciones de un más elevado punto de ebullición y con un contenido de hidroxilo. En tal caso la hidrogenación puede ser efectuada tanto en
35 unos catalizadores de hidrogenación dispuestos de forma fija, tanto en la fase líquida como en la fase gaseosa. En la fase líquida, las presiones aplicadas oscilan entre 20 y 200 barios, - en la fase gaseosa, las mismas oscilan, por lo general, entre 2 y 10 barios, mientras que las temperaturas varían entre 100 y 180°C.-

40 Durante la hidrogenación y por la descarbonilización del 2-etilhexenal y del 2-etilhexenal se obtiene como un producto secundario, si bien en unas cantidades reducidas, el hígano. La obtención pura del 2-etilhexanol dentro de la tercera fase se realiza por la destilación y por la separación de una
45 fracción de la cabeza de destilación dentro de una columna rectificadora de la cabeza de destilación así como de unos residuos de la destilación dentro de una columna rectificadora de la parte principal de la destilación. Si bien la separación de los componentes, que entran en ebullición, antes que el 2-etilhexanol, puede ser efectuada también a la presión normal ó bien a una presión ligeramente más reducida, en la práctica es así que debido al elevado punto de ebullición del 2-etilhexanol la destilación se lleva a efecto exclusivamente a una presión más reducida o sea, a 50 hasta 200 torr. Baja las mismas condicio-

55 nes no es posible separar el 2-etilhexanol en la columna recti-
ficadora de la destilación principal de una manera completa de
las partes que tienen un punto de ebullición más elevado. Por -
lo tanto, hace falta destilar el lodo de la columna de la desti-
60 lación principal otra vez dentro de otra columna, la llamada co-
luna de la cola, con el fin de separar el 2-etilhexanol, que -
había quedado como residuo, de los componentes con un más alto
punto de ebullición. Durante esta destilación (destilación de -
cola) se mantiene, por lo general, dentro del lodo una tempera-
tura de menos de 180°C., por la cabeza de la columna se obtiene
65 el 2-etilhexanol restante en conjunto con unas reducidas partes
de sustancias con un más elevado punto de ebullición en forma -
de una fracción de cola. Esta cola es retornada a la hidrogena-
ción y destilación, respectivamente, siendo la misma sometida,
por lo tanto, a una nueva destilación, de modo que al final, el
70 2-etilhexanol está casi completamente separado de las sustancias
de más elevado punto de ebullición. Estas partes con un más alto
punto de ebullición se separan por el fondo de de la columna --
rectificadora de la cola. Las mismas se componen de los produc-
tos de la reacción del 2-etilhexanol consigo mismo ó bien con -
75 el n-butilaldehído, y ellas constituyen combinaciones con conte-
nido de oxígeno de más de 8 átomos de carbono. El punto de ebu-
llición de estos productos de reacción está por encima del pun-
to de ebullición del 2-etilhexanol.-

La fabricación del 2-etilhexanol se realiza con un ren-
80 dimiento muy elevado. Dentro de la fase de la aldolización se con-
siguen, en relación con el n-butilaldehído, una transformación

de más del 98% así como una selectividad de más del 97%, mientras que en la fase de la hidrogenación se consiguen una transformación del 100% y una selectividad de más del 99%. Por lo tanto, las posibilidades para el aumento directo en el rendimiento de los productos de determinado valor por el mejoramiento de la selectividad al amparo de los ya conocidos procedimientos son muy limitadas.-

No obstante, se tiene el afán de aumentar aún más el rendimiento en el 2-etilhexanol, dado que ya unas reducidas mejoras en el rendimiento representen unas importantes ventajas económicas en vista a las grandes cantidades con las que se fabrica el 2-etilhexanol.-

De una manera sorprendente se he descubierto ahora que para la fabricación del 2-etilhexanol por la condensación aldólica del n-butiraldehído, por la hidrogenación catalítica del producto de la aldolización y por la destilación del producto de la hidrogenación en varias fases en la que en primer lugar se realiza una separación del producto de la hidrogenación en una cabeza de la destilación, en una fracción que comprende la cantidad principal del 2-etilhexanol y en unos residuos de la destilación, mientras que los residuos de la destilación son separados, en una columna rectificadora de cola, en el 2-etilhexanol y en una fracción que se compone de unas partes ó sustancias con un más elevado punto de ebullición se trabaja con éxito de una forma tal que por la destilación en la columna rectificadora de la cola, la fracción de las sustancias con un más elevado punto de ebullición, la que se presenta en la forma de unos re-

110 sídus, se disociaada térmicamente por un calentamiento de 200
hasta los 250°C. parcialmente en el n-butanal, en el 2-etilhexo-
nal, el 2-etilhexanal y en el 2-etilhexanol, estos productos de
la disociación son separados de las partes con un más elevado
punto de ebullición, las que están sin ninguna variación, sien-
do los mismos retornados a la fase de la hidrogenación.-

115 El tratamiento térmico puede ser llevado a cabo con
una presión normal ó bien con una presión más reducida. Con el
fin de impedir que en el retorno de los productos de la diso-
ciación hacia la fase de la hidrogenación se produzca un enri-
quecimiento de las partes con un más elevado punto de ebulli-
120 ción con márgenes de ebullición por encima de la temperatura -
de ebullición del 2-etilhexanol, los productos de la diso-
ciación térmica han de ser separados, por medio de la destilación,
en los requeridos productos de C₄ (n-butanal) y de C₆ (2-etil-
hexanal; 2-etilhexanol; 2-etilhexanol) así como también por la
125 destilación en las sustancias de un más alto punto de ebulli-
ción, las que están sin ninguna variación.-

La disociación ó el desdoblamiento de las partes con
un más elevado punto de ebullición se realiza, de acuerdo con
una preferida forma de realización del procedimiento conforme
130 a la presente invención, de una manera tal que en el fondo de
la columna rectificadora de cola se ajustada una temperatura
de 200 hasta 250°C. Bajo éstas condiciones se produce la desti-
lación simultánea del 2-etilhexanal obtenido en la cola y de -
los productos del desdoblamiento. Dado que en el caso de ésta
135 forma de realización se produce también la destilación simultá-
nea, en parte, de las sustancias con un más elevado punto de -

140 ebullición, las cuales no han sido disociadas, es necesaria una separación del destilado, dentro de una columna separada, en una fracción que se compone del n-butanal; del 2-etilhexenal y del 2-etilhexanol, y en el resto de las sustancias de un más alto punto de ebullición.-

145 Sin embargo, el desdoblamiento de las partes con un más elevado punto de ebullición también puede ser realizado después de la separación por destilación del 2-etilhexenal y en una fase separada. En tal caso, el producto de la disociación térmica ha de ser separado otra vez por la destilación.-

150 Los productos del desdoblamiento y las sustancias no desdobladas, las que son de un más elevado punto de ebullición, pueden ser separadas en una columna que es empleada para el desdoblamiento. En éste caso, por una salida lateral dispuesta directamente por encima del lado y sobre los vapores que se traeladen, se realiza la evacuación de los productos que tienen un punto de ebullición más elevado que el 2-etilhexanol. Por la cabeza de la columna se realiza la separación de los productos 155 que tienen un punto de ebullición hasta el 2-etilhexanol, con el fin de devolver los mismos a la fase de la hidrogenación del producto de la aldolización.-

Ejemplo n.º 1.

160 El n-butilaldehído, en conjunto con un hidróxido sódico acuoso, a aproximadamente un 3% y en la proporción de 9 partes en peso de hidróxido sódico con una parte en peso de aldehído, se trata de a una temperatura de 100 hasta 130°C mezclando intensamente. Con la separación del agua se constituye el 2-etilhexenal, que a continuación y en un catalizador de níquel, dispuesto fijo, -

165 es hidrogenado dentro de la fase gaseosa a una temperatura de --- aproximadamente 110°C.-

El producto de la hidrogenación tiene la siguiente composición:

- 1,7 Partes en peso del n-butanol;
- 0,6 Partes en peso del heptano;
- 170 0,01 Partes en peso del 2-etilhexanal;
- 94,69 Partes en peso del 2-etilhexanol;
- 3,0 Partes en peso de sustancias con más elevado punto de ebullición.-

175 Por la separación técnicamente normal, mediante una --- destilación, realizado en tres fases y bajo las condiciones citadas a continuación:

	Columna rectificadora de la cabeza de la destilación	Columna rectificadora de la parte principal de la destilación	Columna rectificadora de la cola de destilación
180 Temperatura en la cabeza (° C.)	90	125	113
Temperatura en el fondo (° C.)	150	152	150
Presión (mercurio)	180	133	185
185 Reflujo	5 : 1	0,95 : 1	0,6 : 1

se obtienen de 100 partes en peso del producto de la hidrogenación:

- 2,3 partes en peso del producto de la cabeza de la destilación, de ellas 1,7 partes en peso son del n-butanol;
- 190 94,7 partes en peso del 2-etilhexanol, al 99,7%;
- 3,0 partes en peso de sustancias de un punto de ebullición más elevado.-

Si dentro de la columna rectificadora de la cola se da

195 tilan las sustancias que con un más alto punto de ebullición se han producido en una cantidad de 3 partes en peso y en una columna que con un funcionamiento continuo se encuentre dispuesto a continuación, destilación ésta que se realiza de un modo tal -- que en el todo se mantiene una temperatura de 230°C, se prosiguen en la cabeza de la columna rectificadora 1,5 partes en peso
200 (correspondiente al 50% de las sustancias empleadas con un más elevado punto de ebullición) de un destilado de cracking de la siguiente composición:

24,3 partes en peso del n-butiraldehído;
1,8 partes en peso del 2-etilhexenal;
205 42,5 partes en peso del 2-etilhexanol;
8,5 partes en peso del 2-etilhexanol;
22,9 partes en peso de las sustancias con más elevado punto de ebullición.-

210 Dentro del todo de la columna rectificadora quedan aún 1,5 partes en peso (es decir, el 50% de las sustancias empleadas con un más alto punto de ebullición). Por medio de una destilación en una columna de 10 fondos, del destilado de cracking se separan aquellas partes que tienen un punto de ebullición -- hasta inclusive el 2-etilhexanol, siendo retornadas las mismas
215 a la hidrogenación del producto de la aldolización. En relación con las 100 partes en peso del producto de la hidrogenación, el rendimiento en el 2-etilhexanol se aumenta por 0,92 partes en peso, y el rendimiento en el n-butanol aumenta en 0,36 partes en peso, mientras que las sustancias con un punto de ebullición
220 más elevado son reducidas en un 36,7%, es decir, de 3 partes en peso a 1,9 partes en peso.-

Ejemplo n.º 2.-

De acuerdo con la forma de trabajo del ejemplo n.º 1, por el tratamiento del butiraldehído con un hidróxido sódico acuoso se obtiene un producto de aldolización de la siguiente composición:

225 1,5 partes en peso del n-butiraldehído;
0,5 partes en peso del 2-etilhexenal;
94,9 partes en peso del 2-etilhexenal;
0,1 partes en peso del 2-etilhexanol;

230 3,0 partes en sustancias con más elevado punto de ebullición.-
100 partes en peso de éste producto son evaporadas en presencia de hidrógeno dentro de un evaporador hasta que tengan una concentración de 6 partes en peso que permanecen como residuos dentro del evaporador, siendo las mismas pasadas en forma de vapor, a -

235 una temperatura de aproximadamente 110°C., a través de un catalizador de hidrogenación de níquel, dispuesto fijo. Para la hidrogenación completa, el producto de hidrogenación con ello obtenido se transforma en un tubo de hidrogenación, dispuesto a contingencia, en un catalizador de hidrogenación de níquel, dispuesto -

240 igualmente fijo, en la fase líquida, como descrito en el ejemplo 1 -, destilado en tres fases bajo las condiciones indicadas en el mismo ejemplo y transformado en 2-etilhexanol puro. Los residuos de 6 partes en peso que se presentan dentro del evaporador de la hidrogenación de la fase gaseosa son conducidos a las columnas rectificadora de cola para la separación de las sustancias con más elevado punto de ebullición. Dentro del lado de la columna -

245 rectificadora de cola permanecen en relación con las 100 partes en peso del producto de aldolización aplicado 3,3 partes en peso

250 como residuos de la destilación. Las miezas son destiladas, con un cracking continuo a una temperatura del todo de 230°C., de una forma continua dentro de una columna rectificadora de 10 --
fondos que está, dispuesta e continuación y que en el tercer --
fondo desde abajo posee una salida lateral; en éste caso, por --
255 la cabeza de la destilación se presentan como el destilado 1,6 partes en peso y por la salida lateral 1,4 partes en peso de --
sustancias con más elevado punto de ebullición, mientras que --
dentro del todo permanecen 0,3 partes en peso como residuos, de destilación (todos los datos se refieren a 100 partes en peso --
del producto de aldolización).--

260 El destilado de la cabeza es de la siguiente composición:

29,2 partes en peso de n-butiraldehído;
1,8 partes en peso de 2-etilhexenal;
50,5 partes en peso de 2-etilhexanol;
265 10,0 partes en peso de 2-etilhexanol;
0,5 partes en peso de sustancia con más elevado punto de ebullición;

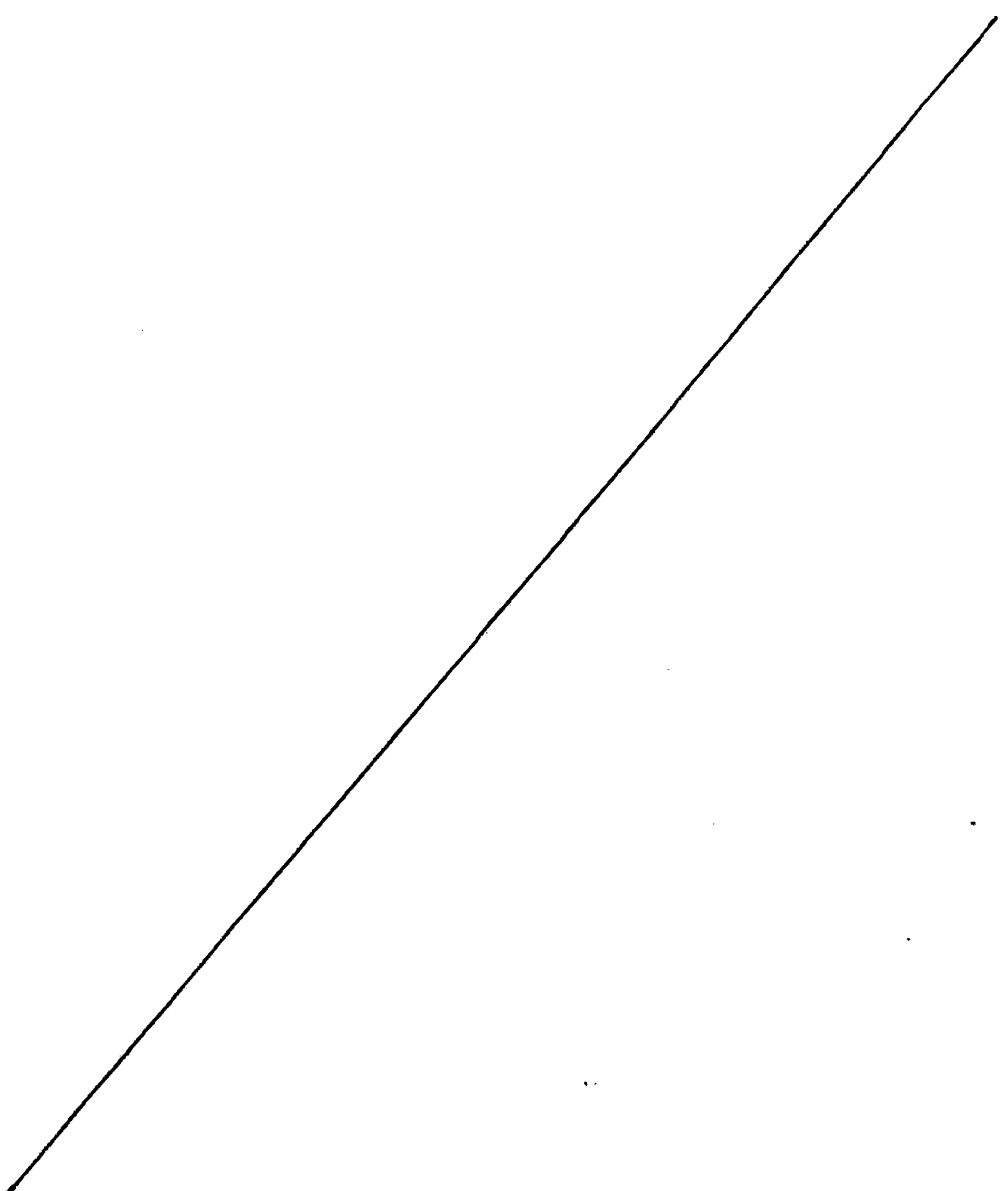
y es retornado a la hidrogenación de la fase líquida.--

270 Con relación a las 100 partes en peso del producto de la aldolización, el rendimiento en 2-etilhexanol se aumenta por 0,99 partes en peso, y el rendimiento en n-butanol se aumenta --
por 0,45 partes en peso en comparación con una forma de trabajo sin la destilación de cracking.--

275 Describe suficientemente la naturaleza y alcance de la presente invención se hace constar que en la misma podrán ser

variables los materiales y dimensiones, y en general aquellos -
otros detalles accesorios o secundarios que no alteren, cam-
bien ó modifiquen la esencialidad propuesta.-

280 Los términos en que queda redactada ésta memoria son
ciertos y fiel reflejo del objeto descrito, debiéndose inter-
pretar en un sentido más amplio y nunca en forma limitativa.-



REIVINDICACIONES

1ª.- Procedimiento para la fabricación perfeccionada de 2-etilhexanol; por condensación aldólica de n-butiraldehído, por hidrogenación catalítica del producto de la aldolización y por --
285 destilación del producto de la hidrogenación en varias fases, --
procedimiento éste en el que tiene lugar, en primer término, la separación del producto de la hidrogenación en una cabeza de --
destilación, en una fracción que comprende la cantidad princi--
290 pal del 2-etilhexanol y en unos residuos de la destilación, sien--
do separados a continuación los residuos de la destilación den--
tro de una columna rectificadora de cola en 2-etilhexanol y en
una fracción compuesta por partes de más elevado punto de ebu--
llición; caracterizado porque las partes de más elevado punto --
295 de elevación, que se presentan como residuos en la destilación
dentro de la columna rectificadora de cola, son disociadas tér--
micamente por calentamiento a 200 hasta 250°C. formando parcial--
mente n-butanal, 2-etilhexenal, 2-etilhexenal y 2-etilhexanol;
siendo separados estos productos de disociación de las partes --
300 de más elevado punto de ebullición, las que permanecen sin varia--
ción alguna, y retornados a la fase de hidrogenación.-

2ª.- Procedimiento; según reivindicación 1, caracterizado por--
que la disociación térmica del residuo de la columna rectifica--
dora de cola se realiza en conjunto con la separación de la co--
305 la; que el destilado, que se presenta, se destilado de nuevo en
una columna separada, siendo retornada la fracción, con ello ob--
tenida y compuesta por n-butanal, 2-etilhexenal, 2-etilhexenal
y 2-etilhexanol, a la fase de hidrogenación del producto de al-

aldolización.-

310 30.- Procedimiento; conforme a la reivindicación 1, caracterizado porque la disociación térmica del residuo de la columna rectificadora de cola se lleva a efecto en una fase separada, siendo destilados, los productos que se presentan en forma de destilado nuevamente dentro de una columna rectificadora separada y retornada la fracción, en ello obtenido y compuesta por n-butanol, 2-etilhexanal y 2-etilhexanol, a la fase de hidrogenación del producto de la aldolización.-

315 40.- Procedimiento; conforme a la reivindicación 3, caracterizado porque la disociación térmica es realizada en una fase de --
320 destilación a una temperatura del lodo de 220 hasta 250°C., siendo evacuados por una salida lateral, dispuesta inmediatamente -- por encima del lodo, y procedentes de los vapores, que se trasladan, todos los productos de punto de ebullición más elevado -- que el 2-etilhexanol, mientras que por la cabeza de destilación --
325 son evacuados los productos de punto de ebullición hasta el del 2-etilhexanol, retornándose los productos de la cabeza otra vez a la fase de hidrogenación del 2-etilhexanol.-

50.- PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION PERFECCIONADA DE 2-ETIL-
HEXANOL.-

Consta la presente memoria descriptiva de catorce hojas numeradas y mecanografiadas por una sola cara.-

Madrid, 18 MAR. 1978

M. V. DE LA TORRE
P. P.

José Pérez Collado

POOR
QUALITY