

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

5 ENE. 1978
Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

NUMERO	11
470652	21
FECHA DE PRESENTACION	22
9-Junio-1.978	10 A1

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO P 27 26 491.1	32 FECHA 11-6-77	33 PAIS R.F.A.
43 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL E07C	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
64 TITULO DE LA INVENCION "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION CONTINUA DE ALCOHOLATOS DE METALES ALCALINOS"		
71 SOLICITANTE (S) DYNAMIT NOBEL AKTIENGESELLSCHAFT (HA Patente OZ 77 029)		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE Troisforf, Bez. Köln, República Federal Alemana		
72 INVENTOR (ES) Dr. Otto Ackermann, Hans Leuck, Dr. Günther Meyer y Gerhard Schmelting.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-67.949)		

1 Objeto de la invención es un procedimiento para la --
preparación continua de alcoholatos de metales alcalinos -
por transalcoholación de alcoholatos de metales alcalinos
de alcoholes inferiores, especialmente de metanol o de eta
5 nol, con alcoholes superiores añadidos en exceso, especial
mente alcoholes monovalentes alifáticos o cicloalifáticos,
y separación del alcohol de más bajo punto de ebullición.

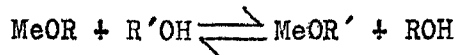
Es sabido producir metilato sódico, introduciendo, en
una columna de rectificación, una solución acuosa de hidró
10 xido sódico, preferentemente al 50%, en contracorriente --
con vapor de metanol y haciéndolos reaccionar de este modo.
Sin embargo, este procedimiento es muy costoso, especial--
mente cuando se aplica para la preparación de alcoholatos
de metales alcalinos, que se derivan de alcoholes de 2 o -
15 más átomos de carbono. Para obtener alcoholatos suficien-
temente puros y para conseguir una conversión de sustancia
suficientemente elevada, el alcohol empleado debe ser am--
pliamente anhidro. En tal caso, de 77 a 84% del alcohol -
empleado se recoge como fracción de cabezas y contiene la
20 totalidad del agua. La separación de esta mezcla en alcohol
para su devolución a la reacción y en agua exenta de alcohol
para satisfacer las condiciones de protección del medio am
biente, es muy costosa técnica y energéticamente.

Es sabido, además, producir alcoholato de metal alca-
25 lino, haciendo reaccionar, en un recipiente con sistema de
agitación, metilato sódico al 100% con el alcohol del al--
coholato deseado, separándose del sistema el metanol que -
se forma. Puesto que la conversión es una pura reacción -
de equilibrio, de la fórmula general

30

27018

1



Me = metal alcalino
R = alcohol inferior
R' = alcohol superior

5

es difícil la preparación de alcoholatos de metales alcalinos de alta pureza por amplísima separación del metanol formado desde el sistema, para conseguir un elevado grado de conversión en metilato sódico, y la separación de la mezcla de alcoholes que se retira del reactor provisto de medios de agitación, es costosa desde los puntos de vista

10

técnicos y energéticos.

En otro procedimiento conocido (memoria de patente alemana 12 54 612) una solución de metilato sódico en cantidades en exceso con respecto a un alcohol de transalcoholación, se introduce en una columna, en contracorriente con el alcohol de transalcoholación evaporado. En la parte inferior de la columna se retira la nueva solución de alcoholato deseada y por la parte superior de la columna, el alcohol formado con la porción en exceso de alcohol de transalcoholación, una mezcla que se somete a separación de sus componentes en una segunda columna. En este caso, para conseguir una amplia conversión en metilato sódico, se trabaja con una cantidad de vapor de transalcoholación relativamente grande, a fin de retirar el metanol desde el equilibrio de la reacción. También esto exige un elevado consumo de energía, tanto para realizar la transalcoholación propiamente dicha, como para la subsiguiente separación de metanol y de alcohol de transalcoholación, lo que perjudica fuertemente la rentabilidad del procedimiento. Además de esto, el gasto técnico y, con ello, el coste de inversión para la producción de un alcoholato puro, es --

15

20

25

30

1 - igualmente grande.

5 También es difícil el ajuste y mantenimiento en el -
producto de reacción de una concentración de alcoholato -
constante, previamente determinada para cada caso indivi-
dual, durante el funcionamiento permanente de la columna.
Mediante el sistema de calentamiento aplicado en la parte
inferior de la columna, se ajusta esta concentración en -
función de la solubilidad del producto final, de la canti-
dad y temperatura del alcohol superior en forma de vapor
10 introducido por la parte inferior de la columna, y de la
cantidad de vapor retirada por la parte superior de la co-
lumna. Pequeñas diferencias incontroladas del rendimien-
to calorífico producen ya alteraciones de la concentra-
ción, que pueden dar lugar a perturbaciones de funciona-
15 miento. Con una concentración de alcoholato demasiado al-
ta de la solución de alcoholato a retirar, existe el peli-
gro de que ya con una pequeña elevación de la temperatura
en las conducciones tubulares calentadas por tubos anejos,
a través de las cuales se retira desde la columna la solu-
ción de alcoholato del alcohol superior, aparezca una eva-
poración de alcohol, lo que puede tener como consecuencia
una precipitación de materia sólida. Una pequeña disminu-
ción de temperatura en las conducciones tubulares calenta-
das, puede provocar igualmente, en el caso de una concen-
25 tración de alcoholato demasiado alta, una precipitación -
de materia sólida, con lo que se originan molestas per-
turbaciones de funcionamiento debidas a obstrucción de --
las conducciones tubulares.

30 Por el contrario, una concentración de alcoholato de-
masiado pequeña en el producto final, exige un mayor gas-

1 to de medios de trabajo en la subsiguiente concentración
de la solución por evaporación, con el fin de purificar -
el alcoholato de metal alcalino o con el fin de preparar
soluciones concentradas de alcoholato de metal alcalino -
5 en el alcohol superior.

La presente invención se basa en la misión de crear
un procedimiento para la preparación de alcoholato de me-
tales alcalinos de alcoholes superiores, por transalcohi-
lación de alcoholatos de metales alcalinos de alcoholes -
10 inferiores, en el que de una manera lo más racional posi-
ble, se consigan elevados grados de pureza del producto -
final con relación a los componentes empleados, y concen-
traciones en solución, previamente determinadas, del al-
coholato superior en el alcohol de transalcoholación.

15 La misión se resuelve, de acuerdo con la invención,
realizando simultáneamente la transalcoholación y la puri-
ficación por destilación del alcohol inferior, en una dis-
posición con una zona de reacción y una zona de concentra-
ción directamente acoplada a aquélla. Mediante la alimen-
20 tación en común del alcoholato, eventualmente disuelto en
el alcohol inferior, y del alcohol de transalcoholación -
por la parte superior de la zona de reacción de la dispo-
sición de acuerdo con la invención, se obtiene, de una ma-
nera ventajosa, un elevado grado de pureza, tanto del al-
25coholato a obtener, como también del alcohol inferior a -
retirar por la parte superior de la zona de concentración.
Esto se consigue mediante el acoplamiento del proceso de
reacción químico con la separación y purificación, por --
destilación, del alcohol inferior que se forma y que even-
30 tualmente se añade, en una disposición, de la cual una --

1 parte trabaja como zona de reacción y la otra parte concentra el alcohol inferior hasta la pureza deseada.

5 Con ayuda del modo de procedimiento de acuerdo con la invención, es posible realizar la reacción de tal modo que la transalcoholilación se consiga sin una determinada cantidad de vapor de alcohol en exceso, de acuerdo con la memoria de patente alemana 1 254 612, con amplísima conversión del alcoholato inferior de metal alcalino, y que el metanol resultante se forme, prácticamente en una sola
10 etapa de trabajo, con alta pureza.

Además, el procedimiento de acuerdo con la invención se caracteriza porque ya no son de temer alteraciones incontroladas de la concentración del producto final, sino que más bien permite, según la concentración de la solución
15 de alcoholato del alcohol inferior, que ha de hacerse reaccionar, en el alcohol de transalcoholilación, retirar constantemente de la zona de reacción de la columna el producto final con la concentración constante deseada.

20 El procedimiento de acuerdo con la invención, en comparación con el procedimiento según la memoria de patente alemana 1 254 612, se caracteriza además porque es posible e incluso especialmente ventajoso, emplear los alcoholatos de metales alcalinos a transalcoholilar, no en forma sólida sino disueltos en el alcohol inferior. De este modo resulta una ventaja económica adicional, puesto que se pueden emplear materiales de partida baratos, ya que los alcoholatos a transalcoholilar, por ejemplo metilato sódico o etilato sódico, resultan en los procedimientos de preparación usuales, en los que se hacen reaccionar los metales
25 alcalinos con los alcoholes inferiores, en forma de solución
30

27018

1 ciones en los alcoholes inferiores, preferentemente metanol o etanol.

5 En una forma ventajosa de realización de la invención está previsto que se produzca una oferta en exceso adicional, ajustada a los participantes en la reacción, del alcohol de transalcoholación superior en la fase líquida de la zona de reacción, mediante el ajuste de la cantidad del reflujo del alcohol inferior en la zona de concentración. Mediante la presencia del alcohol inferior al principio -
10 de la reacción y su alimentación constante durante el funcionamiento de la columna, se ajusta muy rápidamente el equilibrio estacionario deseado.

15 Sin embargo, fundamentalmente, se pueden emplear también soluciones de alcoholato de metal alcalino, que contengan solamente el alcohol superior y que estén libres de alcohol inferior.

20 En tal caso, se puede proceder, por ejemplo, para -- ajustar la cantidad del reflujo del alcohol inferior, introduciendo éste antes de iniciar el funcionamiento de la columna, por la parte superior de la columna, como reflujo de iniciación, con lo que la zona de reacción y la parte inferior de la columna están llenos con el alcohol superior. Después de alcanzar la temperatura de funcionamiento, se introduce entonces la solución de alcoholato -
25 de metal alcalino en el alcohol superior. Durante la reacción, se forma constantemente nueva cantidad de alcohol inferior, de tal manera que después de alcanzar la cantidad de reflujo deseada, no es necesario fundamentalmente añadir alcohol inferior a las soluciones de alcoholato de
30 metal alcalino en el alcohol superior, introducidas cons-

1 tantemente en la zona de reacción de la columna.

5 Sin embargo también se puede proceder, llenando toda la columna con el alcohol de transalcoholación y empleando éste, primeramente, también como reflujo de iniciación. Después de alcanzar la temperatura de funcionamiento, se introduce entonces la solución de alcoholato de metal alcalino en el alcohol superior. Cuando la reacción ha avanzado entonces hasta que se ha formado tanto alcohol inferior como se necesita para el reflujo de acuerdo con los 10 participantes en la reacción, para dar lugar a la oferta en exceso adicional del alcohol de transalcoholación superior en la fase líquida de la zona de reacción, se alcanza el estado de funcionamiento estacionario.

15 Entonces, por la parte superior de la columna se retira y eventualmente se separa del sistema, el alcohol inferior que se está formando en el curso del funcionamiento permanente.

20 Además de la medida conocida, mencionada al principio, para el desplazamiento del equilibrio de la reacción de transalcoholación mediante separación del alcohol inferior, en la realización del procedimiento de acuerdo con la invención se aumenta a voluntad, mediante la regulación de la cantidad del reflujo del alcohol inferior en la zona de concentración, la cantidad en circuito interior del alcohol de transalcoholación en la zona de reacción y, con 25 ello, se produce una oferta en exceso adicional del alcohol de transalcoholación superior en la fase líquida de la zona de reacción. Con ello, se influye adicionalmente, de manera ventajosa, sobre el desplazamiento del equilibrio y, 30 por lo tanto, también sobre la pureza del alcoholato deseado.

27018

1 do.

5 La cantidad de reflujo concentrada de acuerdo con la invención, produce también, además del conocido efecto de una mayor pureza del destilado en la zona de reacción, el efecto, aquí esencial, de una mayor carga con vapor-líquido en la zona de reacción, mediante el alcohol superior y viceversa. Como vapor ascendente, el alcohol superior -- produce, mediante disminución parcial de la presión, el -- arrastre del alcohol inferior desde la solución de reac--
10 ción. De este modo, pasa por condensación a la fase lí-- quida, en la que transcurre la reacción de transalcoholi-- ción, y produce aquí, de una manera ventajosa, la oferta en exceso adicional del alcohol de transalcoholación supe-- rior. Esta cantidad, regulable mediante la cantidad de --
15 reflujo del alcohol inferior, del alcohol de transalcoholi-- ción que se evapora en la zona de reacción y que es nue-- vamente condensable, se designa como cantidad en circuito denominada interna.

20 En este modo de procedimiento existe también una --- ventaja esencial en comparación con el procedimiento cono-- cido de la memoria de patente alemana 1 254 612, puesto -- que en éste se trabaja sin reflujo. Esto significa que -- en este procedimiento la cantidad del alcohol de transal--coholación superior, que se encuentra en la columna de --
25 reacción en la fase líquida, está determinada solamente -- por su proporción cuantitativa en la solución de entrada introducida en la columna y por la cantidad del alcohol -- inferior que se libera en la reacción, para la que, en el intercambio de sustancia, una cantidad correspondiente --
30 del alcohol de transalcoholación introducido en forma de

1 vapor por la parte inferior de la columna, pasa a la fase
líquida. En efecto, también aquí la reacción transcurre
con un exceso del alcohol superior, pero éste está prácti-
camente determinado por su exceso en la solución de entra-
5 da.

A diferencia de esto, en el procedimiento de acuerdo
con la invención se consigue, de manera extraordinariamen-
te ventajosa, un exceso adicional del alcohol superior en
la fase líquida de la zona de reacción, mientras que al -
10 contrario que en la reacción de equilibrio indicada al --
principio, se devuelve a la columna nuevamente una canti-
dad más o menos grande del alcohol inferior.

Por la parte superior de la zona de concentración de
la columna se retira en cada caso del sistema solamente -
15 una parte del alcohol inferior en forma de vapor o de lí-
quido, a saber solamente la parte en exceso, que no se ne-
cesita para la regulación de la cantidad de reflujo. La
parte restante del alcohol inferior se devuelve, como - -
fracción de reflujo, a la zona de concentración.

20 El alcohol inferior retirado por la parte superior -
es de alta pureza y puede ser utilizado de nuevo sin des-
tilación adicional.

Se ha manifestado que la cantidad de reflujo a esta-
blecer ha de ajustarse convenientemente al alcohol de - -
25 transalcoholación empleado en cada caso.

En general, en la preparación de alcoholatos de meta-
les alcalinos de alcoholes monovalentes, se trabaja con -
una cantidad de reflujo de hasta 200 moles por mol de al-
coholato de metal alcalino empleado. En el caso de otros
30 alcoholes, por ejemplo alcoholes divalentes o polivalentes

1 o en el caso de alcoholes distintos de alifáticos o cicloalifáticos, la cantidad de reflujo puede ser también eventualmente más alta. La cantidad de reflujo óptima se calcula convenientemente en ensayos previos.

5 En la separación por destilación de alcoholes inferiores y superiores en columnas de rectificación, es en sí conocido ajustar una cantidad de reflujo, que está acomodada a la pureza deseada del destilado y a la correspondiente columna.

10 La cantidad óptima de reflujo para esta separación se determina, de manera conocida, de tal manera que para un óptimo económico desde el punto de vista de la potencia a emplear para la separación del alcohol inferior y superior presente en el sistema, se alcanza un óptimo desde el punto de vista de la pureza del alcohol inferior a retirar por la parte superior o del alcohol superior a retirar por la parte inferior.

15 Según una variante preferida del procedimiento de acuerdo con la invención, se elige en el caso de éste la cantidad de reflujo necesaria para influir ventajosamente sobre la reacción química en la zona de concentración, mayor que la cantidad de reflujo óptima previamente mencionada, que sería necesaria para una pura separación en una columna de rectificación con el mismo poder separador. De este modo el equilibrio de la reacción en la zona de reacción se desplaza en favor del alcoholato de metal alcalino deseado.

20 Si el alcohol de transalcoholación es un alcohol primario monovalente, se ha manifestado como conveniente - -
30 ajustar la cantidad de reflujo de tal manera que sea de -

1 hasta 40 moles, preferentemente hasta 12 moles, por mol -
de alcoholato de metal alcalino del alcohol inferior em--
pleado, mientras que por el contrario, la cantidad de re-
flujo en el caso de alcoholes monovalentes secundarios, -
5 es de hasta 120 moles, preferentemente de hasta 50 moles.
En el caso de alcoholes monovalentes terciarios, la canti-
dad de reflujo es convenientemente de hasta 200 moles, --
preferentemente de hasta 80 moles, por mol de alcoholato
de metal alcalino de alcohol inferior empleado.

10 El procedimiento de acuerdo con la invención puede -
realizarse, tanto bajo presión normal, como también bajo
presión elevada o reducida.

Si en la descripción de la invención se habla de al-
coholes "inferiores" o "superiores", se piensa en cada ca-
15 so en los alcoholes de bajo punto de ebullición o de alto
punto de ebullición. Evidentemente, la reacción se consi-
gue solamente cuando el alcohol de transalcoholación tie-
ne un punto de ebullición más alto que el del alcohol del
alcoholato de partida. El procedimiento de acuerdo con -
20 la invención es utilizable en general en la reacción de -
alcoholatos de metales alcalinos de alcoholes inferiores
con alcoholes superiores, si existe una aptitud del alcohol
para la destilación y si el comportamiento de solubilidad
del alcoholato de partida y preferentemente también del -
25 alcoholato final, permiten la reacción en fase líquida.

Como alcoholes inferiores o superiores entran en con-
sideración, además de alcoholes monovalentes, en principio
también alcoholes polivalentes, por ejemplo dioles, tales
como, por ejemplo, etilenglicol, dietilenglicol, propano-
30 dioles, butanodiolos y similares.

1 Sin embargo, el procedimiento de la invención se apli
ca preferiblemente a la preparación de alcoholatos de me-
tales alcalinos de alcoholes alifáticos o cicloalifáticos,
5 primarios, secundarios o terciarios, monovalentes, prefe-
rentemente con hasta 18 átomos de carbono, especialmente
con hasta 12 átomos de carbono.

Como ejemplos de alcoholes superiores susceptibles -
de reaccionar, se pueden mencionar:

10 Etanol, n-propanol, n-butanol, 2-metilpropanol-(1),
n-pentanol, 2-metilbutanol-(4), 2-metilbutanol-(1), 2,2-
-dimetilpropanol-(1), n-hexanol, 2-etilhexanol-(1), al-
cohol laurílico, alcohol estearílico y similares. Alcoho-
les superiores secundarios son, por ejemplo, isopropanol,
15 butanol-(2), pentanol-(2), pentanol-(3), 2-metil-butanol-
-(3) y similares. Alcoholes terciarios son, por ejemplo,
2-metilpropanol-(2), 2-metilbutanol-(2) y similares.

Alcoholes cicloalifáticos son, por ejemplo, ciclopro-
panol, ciclobutanol, ciclopentanol, ciclohexanol, así co-
mo derivados de éstos sustituidos con alcohol, con un to-
20 tal de hasta 18 átomos de carbono, preferentemente de has-
ta 12 átomos de carbono.

Como sustancias de partida se emplean, preferentemen-
te, alcoholatos de metales alcalinos de metanol o de eta-
nol.

25 Fundamentalmente, es posible emplear como sustancias
de partida, alcoholatos de metales alcalinos de alcoholes
superiores de la clase arriba mencionada, debiéndose em-
plear entonces, evidentemente, como alcohol de transalcohi-
lación, un alcohol aún más superior.

30 El metal alcalino del alcoholato puede ser sodio, po

1 - tasio y litio, pero puede ser también, evidentemente, cesio y rubidio. El sodio se prefiere como metal alcalino.

5 Para la preparación continua de alcoholatos de metales alcalinos por transalcoholación, se prefiere utilizar un dispositivo que se caracteriza por una columna provista de platos, con una zona de reacción inferior para la fase líquida y con una zona de concentración superior.

10 En lugar de platos perforados, platos de campana, platos de válvulas o similares, pueden preverse, evidentemente, también cargas de cuerpos de relleno, de una altura correspondiente, como es conocido en las columnas de rectificación.

15 La columna puede consistir en varios recipientes individuales o columnas individuales, conectados uno detrás de otro, en cascada, pudiéndose disponer éstos preferentemente unos sobre otros - eventualmente desfasados lateralmente unos con relación a otros - pero evidentemente también unos junto a otros empleando los correspondientes equipos de bomba. En cualquier caso, hay que asegurarse mediante conducciones de unión adecuadas y eventualmente equipos de transporte, de que la zona de reacción y la zona de concentración estén acopladas directamente una con otra y de que el reflujó de la zona de concentración puede influir de manera ventajosa sobre la conversión química que transcurre en la zona de reacción. Se utiliza preferentemente una disposición en la que la zona de reacción y la zona de concentración están dispuestas, una sobre otra, en una sola columna.

20
25
30 En la realización del procedimiento de acuerdo con la invención se procede, por ejemplo, de la siguiente ma-

1 nera:

5 Antes de la puesta en marcha, se llena la zona de --
reacción 5 de la columna 14 con el alcohol superior. Me-
diante el evaporador rotatorio 7 se calienta el alcohol -
superior. Después de alcanzar la temperatura de ebulli-
ción, el alcohol inferior, por ejemplo metanol, se intro-
duce por la parte superior 4 de la columna, como reflujo
de iniciación, mediante la conducción 3.

10 En tal caso, se aumenta la potencia calefactora del
evaporador rotatorio 7 hasta que se haya ajustado la can-
tidad de reflujo del alcohol inferior determinada, adapta
da a los participantes de la reacción.

15 Ahora, la solución de reacción a base del alcohol su-
perior y del alcoholato de metal alcalino del alcohol in-
ferior y, eventualmente alcohol inferior adicional, calen-
tada previamente en lo posible hasta poco por debajo de -
su punto de ebullición, se añade continuamente a través -
de la conducción 1 por el extremo superior de la zona de
reacción 5. Aquí, la solución incide con una mezcla que
20 desciende de la zona de concentración 2 de la columna 14,
cuya cantidad depende de la cantidad del reflujo que flu-
ye a través de la conducción 3 en la parte superior 4 de
la columna 14. La cantidad total circula entonces a tra-
vés de la zona de reacción 5 de la columna 14 hacia abajo,
25 en la que el componente más ligero, aquí el alcohol infe-
rior, se evapora y el componente más pesado, aquí el al-
cohol superior, se condensa desde el estado de vapor.

30 De esta manera se forma un exceso, cada vez mayor, de
alcohol superior en la fase líquida hasta alcanzarse el -
estado estacionario en la columna, donde se encuentra dis-

1 -ponible para desplazar el equilibrio de la reacción hacia
el lado del alcoholato deseado, de acuerdo con la fórmula
mencionada al principio. En la parte inferior 6, la solu-
5 ción se concentra por evaporación hasta la concentración
final necesaria, mediante el evaporador rotatorio 7. El -
producto final se retira por la conducción 8. Los vapo--
res que abandonan por la conducción 9 la parte superior 4
de la columna 14, consisten en el alcohol inferior puro -
con pequeñísimas adiciones de alcohol superior. Estos --
10 contienen, como calor de evaporación, la energía calorífi-
ca añadida en el evaporador rotatorio 7. Esta cantidad -
de energía corresponde a la masa de los vapores. Estos -
se condensan en el condensador 10 y afluyen al recipiente
11. De acuerdo con el balance de material total en el --
15 circuito de la columna 14, se retira, en el estado esta-
cionario, a través de la conducción 12, la cantidad de al-
cohol inferior introducida a través de la conducción 1 y,
en parte, la cantidad de alcohol inferior liberada en la
zona de reacción 5. La cantidad de alcohol inferior en--
20 tonces todavía presente en el sistema, que se acumula has-
ta que se alcanza el estado estacionario, lo que se deno-
mina cantidad suplementaria, puede regularse mediante la
potencia calefactora del evaporador 7 y se alimenta como
reflujo, mediante la bomba 13, a través de la conducción
25 3, por la parte superior 4 de la columna 14.

El alcohol inferior retirado puede ser empleado, sin
purificación adicional por destilación, por ejemplo para
la producción de alcoholatos de metales alcalinos respec-
to del metanol o del etanol.

30 Con el procedimiento de acuerdo con la invención es

1 - posible conseguir una conversión prácticamente cuantitati
va del alcoholato de metal alcalino del alcohol inferior
empleado, con el alcohol superior. Como productos fina--
les, se obtienen alcoholatos de metales alcalinos del mis
5 mo alcohol superior, disueltos en alcohol superior. Como
en la parte superior de la zona de concentración no se re
tira ni por consiguiente se pierde prácticamente nada de
alcohol superior y, la concentración molar de la solución
final se deduce a partir de la concentración molar de la
10 solución de entrada, teniendo en cuenta el alcohol de trans
alcoholación consumido en la reacción química.

Correspondiendo al comportamiento de solubilidad de
los alcoholatos de partida y finales o correspondiendo a
la concentración deseada de los alcoholatos finales en el
15 alcohol superior, se emplean las soluciones de alcoholato
de partida que contienen en exceso el alcohol de transal
coholación, referido al alcoholato de partida. De manera
conocida, por ejemplo por evaporación del alcohol superior,
se puede obtener el alcoholato deseado en forma sólida.

20 Ejemplo 1

A presión normal, se introduce en la zona de reacción
5, a través de la conducción 1, por hora, una solución --
previamente calentada consistente en 3.120 g de isopropa
nol (52 moles) y una solución de metilato sódico al 30% -
25 que consiste en 495 g de metanol (15,5 moles) y 212 g de
metilato sódico (4 moles).

La potencia calefactora del evaporador rotatorio 7 -
dispuesto en la zona de la parte inferior 6, se dimensionó
de tal manera que la cantidad de alcohol inferior, que re
30 fluye a través de la conducción 3 por la parte superior 4,

1 se ajustará a 3.380 g/hora. De este modo, en funcionamiento
estacionario, resultó una cantidad de reflujo de 26 mo-
les de metanol por mol de metilato sódico introducido cons-
tantemente. De la parte inferior se retiró constantemente
5 una solución de isopropilato sódico al 10% en peso aproxi-
madamente, en una cantidad de 3.207 g de isopropanol (53,4
moles) y 321 g de isopropilato sódico (4 moles) por hora.
El grado de conversión del metilato sódico ascendió a 99%.

Ejemplo 2

10 De manera análoga que en el Ejemplo 1, se introdujo,
por hora, en la zona de reacción, una solución previamente
calentada, consistente en a) una solución de metilato só-
dico al 30% con 700 g de metanol (21,8 moles) y 300 g de
metilato sódico (5,5 moles), y b) 2140 g (35,6 moles) de -
15 isopropanol. La potencia calefactora se dimensionó de tal
manera que se ajustara un reflujo del alcohol inferior de
3.170 g. Con ello, resultó una cantidad de reflujo de 18
moles de metanol por mol de metilato sódico introducido -
constantemente. Por la parte superior se retiraron 875 g
20 de metanol (27,3 moles) con un grado de pureza de 99,9% -
en peso. De la parte inferior se retiró una solución de
isopropilato sódico al 20% en peso, en una cantidad de --
452 g (5,5 moles) de isopropilato sódico y 1809 g (30,1 -
moles) de isopropanol, por hora. El grado de conversión
25 de metilato sódico ascendió a 99%.

Ejemplo 3

30 Se procedió como en el Ejemplo 1, con la modificación
de que la columna se hizo funcionar con 2.586 g de n-buta-
nol (34,9 moles) y una solución de metilato sódico en met-
anol al 12% con 150 g de metilato sódico (2,8 moles) y 1.097

1 g de metanol (34,2 moles). La cantidad de reflujo de me-
tanol se ajustó de tal manera que resultase una proporción
molar de metilato sódico a metanol de 1:6. Por la parte
superior se retiraron 1.185 g de metanol (37,0 moles) con
5 un grado de pureza de 99,98% en peso. De la parte infe-
rior se retiró constantemente, por hora, una solución al
10% de butilato sódico en una cantidad de 265 g de butila-
to sódico (2,8 moles) y 2.382 g de n-butanol (32,1 moles).

Ejemplo 4

10 Se procedió como en el Ejemplo 1, con la modificación
de que la columna se hizo funcionar con 3.269 g de butanol
terciario (44,1 moles) y una solución de metilato potásico
en metanol al 25% con 237 g de metilato potásico (3,4 mo-
les) y 675 g de metanol (21,1 moles). La potencia calefac-
15 tora se dimensionó de tal manera que se ajustara una pro-
porción molar de metilato potásico introducido, a cantidad
de reflujo de metanol, de 1:30. De la parte inferior de
la columna se retiró constantemente una solución de buti-
lato terciario potásico al 11%, en una cantidad de 374 g
20 de butilato terciario potásico (3,33 moles) y 3.022 g de
butanol terciario (40,77 moles) por hora.

El grado de conversión de metilato potásico ascendió
a 99%. El metanol retirado por la parte superior tenía -
una pureza de 99,99% en peso.

25

30

27018

1

REIVINDICACIONES

5

10

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15

20

1ª.- Procedimiento para la preparación continua de alcoholatos de metales alcalinos por transalcoholación de alcoholatos de metales alcalinos de alcoholes inferiores, especialmente de metanol o etanol, con alcoholes superiores introducidos en exceso, especialmente alcoholes monovalentes alifáticos o cicloalifáticos, y separación del alcohol de más bajo punto de ebullición, caracterizado porque la transalcoholación y la purificación por destilación del alcohol inferior se realizan simultáneamente en una disposición con una zona de reacción y con una zona de concentración directamente acoplada con ésta.

25

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se provoca una oferta en exceso adicional, ajustada a los participantes en la reacción, del alcohol de transalcoholación superior en la fase líquida de la zona de reacción, mediante el ajuste de la cantidad del reflujo del alcohol inferior en la zona de concentración.

30

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado porque la cantidad de reflujo es de hasta 200 mo

27008

1 les por mol de alcoholato de metal alcalino de alcohol inferior empleado, cuando el alcohol de transalcoholación es un alcohol monovalente.

5 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 3ª, caracterizado porque la cantidad de reflujo es de hasta 40 moles, preferentemente hasta 12 moles, por mol de alcoholato de metal alcalino del alcohol inferior empleado, cuando el alcohol de transalcoholación es un alcohol monovalente primario.

10 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 3ª, caracterizado porque la cantidad de reflujo es de hasta 120 moles, preferentemente de hasta 50 moles, por mol de alcoholato de metal alcalino del alcohol inferior empleado, cuando el alcohol de transalcoholación es un alcohol monovalente secundario.

15 6ª.- Procedimiento según la reivindicación 3ª, caracterizado porque la cantidad de reflujo es de hasta 200 moles, preferentemente de hasta 80 moles, por mol de alcoholato de metal alcalino del alcohol inferior empleado, cuando el alcohol de transalcoholación es un alcohol monovalente terciario.

20 7ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION CONTINUA DE ALCOHOLATOS DE METALES ALCALINOS".

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

30

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

Madrid, 18.JUL.1978

5

P.A.

Alberto de Elizaburu
For Pader



10

15

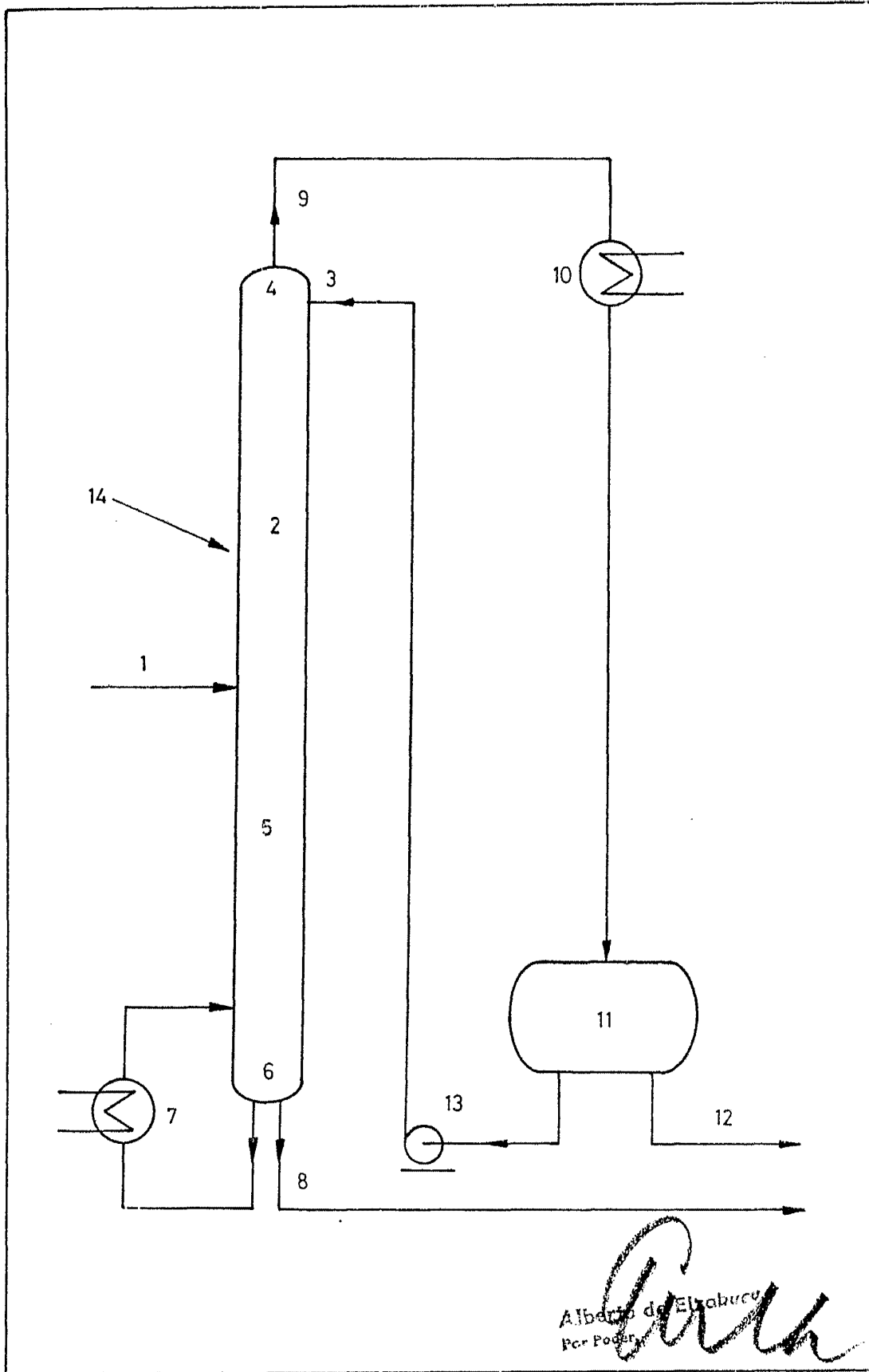
20

25

30

06078

JL/



Alberto de Elabuco
Per Poder