



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 363 047**

51 Int. Cl.:
C07C 29/70 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08154500 .6**

96 Fecha de presentación : **15.04.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **1997794**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **03.12.2008**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de alcoholatos de metales alcalinos.**

30 Prioridad: **01.06.2007 DE 10 2007 025 904**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
19.07.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
19.07.2011

73 Titular/es: **EVONIK DEGUSSA GmbH**
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE

72 Inventor/es: **Ruwwe, Johannes;**
Krüger, Kai-Martin;
Knippenberg, Udo;
Brehme, Volker y
Neumann, Manfred

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 363 047 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de alcoholatos de metales alcalinos

El presente invento describe un procedimiento para la preparación de alcoholatos de metales alcalinos a partir de hidróxidos de metales alcalinos mediante una destilación reactiva.

5 Ciertos alcoholatos de metales alcalinos se emplean como bases fuertes en la síntesis de numerosos productos químicos, p.ej. en el caso de la preparación de sustancias activas farmacéuticas o agroquímicas. Además, ciertos alcoholatos de metales alcalinos encuentran aplicación como catalizadores en reacciones de transesterificación y de amidación.

10 Se preparan alcoholatos de metales alcalinos (MOR) mediante una destilación reactiva en una columna de destilación en contracorriente a partir de hidróxidos de metales alcalinos (MOH) y de alcoholes (ROH), siendo eliminada con la fracción destilada el agua de reacción que resulta de acuerdo con la siguiente reacción.



15 Un tal principio de procedimiento se describe en el documento de patente de los EE.UU. US 2.877.274, en el que una solución acuosa de un hidróxido de metal alcalino y metanol gaseoso se conducen en contracorriente en una columna de rectificación. En una forma no alterada en cuanto al principio, este procedimiento se ha descrito de nuevo en el documento de patente europea EP 1 242 345.

20 Unos procedimientos similares, en los cuales sin embargo se emplea adicionalmente todavía un agente de arrastre, tal como por ejemplo benceno, se describen en el documento de patente británica GB 377.631 y en el documento US 1.910.331. El agente de arrastre sirve en este caso a fin de hacer posible una separación de agua y de un alcohol soluble en agua. En el caso de ambos documentos de patentes, el condensado se somete a una separación de fases, con el fin de separar el agua de reacción.

25 Así, también el documento de patente alemana DE 96 89 03 describe un procedimiento para la preparación continua de alcoholatos de metales alcalinos, siendo condensada la mezcla de agua y alcoholes que se saca por la parte superior (cabeza) de la columna y siendo sometida a continuación a una separación de fases. La fase acuosa se desecha en este caso y la fase alcohólica se devuelve en común con el alcohol de nueva aportación (fresco) a la columna por la cabeza. Un procedimiento similar lo describe el documento EP 0 299 577, efectuándose la separación de fases en la fracción condensada con ayuda de una membrana.

30 Todos los procedimientos presentan en la práctica la desventaja de que, en el sitio de afluencia de la solución de un hidróxido de metal alcalino - es decir en el sitio del perfil de la columna, en el cual es máxima la concentración del hidróxido de metal alcalino empleado, existe el peligro de que aparezca una precipitación de un material sólido y tenga que ser interrumpido el proceso.

35 Por lo tanto, la misión del presente invento fue la de poner a disposición un procedimiento para la preparación de una solución alcohólica de un alcoholato de metal alcalino, que proporcione un proceso de preparación continuo y estable con una alta seguridad en el proceso, en el que se puedan emplear unas soluciones acuosas de hidróxidos de metales alcalinos usuales en el comercio.

40 Sorprendentemente, se pudo encontrar un procedimiento para la preparación de una solución alcohólica de un alcoholato de metal alcalino a partir de un hidróxido de metal alcalino y de un alcohol en una columna de reacción, siendo conducidos en contracorriente el alcohol y el hidróxido de metal alcalino, el cual procedimiento se distingue por el hecho de que se emplea una relación de reflujo de por lo menos 0,05 en la columna de reacción. Esto significa en el caso de una condensación completa, que se devuelve por lo menos un 5 % en peso de esta fracción condensada en forma de una fracción de reflujo por la cabeza de la columna de reacción. Mediante el ajuste de una relación de reflujo en la columna de reacción se puede evitar, de modo sorprendente, que por debajo del sitio de afluencia de la solución de hidróxido de metal alcalino se llegue a una precipitación de materiales sólidos. En comparación con el procedimiento de acuerdo con el estado de la técnica, el procedimiento conforme al invento
45 tiene la ventaja de que no se sobrepasa el límite de solubilidad del hidróxido de metal alcalino en el sitio de afluencia de la solución del hidróxido de metal alcalino - en donde es máxima la concentración del hidróxido de metal alcalino empleado -. La relación de reflujo que se ha de ajustar en el procedimiento conforme al invento se orienta hacia el tipo del alcoholato de metal alcalino que se ha de preparar, o respectivamente hacia la solubilidad del correspondiente hidróxido de metal alcalino en la mezcla, que se establece, de agua y del alcohol empleado. En particular esto era sorprendente, puesto que los procedimientos de acuerdo con el estado de la técnica se llevan a
50 cabo sin fracción de reflujo en la columna de reacción o el agua se substraee de la fracción condensada mediante

una separación de fases o unas técnicas que usan membranas, antes de que sea devuelta a la columna de reacción la fracción de reflujo que ahora es anhidra. El ajuste de una relación de reflujo procura que en la parte superior de la columna de reacción siempre se presente una concentración de agua suficientemente alta, de manera tal que se impida eficazmente una precipitación de materiales sólidos. Por consiguiente, es posible un procedimiento que es más insensible frente a perturbaciones o fluctuaciones, tales como por ejemplo fluctuaciones de las concentraciones en las fracciones de afluencia. Al contrario que en los procedimientos de acuerdo con el estado de la técnica, en el procedimiento conforme al invento no se efectúa ninguna separación de agua a partir de la fracción condensada antes de que la fracción de reflujo sea devuelta a la columna de reacción.

Por consiguiente, es objeto del invento un procedimiento para la preparación de una solución alcohólica de un alcoholato de metal alcalino a partir de un hidróxido de metal alcalino y de un alcohol en una columna de reacción, siendo conducidos en contracorriente el alcohol y el hidróxido de metal alcalino, el cual se caracteriza porque se ajusta una relación de reflujo de por lo menos 0,05 en la columna de reacción.

La relación de reflujo se orienta en el procedimiento conforme al invento al tipo del alcoholato de metal alcalino que se ha de preparar o respectivamente a la solubilidad del hidróxido de metal alcalino empleado en la mezcla que se establece a base de agua y del alcohol empleado. Como vapores de destilación de la columna de reacción se obtiene el alcohol con una pequeña cantidad de agua, condensándose en este procedimiento conforme al invento por lo menos un 5 % en peso de estos vapores de destilación y siendo devuelta esta fracción condensada en forma de una fracción de reflujo por la cabeza de la columna de reacción; esto corresponde a una relación de reflujo de por lo menos 0,05 en la columna de reacción. Como "una relación de reflujo" se entiende en el sentido de este invento la relación de la corriente másica (kg/h), que se devuelve a la columna en forma líquida (fracción de reflujo) y de la corriente másica (kg/h) que se saca en forma líquida (fracción destilada) o en forma gaseosa (vapores de destilación) desde la columna de reacción. De manera preferida, en la columna de reacción se ajusta una relación de reflujo de 0,11 hasta 0,34, de manera especialmente preferida de 0,14 hasta 0,27 y de manera muy especialmente preferida una relación de reflujo de 0,17 hasta 0,24. Por consiguiente, se devuelve a la columna de reacción de manera preferida de 10 hasta 25 % en peso, de manera especialmente preferida de 12 hasta 21 % en peso y de manera muy especialmente preferida de 15 a 19 % en peso del producto de cabezas en forma de una fracción de reflujo en la cabeza de la columna de reacción. En el procedimiento conforme al invento, el agua presente en la fracción condensada y/o en la fracción de reflujo de la columna de reacción no es separada preferiblemente antes de la devolución como fracción de reflujo a la columna de reacción. El ajuste de una relación de reflujo en la columna de reacción procura que en la parte superior de la columna de destilación en contracorriente siempre se presente una concentración de agua suficientemente alta en la mezcla de reacción, de manera tal que se pueda impedir eficazmente una precipitación de materiales sólidos.

Como posibles hidróxidos de metales alcalinos se pueden emplear en el procedimiento conforme al invento hidróxido de sodio, hidróxido de potasio o hidróxido de litio, de manera preferente se utilizan hidróxido de sodio e hidróxido de potasio. Los hidróxidos de metales alcalinos se pueden emplear en el procedimiento conforme al invento en forma de una solución acuosa, alcohólica o de una solución acuosa que contiene el alcohol empleado como otro disolvente adicional.

Los hidróxidos de metales alcalinos se emplean en el procedimiento conforme al invento de manera preferida en forma de una solución acuosa, preferentemente se emplea una solución acuosa con un contenido (determinado por acidimetría) del hidróxido de metal alcalino de 15 hasta 55 % en peso, de manera especialmente preferida de 30 hasta 53 % y de manera muy especialmente preferida de 45 hasta 52 %.

En el procedimiento conforme al invento se pueden emplear como alcoholes unos alcoholes alifáticos con 1 hasta 5 átomos de carbono, tales como por ejemplo metanol, etanol, n- o iso-propanol, n-, sec-, iso- o terc.-butanol, o isómeros del pentanol, tal como por ejemplo n-pentanol. Preferentemente, en el procedimiento conforme al invento se emplean sin embargo metanol o etanol, de manera especialmente preferida se emplea metanol.

El alcohol empleado en el procedimiento conforme al invento puede servir tanto en calidad de disolvente así como también en calidad de educto (producto de partida). Además, el alcohol empleado puede servir para extraer por arrastre agua desde el líquido, de manera tal que ésta pueda ser eliminada a través de la fracción destilada desde el recinto de reacción. Por lo tanto, en el procedimiento conforme al invento se emplea preferentemente la cantidad de 15 hasta 45 veces mayor, preferiblemente 25 hasta 35 veces mayor de alcohol, referida al peso de agua en la corriente de afluencia del hidróxido de metal alcalino.

Es ventajoso hacer funcionar la columna de reacción a una presión de 0,5 hasta 2 bares, de manera preferida la columna de reacción se hace funcionar a la presión del entorno.

La solución de un hidróxido de metal alcalino es añadida en el procedimiento conforme al invento de manera preferida en el plato más superior o respectivamente se aporta por la cabeza de la columna de reacción. Es ventajoso para el procedimiento conforme al invento aportar a la columna de reacción la solución del hidróxido de metal alcalino en estado calentado, preferiblemente con una temperatura situada escasamente por debajo del punto

de ebullición de esta solución. En el caso de la utilización de una solución acuosa de hidróxido de sodio, ésta, antes de su aportación a la columna de reacción, es calentada preferiblemente a una temperatura de 50 hasta 70 °C, por ejemplo mediante un intercambiador de calor. La temperatura de afluencia de la solución de hidróxido de metal alcalino debería presentar la temperatura del plato situado junto al sitio de afluencia de la solución de hidróxido de metal alcalino.

5

En el procedimiento conforme al invento, de manera preferida el producto de cabezas, es decir los vapores de destilación o una fracción destilada, que no es devuelta como fracción de reflujo a la columna de reacción, se separa en una ulterior etapa de reacción en agua y en un alcohol - de manera preferida esto puede efectuarse en una columna de rectificación, realizándose que el alcohol obtenido mediante la etapa de separación puede ser aportado a la columna de reacción como alcohol devuelto.

10

A la columna de reacción en el procedimiento conforme al invento se le puede aportar por consiguiente tanto el alcohol devuelto procedente de la columna de rectificación como también el alcohol fresco. De manera preferida, a la columna de reacción se le aportan tanto el alcohol devuelto como también el alcohol fresco. Facultativamente, el alcohol fresco se puede aportar a la columna de reacción en un sitio de afluencia separado o en común con el alcohol devuelto a la columna de reacción.

15

El alcohol devuelto procedente de la columna de rectificación se aporta a la columna de reacción preferiblemente en forma gaseosa por lo menos a veinte platos por debajo del sitio de afluencia de la solución del hidróxido de metal alcalino. De manera preferida, el alcohol devuelto se añade dosificadamente a 1 hasta 10 platos, de manera especialmente preferida a 1 hasta 6 platos por encima del colector de colas (sumidero) o directamente en el sumidero de la columna de reacción. De manera muy especialmente preferida, el alcohol devuelto se añade dosificadamente por el sumidero de la columna de reacción.

20

El alcohol fresco se puede emplear en el procedimiento conforme al invento tanto en forma de vapor como también en estado líquido. De manera preferida, el alcohol fresco es devuelto al sumidero, al evaporador o a un plato o a varios platos que se encuentran de 1 hasta 10, de manera especialmente preferida de 1 hasta 6 platos por encima del sumidero. En particular, la aportación del alcohol fresco en el procedimiento conforme al invento al sumidero o al evaporador de la columna de reacción - se efectúa de manera preferida en forma gaseosa.

25

En una forma preferida de realización del procedimiento conforme al invento, se añade alcohol fresco por la cabeza de la columna de rectificación - en particular en común con la fracción de reflujo de la columna de rectificación. Esta forma de realización del procedimiento conforme al invento es apropiada en particular para eliminar el agua en exceso desde el metanol, antes de que el alcohol sea aportado a la columna de reacción. De manera especialmente preferida, la adición del alcohol fresco se efectúa en este caso en el condensador o en los recipientes para la fracción condensada situados junto a la columna de rectificación, de manera muy especialmente preferida la adición del alcohol fresco se efectúa en el condensador situado junto a la columna de rectificación.

30

En una forma especial de realización del procedimiento conforme al invento, el alcohol fresco es añadido a la fracción de reflujo de la columna de reacción, esto puede efectuarse en el presente caso en el condensador así como también en el recipiente para la fracción condensada situado junto a la columna de reacción.

35

El alcohol añadido dosificadamente a la columna de reacción - tanto el alcohol devuelto como también el alcohol fresco - tienen en promedio preferiblemente un contenido de agua de como máximo 1.000 ppm (partes por millón) (m/m = masa/masa), de manera preferida de como máximo 500 ppm (m/m). Es especialmente ventajoso para el procedimiento conforme al invento que el alcohol añadido dosificadamente a la columna de reacción tenga un contenido medio de agua de 200 a 450 ppm (m/m), de manera preferida de 300 a 400 ppm (m/m).

40

El procedimiento conforme al invento se puede hacer funcionar tanto de una manera continua como también de una manera semicontinua. En el caso del funcionamiento semicontinuo, el alcohol, preferiblemente metanol, es dispuesto previamente en el evaporador de la columna de reacción, durante el funcionamiento el alcohol es añadido dosificadamente al sumidero de la columna en forma líquida, o en forma gaseosa en los platos más inferiores o en uno de los platos inferiores de la columna y una solución de hidróxido de metal alcalino se añade dosificadamente en la cabeza de la columna de reacción.

45

Preferiblemente, sin embargo, el procedimiento conforme al invento se hace funcionar de un modo continuo. En este caso, preferiblemente en la cabeza de la columna de reacción se añade dosificadamente una solución de hidróxido de metal alcalino, mientras que en el sumidero de la columna de reacción se añade un alcohol en forma gaseosa.

50

La columna de reacción del procedimiento conforme al invento tiene de manera preferente unos platos de columna del tipo de platos de campanas, seleccionados entre platos de campanas, platos de túnel, platos de Thormann o platos de campanas con ranuras en cruz, como elementos constructivos internos. En otra forma de realización del

procedimiento conforme al invento, la columna de reacción puede tener también platos perforados o de válvula, empaquetaduras o cuerpos de relleno con o sin estructura superficial.

5 La corriente de productos se saca en el procedimiento conforme al invento de una manera ventajosa en el sumidero de la columna o respectivamente en el evaporador y se compone de una solución alcohólica del deseado alcoholato de metal alcalino, por ejemplo como una solución al 30 %. Esta corriente de productos puede contener también eventualmente pequeñas cantidades de agua y/o del hidróxido de metal alcalino que no haya reaccionado.

10 La fracción destilada que no se ha devuelto a la columna de reacción, es separada en el procedimiento conforme al invento de manera preferida en una etapa realizada por separado y de esta manera el alcohol liberado del agua se puede devolver a la columna de reacción. Procedimientos preferidos para este tratamiento del alcohol son los de destilación, de desecación mediante procesos con membranas o de desecación mediante un tamiz molecular, tal como son conocidos para un experto en la especialidad. De manera preferida, este tratamiento del alcohol se lleva a cabo en el procedimiento conforme al invento mediante una destilación.

15 En una forma de realización especialmente preferida del procedimiento conforme al invento, el producto de cabezas sacado por la cabeza de la columna de reacción y no devuelto como fracción de reflujo a la columna de reacción, es tratado en una columna de rectificación a una presión más alta que en la columna de reacción. Es ventajoso en este contexto para el procedimiento conforme al invento conducir esta parte del producto de cabezas de la columna de reacción a través de un compresor de los vapores de destilación a la columna de destilación. A través de la fracción de descarga del sumidero de la columna de reacción, el agua es sacada desde el sistema. La fracción destilada obtenida en la cabeza de la columna de rectificación, puede ser devuelta de nuevo a la columna de reacción.

20 Asimismo es posible llevar a cabo la reacción a una presión más alta que la rectificación y devolver el producto de cabezas de la columna de rectificación mediante un compresor de los vapores de destilación a la columna de reacción.

25 La rectificación de la mezcla a base de un alcohol y de agua se puede efectuar en el procedimiento conforme al invento de acuerdo con unas etapas de procedimiento conocidas, tal como se describen por ejemplo en la obra "Distillation: Principles and Practices" [principios y prácticas de destilación] (Johann G. Stichlmair, James R. Fair; Wiley-VCH). En el caso de la utilización de metanol como un alcohol en el procedimiento conforme al invento, la fracción destilada de la columna de reacción es tratada preferiblemente en una columna de rectificación. Como elementos constructivos interiores se adecuan en este caso todos los elementos constructivos interiores conocidos, tales como platos así como también empaquetaduras con estructura superficial (textura) y cargas a granel de cuerpos de relleno. El metanol resulta en este caso como una fracción destilada de bajo punto de ebullición en la cabeza de la columna de rectificación y el agua se puede sacar por el sumidero de la columna de rectificación. La relación de reflujo es en este caso preferiblemente mayor que 0,5 y es de manera más preferida de 0,8 hasta 1,5. La presión en la columna de rectificación se puede escoger tanto más baja como también más alta que en la columna de reacción. La temperatura se ajusta de un modo correspondiente. La fracción de afluencia de metanol y agua se añade a la mitad superior de la columna de rectificación, de manera preferida entre los platos 2° hasta 15° por encima del evaporador. En esta forma de realización preferida del procedimiento conforme al invento se añade alcohol fresco en la parte superior de la columna de rectificación - en particular en común con la fracción de reflujo de la columna de rectificación, con el fin de eliminar el agua en exceso desde el metanol, antes de que el alcohol sea devuelto a la columna de reacción. De manera especialmente preferida, la adición del alcohol fresco se efectúa en este caso en el condensador o en el recipiente para fracción condensada situado junto a la columna de rectificación, de manera muy especialmente preferida la adición del alcohol fresco se efectúa en el condensador situado junto a la columna de rectificación.

45 En el caso de la utilización de etanol, n- o iso-propanol, n-, sec-, iso- o terc.-butanol, o en el caso de los isómeros del pentanol se escogen asimismo de manera especialmente preferida unos procedimientos de destilación, eventualmente de múltiples etapas para el tratamiento del alcohol en el procedimiento conforme al invento, en cuyos procedimientos mediante las técnicas conocidas para un experto en la especialidad se pueden separar los azeótropos o respectivamente los hetero-azeótropos. Como agentes auxiliares se pueden emplear agentes formadores de azeótropos de acuerdo con el estado de la técnica, que están en situación de formar con el alcohol unos hetero-azeótropos. Sin embargo se pueden emplear para ello también agentes adsorbentes, tales como por ejemplo zeolitas.

55 La Figura 1 muestra una instalación con una presión más baja en la columna de reacción 4 que en la columna de rectificación 9. En este caso la solución de un hidróxido de metal alcalino es conducida a través de la conducción tubular 1 a un intercambiador de calor 2, en el que ella se calienta hasta la temperatura del sitio de afluencia y es añadida a través de la conducción tubular 3 por la cabeza de la columna 4. La solución del alcoholato de metal alcalino se saca por el sumidero de la columna a través de la conducción tubular 6. Junto al sumidero de la columna se encuentra un evaporador 5, con el que se ajusta al valor deseado la concentración de la solución del alcoholato de metal alcalino. Los vapores de destilación procedentes del evaporador 5 se añaden a través de la conducción tubular 7 al extremo inferior de la columna de reacción 4. La alimentación del alcohol devuelto 8 procedente de la

columna de rectificación puede efectuarse en varios sitios de la columna de reacción 4: 8a y 8b. Junto a la alimentación del alcohol devuelto se puede efectuar también la del alcohol fresco a través de las conducciones 10a hasta 10e. En la cabeza de la columna se condensa una parte de los vapores de destilación y se devuelve como fracción de reflujo 11 de nuevo a la columna de reacción 4. La otra parte de los vapores de destilación se aporta, a través de una conducción tubular 12 y de un compresor de los vapores de destilación 13, a la columna de rectificación 9. Por el sumidero de esta columna de rectificación 9 se saca agua a través de la conducción tubular 14. La columna es calentada a través del evaporador 15, que aporta la corriente de vapores de destilación a través de la conducción tubular 16 al extremo inferior de la columna de rectificación 9. Por la cabeza de la columna de rectificación 9 se puede cargar a través de la conducción tubular 18a alcohol fresco sobre la cabeza de la columna de rectificación. En la cabeza de la columna de rectificación se condensa una parte de los vapores de destilación y se devuelve como fracción de reflujo 19 a la columna de rectificación 9. La otra parte de los vapores de destilación se transfiere a través de una conducción tubular 8 a la columna de reacción 4. La adición del alcohol fresco puede efectuarse también en la fracción de reflujo de la columna de rectificación por los sitios de afluencia 18b y 18c.

La Figura 2 muestra una instalación con una presión más alta en la columna de reacción 4 que en la columna de rectificación 9. Esta instalación se diferencia de la instalación representada en la Figura 1 en el hecho de que la corriente de vapores de destilación 8 se conduce a través de un compresor de los vapores de destilación 20 a la columna de reacción 4. Se suprime el compresor de vapores de destilación 13.

Los siguientes Ejemplos deben de explicar con mayor detalle el procedimiento conforme al invento para la preparación de alcoholatos de metales alcalinos, sin que el invento tenga que estar limitado a esta forma de realización.

Ejemplos

1. Procedimiento continuo

Ejemplo 1.1 (conforme al invento):

En la cabeza de una columna de reacción que tiene 9 metros de altura, está equipada con 40 platos de campanas y tiene un diámetro interior de 80 mm, se calientan a aproximadamente 60°C 0,53 kg/h de una solución acuosa al 50 % de hidróxido de sodio y se aportan al plato más superior. La columna de reacción está equipada con un sistema de calefacción eléctrica de compensación, que abarca en cada caso 10 platos, con el fin de reducir al mínimo las pérdidas de calor hacia el entorno. La temperatura del sistema de calefacción de compensación se regula en cada caso a la temperatura interna del plato central del respectivo tramo. Se devuelve 12 % en peso de la fracción condensada de la columna de reacción en forma de una fracción de reflujo a la columna de reacción, es decir que se ajusta una relación de reflujo de 0,14, con el fin de reducir la proporción de material sólido disuelto en la fase líquida. Además, ella se hace funcionar a la presión del entorno. Entre el evaporador y el plato más inferior de esta columna de reacción se conducen a la columna de reacción 8,88 kg/h de metanol en forma de vapor con un contenido de agua de 400 ppm (m/m) y a una temperatura de aproximadamente 70°C, que sube en contracorriente con relación a la fase líquida en la columna.

Del evaporador de la columna de reacción se saca una corriente de productos de 1,16 kg/h, que se compone de una solución al 30 % de metilato de sodio en metanol y cuya concentración de agua y de hidróxido de sodio que no ha reaccionado - calculada como hidróxido de sodio - está situada en suma en 0,18 % en peso. La temperatura en la cabeza de la columna está situada en 75°C. Allí resulta una cantidad de la fracción condensada de 8,25 kg/h, que se compone de metanol puro con una proporción de agua de 5 %. Aproximadamente 1 kg/h de la fracción condensada se devuelve como fracción de reflujo a la columna.

La alcalinidad total, es decir la concentración de hidróxido de sodio y de metilato de sodio en la fase líquida, se reduce por medio de esta medida técnica hasta por debajo de 20 % en peso, es decir que la fase líquida es diluida y las concentraciones de hidróxido de sodio y de metilato de sodio están situadas manifiestamente por debajo del respectivo límite de solubilidad. Esto es válido en particular para el hidróxido de sodio, puesto que mediante el agua devuelta se aumenta manifiestamente la proporción de agua en la fase líquida. El hidróxido de sodio permanece por consiguiente en solución. Por lo tanto, no se puede observar ninguna precipitación de materiales sólidos en la columna de reacción.

Ejemplo 1.2 (que no es conforme al invento):

En la cabeza de una columna de reacción que tiene 9 metros de altura, está equipada con 40 platos de campanas y con un diámetro interno de 80 mm se calientan a aproximadamente 60°C 0,55 kg/h de una solución acuosa al 50 % de hidróxido de sodio y se aportan al plato más superior. La columna de reacción está equipada con un sistema de calefacción eléctrica de compensación, que abarca en cada caso 10 platos, con el fin de reducir al mínimo las pérdidas de calor hacia el entorno. La temperatura del sistema de calefacción de compensación se regula en cada caso a la temperatura interna del plato central del respectivo tramo. La columna se hace funcionar sin fracción de reflujo, además ella se hace funcionar a la presión del entorno. Entre el evaporador y el plato más inferior de esta columna de reacción se conducen a la columna de reacción 8,74 kg/h de metanol en forma de vapor con un

contenido de agua de 400 ppm (m/m) y con una temperatura de aproximadamente 70°C, el cual sube en contracorriente con respecto a la fase líquida en la columna.

5 Del evaporador de la columna de reacción se saca una corriente de productos de 1,27 kg/h, que se compone de una solución al 30 % de metilato de sodio en metanol y cuya concentración de agua y de hidróxido de sodio que no ha reaccionado - calculado como hidróxido de sodio - en suma está situada en 0,15 % en peso. La temperatura en la cabeza de la columna está situada en 75°C. Allí resulta una cantidad de fracción condensada de 8,01 kg, que se compone de metanol puro con una proporción de agua de 5 %.

10 La alcalinidad total, es decir la concentración de hidróxido de sodio y de metilato de sodio en la fase líquida, está situada manifiestamente por encima de 30 % en peso. La concentración de hidróxido de sodio en la parte superior de la columna es manifiestamente más alta y la concentración de agua es manifiestamente más pequeña que en el Ejemplo 1.1. En los platos superiores de la columna se observa una precipitación de materiales sólidos.

2. Procedimiento semicontinuo

15 Un equipo de destilación de laboratorio es constituido de la siguiente manera: Un matraz de múltiples bocas es equipado con dos virolas de columna, que están unidas a través de una pieza intermedia para la incorporación de un puesto de medición de temperaturas, así como con un sistema de agitación, un termómetro y un sistema de dosificación en el sumidero. Como virolas de columna se pueden utilizar facultativamente columnas de platos o de empaquetaduras, es asimismo posible emplear diferentes tipos de columna por encima y por debajo del puesto de medición de la temperatura. La columna está equipada con un divisor de la fracción de reflujo. Para la comprobación de la formación de materiales sólidos se emplea preferiblemente una columna de platos de campanas hechos de vidrio. La cabeza de la columna de destilación está equipada con un refrigerante, un divisor de la fracción de reflujo y un sistema de dosificación en la cabeza. Las corrientes afluentes en el sumidero o en la cabeza se pueden calentar facultativamente.

Ejemplo 2.1 (conforme al invento)

25 Como columna de reacción se escoge la siguiente estructura: Por debajo del puesto de medición de la temperatura se emplea una virola de columna con una empaquetadura de lana de acero (20 cm) y por encima una columna de platos de campana con 9 platos. Ambas columnas tienen un diámetro de 29 mm. El equipo es cargado con 720 g de metanol, que es calentado hasta ebullición. El divisor de la fracción de reflujo es ajustado a una relación de reflujo de 0,16 de manera tal que se obtienen 300 g de fracción destilada por hora. Por la cabeza de la columna de reacción se añade dosificadamente con una dosificación de 13 g/h una solución acuosa al 50 % de hidróxido de sodio. A través de la dosificación en el sumidero se añaden dosificadamente 290 g/h de metanol. No se puede observar ninguna precipitación de materiales sólidos.

35 Después de 6 horas está terminada la dosificación de la solución de hidróxido de sodio en la cabeza. Durante 30 minutos adicionales se añade dosificadamente metanol por el sumidero de la columna y se sigue destilando con una disminución constante de la fracción condensada. Se obtienen después de 6,5 horas 697 g de una solución al 10 % de metilato de sodio en metanol, que tiene una concentración de agua y de hidróxido de sodio que no ha reaccionado - calculada como hidróxido de sodio - en suma de 0,75 % en peso.

Ejemplo 2.2 (que no es conforme al invento):

40 Como columna de reacción se utiliza el equipo descrito en el ejemplo 2.1. El equipo es cargado con 720 g de metanol, que se calienta hasta ebullición, de manera tal que se obtienen 460 g de una fracción destilada por h. En la cabeza de la columna de reacción se añade dosificadamente una solución acuosa al 50 % de hidróxido de sodio con una dosificación de 20 g/h. El equipo se hace funcionar sin fracción de reflujo. Después de aproximadamente 1 hora se observa una manifiesta deposición de materiales sólidos en los 3 platos más superiores de la columna de platos de campanas.

45 Después de 6 horas se termina la adición dosificada de la solución de hidróxido de sodio por la cabeza. Durante 30 minutos adicionales se añade dosificadamente metanol por el sumidero de la columna y se sigue destilando con una disminución constante de la fracción condensada. Se obtienen después de 6,5 horas 582 g de una solución al 13 % de metilato de sodio en metanol, que tiene una concentración de agua y de hidróxido de sodio que no ha reaccionado - calculada como hidróxido de sodio - en suma de 0,57 % en peso.

Ejemplo 2.3 (conforme al invento):

50 Como columna de reacción se utiliza el equipo descrito dentro del Ejemplo 2.1. El equipo se carga con 720 g de metanol, que se calienta hasta ebullición. El divisor de la fracción de reflujo se ajusta a una relación de reflujo de 0,16, de manera tal que se obtienen aproximadamente 460 g de fracción destilada por h. En la cabeza de la columna de reacción se añade dosificadamente una solución acuosa al 50 % de hidróxido con una dosificación de 20 g/h. No se observa ninguna precipitación de materiales sólidos.

5 Después de 6 horas se termina la adición dosificada de la solución de hidróxido de sodio por la cabeza de la columna. Durante otros 30 minutos adicionales se añade metanol por el sumidero de la columna y se sigue destilando con una disminución constante de la fracción condensada. Después de 6,5 horas se obtienen 814 g de una solución al 11 % de metilato de sodio en metanol, que tiene una concentración de agua y de hidróxido de sodio que no ha reaccionado - calculada como hidróxido de sodio - en suma de 0,57 % en peso.

Método de análisis:

10 La determinación de la concentración de agua y del hidróxido de metal alcalino que no reaccionado se efectúa mediante un sistema modificado de valoración de Karl Fischer, tal como se emplea usualmente para la determinación de contenidos de agua. En este caso, el agua y el hidróxido de metal alcalino se detectan en común como un parámetro de suma. La indicación del correspondiente contenido se efectúa en % en peso - calculado como hidróxido de metal alcalino -.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de una solución alcohólica de un alcoholato de un metal alcalino a partir de un hidróxido de un metal alcalino y de un alcohol en una columna de reacción, siendo conducidos en contracorriente el alcohol y el hidróxido de metal alcalino,
5 caracterizado porque se ajusta una relación de reflujo de por lo menos 0,05 en la columna de reacción y como alcoholes se emplean alcoholes alifáticos con 1 a 5 átomos de carbono:
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
10 caracterizado porque el agua en la fracción condensada y/o en la fracción de reflujo de la columna de reacción no es separada antes de la devolución como fracción de reflujo a la columna de reacción.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2,
15 caracterizado porque el hidróxido de metal alcalino se emplea en forma de una solución acuosa, alcohólica, o de una solución acuosa que contiene el alcohol empleado como otro disolvente adicional.
4. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 hasta 3,
20 caracterizado porque la solución del hidróxido de metal alcalino se aporta por la cabeza de la columna de reacción.
5. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 hasta 4,
25 caracterizado porque el alcohol se aporta en forma gaseosa a por lo menos veinte platos por debajo del sitio de afluencia de la solución del hidróxido de metal alcalino.
6. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 hasta 5,
30 caracterizado porque la fracción destilada que no se devuelve a la columna de reacción, es separada en una etapa de procedimiento adicional en agua y en el alcohol, y este alcohol es devuelto a la columna de reacción.
7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6,
35 caracterizado porque el alcohol añadido dosificadamente a la columna de reacción tiene un contenido medio de agua de 200 a 450 ppm (m/m).
8. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 hasta 7,
40 caracterizado porque como alcohol se emplea metanol.
9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8,
45 caracterizado porque la fracción destilada de la columna de reacción es sometida a tratamiento en una columna de rectificación.
10. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9,
50 caracterizado porque la columna de rectificación tiene una presión más alta que la columna de reacción.
11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10,
55 caracterizado porque la fracción destilada, que no se devuelve a la columna de reacción, es separada en otra etapa de procedimiento adicional en agua y metanol, siendo conducida esta fracción destilada a través de un compresor de vapores de destilación a la columna de rectificación.
12. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9,
60 caracterizado porque la columna de reacción tiene una presión más alta que la columna de rectificación.
13. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12,
65 caracterizado porque el metanol después de la separación del agua en una columna de rectificación es devuelto de nuevo a la columna de reacción a través de un compresor de los vapores de destilación.

14. Procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 9 hasta 13, caracterizado porque la adición del alcohol fresco se efectúa en el condensador o en el recipiente para la fracción condensada que está situado junto a la columna de rectificación.

Fig. 1



