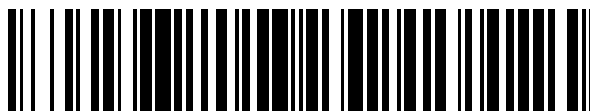


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 560 453**

51 Int. Cl.:

C07C 45/82 (2006.01)

C07C 47/21 (2006.01)

B01D 3/14 (2006.01)

C07C 45/83 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.06.2008** **E 08760728 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.11.2015** **EP 2162418**

54 Título: **Proceso continuo para preparar neral en forma pura**

30 Prioridad:

26.06.2007 EP 07111080

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

19.02.2016

73 Titular/es:

BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es:

HEYDRICH, GUNNAR;
KASHANI-SHIRAZI, NAWID;
JÄKEL, CHRISTOPH y
SCHMIDT-LEITHOFF, JOACHIM

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 560 453 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

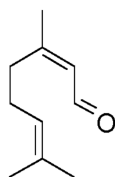
Proceso continuo para preparar neral en forma pura

- La presente invención se refiere a un proceso continuo para la preparación de neral (cis-citral) en forma pura mediante la separación por destilación de neral a partir de mezclas de sustancias que contienen esencialmente neral y geranial (trans-citral). En este caso la separación por destilación se efectúa en una columna de pared divisoria o en una interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico.
- El citral (3,7-dimetil-octa-2,6-dienal) representa un producto químico aromático importante así como una materia prima y un producto intermedio para la preparación de una amplia gama de sustancias valiosas y principios activos. En este caso es particularmente significativo que el citral es un aldehído α,β -insaturado, el cual es atractivo en calidad de elemento componente de síntesis, por un lado, aunque también tiende a generar reacciones secundarias, por ejemplo, isomerizaciones, por otro lado, debido a su alta reactividad. El citral puede aislarse de fuentes naturales y también puede producirse de modo sintético; por ejemplo, se produce en forma de mezclas de isómeros E/Z neral y geranial. Para aplicaciones especiales en el campo de la química de las fragancias o de la síntesis, puede ser deseable poder emplear los dos isómeros de enlaces dobles mencionados en forma pura o en forma enriquecida.
- En este caso lo problemático es que los compuestos de geranial y neral que van a emplearse en su forma más pura posible difieren solamente en la configuración del enlace etilénicamente doble conjugado con el respectivo grupo aldehído y pueden transformarse el uno en el otro fácilmente por isomerización térmica de los mismos. A causa de esto, la separación eficiente de mezclas que contienen geranial y neral todavía representa un problema industrial que no ha sido solucionado de manera satisfactoria.
- La EP 1 514 955 se refiere a un proceso para el procesamiento por destilación del producto de electrólisis de la oxidación electroquímica de 1,1,2,2-tetrametoxietano con metanol para producir ortoformiato de trimetilo en un electrolito líquido, en cuyo caso se emplea una columna de pared divisoria con 30 a 150 platos teóricos.
- La DE 103 30 934 divulga un proceso para el aislamiento continuo de citronelal o citronelol a partir de al menos una mezcla de materias primas que contiene al menos uno de estos compuestos mediante rectificación. En este caso se utilizan preferentemente aquellas mezclas que se obtienen mediante la hidrogenación parcial de citral y/o citronelal. La DE 102 23 974 se refiere a un proceso para el aislamiento continuo de alcoholes estereoisoméricos de isoprenoide, especialmente neraol y geraniol, a partir de una mezcla de materias primas mediante rectificación, en cuyo caso la mezcla de materias primas se introduce lateralmente a una columna de alimentación, se provee al menos una columna de extracción acoplada a la columna de alimentación y de la columna de extracción se extrae un primer y un segundo alcohol de isoprenoide. En tal caso, las columnas de alimentación y de extracción se acoplan de tal manera que no se efectúe una mezcla cruzada de vapores y condensados al menos en la región de extracción de los alcoholes de isoprenoide.
- La DE 102 23 971 divulga un proceso para el aislamiento continuo de un aldehído α,β -insaturado, especialmente citral, de una mezcla de materias primas que los contiene mediante rectificación. En tal caso, la mezcla de materias primas se introduce lateralmente a una columna de alimentación con una sección de refuerzo colocada encima del sitio de alimentación y una sección de desgaste colocada por debajo del sitio de alimentación, una columna de combinación superior que se comunica con el extremo superior de la sección de refuerzo, que tiene condensador en el extremo superior de la columna, y una columna de combinación que se comunica con el extremo inferior de la sección de desgaste, que tiene un calefactor en el extremo inferior de la columna, y una columna de combinación que se comunica con la columna superior de combinación y con la columna inferior de combinación. El aldehído α,β -insaturado se extrae como un extracción lateral de la columna de extracción y los compuestos con puntos de ebullición bajo se extraen por la parte superior de la columna superior de combinación y los compuestos con alto punto de ebullición se extraen por el fondo de la columna inferior de combinación.
- En ninguno de los documentos mencionados se describe la separación de aldehídos estereoisoméricos α,β -insaturados. En comparación con los alcoholes estereoisoméricos α,β -insaturados, mencionados en la DE 102 23 974, éstos tienen una reactividad incrementada, especialmente una capacidad de isomerización más fácil. La DE 102 23971 tampoco divulga una separación de aldehídos estereoisoméricos α,β -insaturados, sino solamente la separación de una mezcla de cis- y trans-citral de otros compuestos químicos.
- K. Bauer et al. explican en una obra de referencia de la literatura de los aromas (K. Bauer, D. Garbe, H. Surburg: "Common Fragrance and Flavor Materials - Preparation, Properties and Uses", Fourth Completely Revised Edition, 2001, Wiley-VCH, páginas 36-38), que el citral, es decir las mezclas de neral y geranial como aldehídos α,β -insaturados, con enlace doble adicional, son muy reactivas y participan en reacciones como la ciclización y la polimerización. La separación de los isómeros cis y trans es posible mediante la formación de compuestos de adición de sulfito de hidrógeno
- Jeff Sacks et al. describen en un tratado científico acerca de la separación y el análisis de isómeros de citral (Jeff Sacks, Erin Greenley, Greg Leo, Paul Willey, David Gallis, John A. Mangravite: "Separation and Analysis of Citral

Isomers", Journal of Chemical Education, 60 (5), 1983, pp. 434 - 436) cómo se separan geranial y neral por medio de destilación por banda giratoria al vacío y en el curso de la reacción la fracción de neral en las fracciones obtenidas se hace cada vez menor frente a la de geranial.

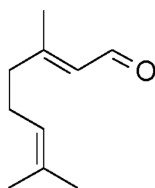
5 A partir de este estado de la técnica, un objeto de la presente invención fue proporcionar un proceso para preparar neral (cis-citral) tan puro como sea posible o enriquecido a partir de citral económicamente accesible. El proceso debe poder efectuarse con un bajo nivel de complejidad de los aparatos y de forma económica, a una escala industrial, y en tal caso principalmente solamente en muy menor medida debe conducir a la formación de productos de descomposición o productos secundarios; es decir, debe suministrar el producto deseado con alta pureza y con un rendimiento tan alto como sea posible.

10 El objeto se logra de manera sorprendente de acuerdo con la invención proporcionando un proceso continuo para la producción de neral de la fórmula (I)



(I)

15 en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso respecto de la cantidad total, mediante separación por destilación de neral a partir de mezclas de materias primas que contienen neral y geranial de la fórmula (II)



(II)

20 En cuyo caso la separación por destilación se efectúa en una columna de pared divisoria o en una interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico con 80 hasta 200 platos teóricos y uno o varios sitios laterales de extracción, a una presión absoluta de operación de 5 hasta 200 mbar, caracterizado porque se emplea una mezcla de materias primas que está compuesta en 30 hasta 70% en peso de neral, en 70 hasta 30 % en peso de geranial y en 0 hasta 5 % en peso de otros componentes, en cuyo caso los datos porcentuales suman 100 % en peso.

25 Como materias primas para realizar el proceso de la invención son adecuadas mezclas de sustancias que contienen neral y geranial, preferiblemente aquellas que están compuestas principalmente de los isómeros de enlace doble neral y geranial. Entre estos se prefieren aquellas mezclas de sustancias que contienen 90 % en peso hasta 100 % en peso, particularmente preferible 95 hasta 98 % en peso (cada caso respecto de la cantidad total de la mezcla respectiva de sustancias) de geranial y de neral, o compuestas de los mismos en las fracciones mencionadas y además pueden contener en pequeña medida, es decir en una fracción de hasta 10% en peso, preferiblemente hasta 5 % en peso (cada caso respecto de la cantidad total de la respectiva mezcla de sustancias) todavía otros componentes como, por ejemplo, isómeros, subproductos o impurezas. Una materia prima preferida es neral
30 preparado sintéticamente, principalmente a que el que ha sido obtenido por disociación térmica de 3-metil-2-buten-1-al-diprenilacetel con segregación de prenol para obtener cis/trans-prenil-(3-metil-butadienil)-éter, traslado de Claisen del mismo para producir 2,4,4-trimetil-3-formil-1,5-hexadieno y traslado a continuación de Cope del mismo, tal como se describe, por ejemplo, en la EP 0 992 477. Ésta contiene a manera de ejemplo aproximadamente 45 hasta
35 aproximadamente 55 % en peso de neral junto con aproximadamente 55 hasta aproximadamente 45% en peso y aproximadamente 1 hasta 5% en peso de otros compuestos o impurezas.

40 En el contexto del proceso según la invención se emplea una mezcla de sustancias que contiene 30 hasta 70 % en peso, preferiblemente 40 hasta 60 % en peso de neral, 70 hasta 30 % en peso, preferiblemente 60 hasta 40 % en peso de geranial y 0 hasta 5% en peso de otros componentes, en cuyo caso los datos porcentuales suman 100% en peso.

45 La separación por destilación según la invención se realiza habitualmente de tal manera que la mezcla utilizada de sustancias que contiene neral y geranial se separa respectivamente en una o varias fracciones con punto bajo de ebullición, una o varias fracciones con punto medio de ebullición y una o varias fracciones con punto alto de ebullición, y el neral se extrae en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso respecto de la cantidad total, como una fracción de punto medio de ebullición en el sitio lateral de extracción de la columna de

pared divisoria empleada o de la interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico, en forma líquida o gaseosa.

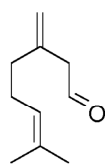
Por consiguiente, el proceso de la invención también es un proceso continuo para aislar neral, preferiblemente un proceso continuo para aislar neral en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso respecto de la cantidad total, mediante separación por destilación de neral a partir de mezclas de sustancias que contienen neral y geranial, en cuyo caso la separación por destilación se efectúa en una columna de pared divisoria o en una interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico con 80 hasta 200 platos teóricos y uno o varios sitios laterales de extracción a una presión absoluta de operación, es decir a una presión absoluta en la columna de pared divisoria o en la interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico, de 5 hasta 200 mbar, preferiblemente de 5 hasta 100 mbar.

La columna de pared divisoria por la interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico, que se utilizan de acuerdo con la invención, tienen 80 hasta 200, preferiblemente 100 hasta 180 platos teóricos y una o varias, preferiblemente 1 hasta 5, particularmente preferible 1 hasta 3 y muy particularmente preferible 1 o 2 sitios laterales de extracción. De acuerdo con la invención se prefiere la utilización de una columna de pared divisoria tal como se ha descrito previamente.

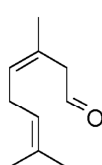
El proceso de la invención se realiza a una presión absoluta de operación, en la columna de pared divisoria o en la interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico, de 5 hasta 200 mbar, preferiblemente de 5 hasta 100 mbar, particularmente preferible de 5 hasta 70 mbar, muy particularmente preferible de 10 hasta 50 mbar y principalmente preferible de 10 hasta 40 mbar. La columna de pared divisoria o la interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico se accionan preferiblemente de modo que la presión absoluta a la cabeza sea de 10 hasta 50 mbar, preferiblemente de 10 hasta 40 mbar. Asimismo, la columna de pared divisoria o la interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico se accionan de tal modo que la presión absoluta del fondo sea de 5 hasta 200 mbar, preferiblemente de 10 hasta 100 y particularmente preferible de 20 hasta 50 mbar.

Durante la realización del proceso de la invención, la proporción de reflujo puede variar dentro de límites amplios y habitualmente se encuentra en aproximadamente 5 a 1 hasta aproximadamente 2000 a 1, preferiblemente en 20 a 1 hasta 1000 a 1. También es ventajoso un procedimiento con deflegmador, es decir que en el condensador de la cabeza de la columna solamente se condensa el reflujo y se introduce nuevamente a la columna. En un caso de condensación parcial, energéticamente favorable de este tipo, el producto que se descarga de la cabeza se produce exclusivamente en el enfriador ubicado a continuación, el cual puede accionarse a temperatura más baja.

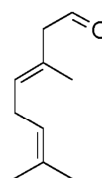
Por el término neral en forma enriquecida se entienden mezclas de sustancias con neral, las cuales presentan un alto contenido de neral, más elevado que la mezcla de sustancias que contienen neral o geranial y que se emplean según la invención. Por el término neral en forma enriquecida se entiende preferiblemente que tiene una pureza, es decir un contenido de neral de 80 hasta 95 % en peso, preferiblemente de 85 hasta 95 % en peso y muy particularmente preferible de 90 hasta 95 % en peso (cada caso respecto de la cantidad total). El proceso de la invención también permite la preparación de neral (cis-citral) en forma pura. Por el término neral en forma pura se entiende neral con un contenido mayor o igual a 95, 96 o 97 % en peso, preferiblemente mayor o igual a 98 % en peso y particularmente preferible de 98 hasta 99,5 % en peso. De manera principalmente preferida, por el término neral en forma pura se entiende aquel neral que tiene un contenido de geranial de hasta 1 % en peso preferiblemente de 0,05 hasta 0,5 % en peso y particularmente preferible de 0,1 hasta 0,3 % en peso. Asimismo, el neral en forma pura, accesible según la invención, tiene preferiblemente un contenido de isocitrales de las fórmulas (III), (IV) y (V)



(III)



(IV)



(V)

de hasta 2 % en peso, preferiblemente de 0,1 hasta 1 % en peso, en cuyo caso todos los datos en el contexto de la presente invención se refieren a la cantidad total de las mezclas respectivas de sustancias.

La alimentación, es decir la mezcla de sustancias que va emplearse, puede introducirse en forma líquida o gaseosa a la columna de pared divisoria o a la interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico, preferiblemente a la columna de pared divisoria, y allí se separan las sustancias en una fracción de cabeza y de fondo, así como en uno o varias, preferiblemente en varias corrientes de salida lateral, tal como se ha descrito previamente. En una corriente de salida lateral se produce el producto de valor neral con la pureza deseada. En una modalidad particular, al condensador de la cabeza de la columna se conecta a continuación un condensador

posterior que se enfría con líquido refrigerante (por ejemplo salmuera), en donde se obtiene además una fracción de sustancias con puntos bajos de ebullición, pobre en neral.

Para la separación continua mediante destilación de mezclas multi-componentes, de acuerdo con el Estado de la técnica se utilizan numerosas variantes de proceso. En el caso más simple, la mezcla de alimentación se divide en dos fracciones, una fracción de la cabeza (superior) con puntos bajos de ebullición, y una fracción del fondo (inferior) con puntos altos de ebullición. En la separación de mezclas de alimentación en más de dos fracciones, de acuerdo con esta variante de proceso tienen que emplearse varias columnas de destilación. A fin de limitar la complejidad de los aparatos, en la separación de mezclas multi-componentes en lo posible se emplean columnas con extracciones laterales líquidas o en forma de vapor. Sin embargo, la posibilidad de aplicación de columnas de destilación con extracciones laterales se ve seriamente limitada porque los productos extraídos de los sitios laterales de extracción nunca son completamente puros. En el caso de extracciones laterales en la sección de refuerzo, que habitualmente se efectúan en forma líquida, el producto lateral contiene todavía fracciones de componentes con puntos bajos de ebullición que deben ser separados por la cabeza. Lo correspondiente se aplica para extracciones laterales en la sección de desgaste, las cuales se efectúan en forma de vapor, en las cuales el producto lateral presenta todavía fracciones con puntos altos de ebullición. Por lo tanto, la utilización de columnas convencionales de extracción lateral se limita a casos en los cuales se permitan productos laterales con impurezas.

Las columnas de pared divisoria ofrecen una posibilidad para remediar esta situación. Este tipo de columnas está descrito, por ejemplo, en US 2,471,134; US 4,230,533; EP 0 122 367; EP 0 126 288; EP 0 133 510; Chem. Eng. Technol. 10 (1987) 92 - 98; Chem.-Ing.-tech. 61 (1989) No.1, 16- 25; Gas Separation and Purification 4 (1990) 109 - 114; Process Engineering 2 (1993) 33 - 34; Trans IChemE 72 (1994) Part A 639 - 644 y Chemical Engineering 7 (1997) 72 - 76.

En el caso de este diseño también es posible extraer productos laterales en forma pura. En la región media, por encima y por debajo del sitio de alimentación y de la extracción lateral se monta una pared divisoria que sella la sección de alimentación de la sección de extracción e impide en esta sección de la columna una mezcla cruzada de las corrientes del líquido y de vapor. De esta manera, al separar mezclas multi-componentes se reduce la cantidad de las columnas de destilación requeridas en total. Puesto que este tipo de columna constituye una simplificación del aparato de columnas de destilación térmicamente acopladas, este tiene además un consumo particularmente bajo de energía. En las referencias arriba mencionadas de la bibliografía especializada también puede encontrarse una descripción de columnas de destilación térmicamente acopladas que pueden diseñarse en diversas configuraciones de aparatos. Las columnas de paredes divisorias y las columnas térmicamente acopladas ofrecen ventajas en comparación con la instalación de columnas convencionales de destilación en cuanto a la demanda de energía y en cuanto a los costes de inversión y por lo tanto se emplean a nivel industrial cada vez más.

La figura 1 muestra esquemáticamente una modalidad preferida de la separación según la invención de la mezcla de sustancias a utilizar que contiene neral y geranial, para obtener una fracción de cabeza (j) pobre en neral, una fracción lateral (f) rica en neral y una fracción de fondo (g) pobre en neral. La alimentación que contienen neral y geranial puede hacerse a la columna de pared divisoria en forma de líquido (b), de gas (c) o en forma de gas y del líquido.

La figura 2 muestra un esquema de una modalidad particularmente preferida del proceso de la invención para preparar neral en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso respecto de la cantidad total, en la cual, adicionalmente a las características mencionadas para la figura 1, incluyendo la extracción lateral (f), están provistos sitios de extracción lateral (n) y (o).

El proceso de la invención se realiza de manera continua. Por consiguiente, las mezclas de sustancias que contienen neral y geranial que van a utilizarse como material inicial se introducen continuamente a la columna de pared divisoria o a la interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico y se descargan continuamente los productos (fracciones) y los subproductos obtenidos según la invención.

Habitualmente, a la columna se conecta a continuación otro condensador cuya temperatura de operación se encuentra 10 hasta 40 K, preferiblemente de 20 hasta 30 K por debajo de la temperatura de operación del condensador de cabeza de la columna de pared divisoria. Con su ayuda, puede condensarse una mayoría de los productos con punto bajo de ebullición que estén presentes todavía en la corriente de cabeza (k).

Las columnas de pared divisoria también pueden reemplazarse respectivamente por dos columnas acopladas térmicamente. Esto es ventajoso ante todo cuando las columnas ya están presentes o las columnas deben operarse a diversas presiones. En el caso de columnas térmicamente acopladas puede ser de ventaja evaporar parcial o completamente la corriente de fondo de la primera columna en un evaporador adicional y luego introducir a la segunda columna. Esta evaporación previa se ofrece principalmente cuando la corriente de fondo de la primera columna contiene cantidades mayores de compuestos con puntos medios de ebullición. En este caso, la evaporación previa puede efectuarse a un nivel de temperatura más bajo y puede descargarse el evaporador de la segunda columna. Además, mediante esta medida es posible descargar sustancialmente la sección de desgaste de

la segunda columna. La corriente evaporada previamente puede alimentarse en este caso a la segunda columna en forma de dos fases o en forma de dos corrientes separadas.

Además, tanto en el caso de las columnas de pared divisoria como en el caso de las columnas acopladas térmicamente, puede ser ventajoso someter la corriente de alimentación a una evaporación preliminar y después introducirla a la columna en forma de dos fases o en forma de dos corrientes. Esta evaporación previa se ofrece particularmente cuando la corriente de alimentación contiene cantidades mayores de sustancias con puntos altos de ebullición. Mediante la evaporación previa, la zona de desgaste de la columna se descarga de manera esencial.

Las columnas de pared divisoria y las columnas acopladas térmicamente pueden diseñarse como columnas empacadas con empaques aleatorios, o empaques estructurados, o bien como columnas de platos. En el proceso de la invención, para la preparación de neral en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso respecto de la cantidad total, se emplean preferiblemente columnas empacadas. En tal caso son particularmente adecuados empaques estructurados de lámina metálica o de tejido con un área superficial específica aproximada de 100 hasta 750 m²/m³, preferiblemente alrededor de 350 hasta 500 m²/m³.

Sí, como en el caso de la presente invención, se plantean exigencias particularmente elevadas en relación con la pureza de los productos, es favorable equipar a la pared divisoria con un aislamiento térmico. Una descripción de las diferentes posibilidades del aislamiento térmico de la pared divisoria se encuentra en EP-A 0 640 367. Un diseño de pared doble con espacio de gas estrecho intermedio es particularmente favorable.

Para regular las columnas de pared divisoria y las columnas térmicamente acopladas se han descrito diversas estrategias de regulación. Las descripciones se encuentran en US 4,230,533; DE 35 22 234 ; EP 0 780 147; Process Engineering 2 (1993) 33 - 34 e Ind. Eng. Chem. Res. 34 (1995), 2094 - 2103.

Al separar mezclas multi-componentes en fracciones de compuestos con puntos bajos de ebullición, con puntos medios de ebullición y con puntos altos de ebullición, usualmente existen especificaciones con relación a la proporción máxima permisible de compuestos con puntos bajos de ebullición y compuestos con punto alto de ebullición en la fracción de compuestos con puntos medios de ebullición. En este caso, se especifican individualmente componentes críticos para el problema de separación, los llamados componentes clave, o la suma de varios componentes clave. En el contexto de la presente invención estos componentes claves son geranial como el componente secundario con alto punto de ebullición, e iso-citral o una mezcla de iso- citrales isoméricos, como el componente secundario con punto bajo de ebullición.

El cumplimiento con la especificación para los componentes con alto punto de ebullición en la fracción de componentes de punto de ebullición medio puede regularse, por ejemplo, a través de la proporción de división del líquido en el extremo superior de la pared divisoria. La proporción de división del líquido en el extremo superior de la pared divisoria se ajusta de preferencia de tal manera que la concentración de los componentes clave para la fracción de componentes de alto punto de ebullición en el líquido en el extremo superior de la pared divisoria constituya 10 hasta 80%, preferentemente 30 hasta 50%, del valor que debe lograrse en el producto de extracción lateral. La división del líquido se ajusta preferentemente de tal modo que en el caso de contenidos más elevados de componentes clave de la fracción de componentes con alto punto de ebullición se conduzca más líquido a la sección de alimentación y menos en el caso de contenidos más bajos de componentes clave de la fracción de componentes con alto punto de ebullición.

Por consiguiente, la especificación para los componentes con puntos bajos de ebullición en la fracción de componentes con punto medio de ebullición puede regularse por medio de la capacidad calorífica. En este caso, por ejemplo, la capacidad calorífica en el evaporador se ajusta de tal manera que la concentración de componentes clave de la fracción de compuestos con bajo punto de ebullición en el líquido en el extremo inferior de la pared divisoria constituya 10 hasta 80, de preferencia 30 hasta 50% del valor que debe lograrse en el producto de extracción lateral. La capacidad calorífica se ajusta de preferencia de tal manera que a un contenido más alto de componentes clave de la fracción con punto bajo de ebullición se incremente la capacidad calorífica y a un contenido más bajo de componentes clave de la fracción con punto bajo de ebullición disminuye la capacidad calorífica.

Para compensar las perturbaciones en la cantidad de alimentación por la concentración de alimentación se ha encontrado adicionalmente que era ventajoso asegurar por medio de un mecanismo de regulación apropiado (por ejemplo, por medio de reglamentos de regulación en el sistema de control del proceso) que los caudales de alimentación de los líquidos a las secciones de la columna (2) es decir a la sección de refuerzo de la sección de alimentación, y (5), es decir la sección de desgaste de la sección de extracción, no puedan bajar de 30% de su valor normal.

Para extracción y división de los líquidos en el extremo superior de la pared divisoria y en el o en los sitios de extracción lateral son adecuados los espacios de recolección para el líquido, ubicados tanto internamente como externamente con relación a la columna, los cuales asumen la función de un reservorio de bomba o que aseguran una presión del líquido estática suficientemente elevada que permite seguir conduciendo el líquido regulado por

unidades de control, por ejemplo válvulas. Al utilizar columnas empacadas se captura el líquido primero en colectores y de allí se conduce a un espacio de recolección interno o externo.

En lugar de una columna de pared divisoria, la cual se prefiere con relación a los costes de inversión en el caso de una nueva construcción, también es posible conectar dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico de manera que correspondan a una columna de pared divisoria en relación a la demanda de energía. En caso de disponibilidad de columnas existentes, pueden ser una alternativa viable a las columnas de pared divisoria. Las formas adecuadas de conexión pueden seleccionarse dependiendo del número de platos de las columnas disponibles.

Si en el contexto de esta modalidad del proceso de la invención se emplean dos columnas de destilación en una interconexión en forma de un acoplamiento térmico, se ha encontrado ventajoso equipar ambas columnas de destilación térmicamente acopladas de esta manera con un evaporador propio y un condensador. Además, las dos columnas térmicamente acopladas pueden accionarse a presiones diferentes y solamente líquidos pueden transportarse en las corrientes de conexión entre las dos columnas. En el contexto de una modalidad preferida, la corriente del fondo de la primera columna se evapora parcial o totalmente en un evaporador adicional y después se alimenta a la segunda columna en forma bifásica o en forma de una corriente gaseosa y de una corriente líquida.

En el contexto de una modalidad particularmente preferida, el proceso de la invención se realiza en una planta tal como se muestra esquemáticamente en la figura 1. La modalidad preferida se caracteriza porque se utiliza una columna de pared divisoria (TK), la cual tiene una pared divisoria (T) en dirección longitudinal de la columna para formar una región superior común de la columna (1), una región inferior común de la columna (6), una sección de alimentación (2, 4) con una sección de refuerzo (2) y una sección de desgaste (4) así como una sección de extracción (3, 5) con sección de desgaste (3) y sección de refuerzo (5).

La mezcla de sustancias (a) que contiene neral y geranial, la cual sirve como sustancia de partida, se introduce preferentemente de acuerdo con la invención a la zona media de la sección de alimentación (2, 4), se obtiene neral en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso respecto de la cantidad total, en calidad de extracción lateral (f) de la zona media de la sección de extracción (3, 5) y se retiran una o varias fracciones con puntos bajos de ebullición de la región superior común de columna (1) y una o varias fracciones de componentes con alto punto de ebullición de la región inferior común de la columna (6).

La corriente de alimentación (a) puede introducirse a la columna (TK) a través de un precalentador (VH) como una corriente líquida (b), una corriente gaseosa (c) o una corriente parcialmente líquida y parcialmente gaseosa. La corriente de cabeza de la columna se condensa completa o parcialmente en el condensador (K). En el caso de condensación parcial (operación de deflegmador), la corriente de gas de salida (k) del condensador de la cabeza (K) habitualmente todavía contienen cantidades notables de elementos condensables con puntos bajos de ebullición que pueden condensarse luego en un condensador posterior accionado a temperatura inferior.

El producto de cabeza condensado en el condensador (K) puede regularse en el recipiente del destilado (DB) y reciclarse a la columna a través de la bomba de reflujo (RP) como reflujo de columna (i). Por demanda, a partir de esto también puede obtenerse una fracción de destilado (j). En el caso de la integración del condensador en la cabeza de la columna puede prescindirse del recipiente de destilado (DB) y de la bomba de reflujo (RP).

La corriente de fondo se alimenta de manera provechosa través de una bomba de circulación (UP) hacia el evaporador de fondo (SV), el cual se configura preferiblemente como evaporador de película descendente. La descarga del fondo (g) de la columna (TK) también puede retirarse de esta corriente de circulación bombeada.

El producto de valor, neral en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso respecto de la cantidad total, se extrae preferentemente como una extracción lateral líquida, corriente (f), de la sección de extracción de la columna de pared divisoria (TK). También es posible retirar por demanda la corriente de producto de valor (f) como una extracción gaseosa, pero en tal caso habitualmente se requiere otro condensador.

La zona parcial superior común (1) de la columna tiene habitualmente 5 hasta 50%, la sección de refuerzo (2) de la sección de alimentación de la columna 5 hasta 50%, la sección de desgaste (4) de la sección de alimentación de la columna 2 hasta 50%, la sección de desgaste (2) de la sección de extracción de la columna 5 hasta 50%, la sección de refuerzo (5) de la sección de extracción 2 hasta 50%, y la sección inferior común (6) de la columna 5 hasta 50% de la cantidad total de los platos teóricos de la columna, en cuyo caso los datos porcentuales elegidos suman 100%.

De preferencia, la zona parcial superior común (1) de la columna tiene 10 hasta 25%, la sección de refuerzo (2) de la sección de alimentación de la columna 15 hasta 30%, la sección de desgaste (4) de la sección de alimentación de la columna 5 hasta 20%, la sección de desgaste (3) de la sección de extracción de la columna 15 hasta 30%, la sección de refuerzo (5) de la sección de extracción 5 hasta 20%, y la sección inferior común (6) de la columna 10 hasta 25% de la cantidad total de platos teóricos de la columna, en cuyo caso los datos porcentuales elegidos suman 100%.

La suma del número de platos teóricos de las zonas de parciales (2) y (4) en la sección de alimentación es preferiblemente de 80 hasta 110%, particularmente preferible de 95 hasta 105% de la suma de la cantidad de platos teóricos de las zonas parciales (3) y (5) en la sección de extracción.

- 5 De manera ventajosa, el sitio de alimentación y el sitio de extracción lateral, con relación a la posición de los platos teóricos, están colocados a alturas diferentes en la columna y el sitio de alimentación se coloca de 1 a 50 platos teóricos, de preferencia de 30 a 45 platos teóricos, más arriba o más abajo que el sitio de extracción lateral.

- 10 Además, ha demostrado ser ventajoso que la zona parcial de la columna dividida por la pared divisoria, que consiste en las zonas parciales (2), (3), (4) y (5) o secciones de la misma, esté equipada con empaques estructurados o empaques aleatorios (preferentemente empaques de tejido tales como Montz A3-500, Sulzer BX o CY). Además, ha demostrado ser ventajoso cuando la pared divisoria está configurada con aislamiento térmico en esas zonas parciales.

- 15 La corriente de vapor en el extremo inferior de la pared divisoria puede ajustarse por medio de la selección y del dimensionamiento de las partes internas de separación y/o la incorporación de dispositivos que generan una caída de la presión, por ejemplo placas perforadas, de tal manera que la proporción entre la corriente de vapor en la sección de alimentación y la corriente de vapor de la sección de extracción sea de 0,8 hasta 1,2, de preferencia 0,9 hasta 1,1.

- 20 El líquido que sale de la zona parcial superior común (1) de la columna se recoge ventajosamente en un espacio de recolección colocado dentro de la columna o fuera de la columna y se divide de manera controlada por un ajuste fijo o regulación en el extremo superior de la pared divisoria, de tal modo que la proporción entre la corriente del líquido en la sección de alimentación a la corriente del líquido de la sección de extracción sea de 0,1 hasta 2,0 en caso de alimentación principalmente líquida y de 1,0 hasta 2 en caso de alimentación gaseosa. En este caso, de acuerdo con la invención se prefiere la alimentación gaseosa.

- 25 El líquido que sale de la zona parcial superior común (1) hacia la sección de alimentación puede transportarse por medio de una bomba, o puede introducirse bajo control cuantitativo por una altura de alimentación estática de al menos 1 m, de preferencia mediante regulación de cascada en combinación con el control de nivel del líquido del espacio de recolección. El control se ajusta preferiblemente de tal modo que la cantidad de líquido que se introduce a la sección de alimentación no pueda caer por debajo del 30% del valor normal deseado. Además, la división del líquido que sale de la zona parcial (3) en la sección de extracción de la columna hacia la extracción lateral y a la zona parcial (5) en la sección de extracción de la columna se ajusta ventajosamente mediante un control de modo que la cantidad del líquido aplicada a la zona parcial (5) no pueda caer por debajo de una altura del 30% del valor normal deseado. El valor normal debe considerarse en ventajosamente entre 2 y 4 veces la cantidad, respecto de la cantidad de alimentación de la mezcla de geranial/neral.

- 35 La columna de pared divisoria tiene preferentemente en el extremo superior y en el extremo inferior de la pared divisoria posibilidades de toma de muestras para tomar muestras líquidas o gaseosas de la columna, de manera continua o a intervalos de tiempo, y pueden ser analizadas con relación a su composición, preferiblemente mediante cromatografía de gases.

- 40 La proporción de división del líquido en el extremo superior de la pared divisoria se ajusta preferiblemente de manera que la concentración de aquellos componentes de la fracción con puntos altos de ebullición, para los cuales debe lograrse un valor límite determinado para la concentración en la extracción lateral (especialmente geranial) en el líquido en el extremo superior de la pared divisoria constituya 10% a 80%, de preferencia 30% a 50% del valor que debe lograrse en el producto de extracción lateral. La división del líquido debe ajustarse preferiblemente de tal manera que se conduzca más líquido hacia la sección de alimentación en el caso de contenidos más altos de componentes de la fracción con punto alto de ebullición y menos líquido en el caso de contenidos menores de componentes de la fracción con punto alto de ebullición.

- 45 La capacidad calorífica en el evaporador (SV) se ajusta preferiblemente de manera que la concentración de aquellos componentes de la fracción con punto bajo de ebullición, para los cuales debe lograrse un valor límite determinado en la extracción lateral (especialmente iso-citral) para la concentración, en el extremo más bajo de la pared divisoria constituya 10% a 80%, preferiblemente 30 hasta 50% del valor que debe lograrse en el producto de extracción lateral. La capacidad calorífica se ajusta de preferencia de modo que la misma se incremente en el caso de un contenido más alto de componentes de la fracción con punto bajo de ebullición, y la capacidad calorífica se reduce en el caso de un contenido más bajo de componentes de la fracción con punto bajo de ebullición.

- 55 El retiro del destilado, es decir el retiro de los subproductos con puntos bajos de ebullición se efectúa preferiblemente con control de temperatura. Como temperatura de control se utiliza ventajosamente un punto de medición en la zona parcial (1) de la columna que está ubicado de 3 a 8 platos teóricos, preferentemente de 4 a 6 platos teóricos por debajo del extremo superior de la columna.

La extracción del producto del fondo se efectúa preferiblemente con control de la cantidad, preferiblemente dependiendo de la cantidad de alimentación.

- 5 La extracción del producto de proceso obtenido como producto lateral, neral en forma pura, con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso respecto de la cantidad total, se efectúa preferiblemente con control del nivel, en cuyo caso en calidad de magnitud de control se utiliza preferiblemente el nivel del líquido en el fondo de la columna.

La corriente de alimentación (a) preferiblemente se evapora parcial o completamente y se introduce a la columna en forma bifásica o en forma de una corriente gaseosa y una corriente líquida.

- 10 En el contexto de una modalidad preferida, se utiliza una columna de pared divisoria cuya pared divisoria nuestra soldada en la columna sino que está configurada en forma de segmentos parciales insertados de manera suelta y adecuadamente sellados.

La división del líquido en las zonas parciales individuales de la columna puede ajustarse preferiblemente de manera dirigida, no homogénea, en cuyo caso el líquido se introduce principalmente a las zonas parciales (2) y (5) de manera incrementada en la zona de pared y el líquido se introduce en las zonas parciales (3) y (4) de manera reducida en la zona de pared.

- 15 La proporción de división de líquido de reflujo entre el lado de extracción y el lado de alimentación de la pared divisoria es de preferencia aproximadamente de 1 a 1 hasta aproximadamente 3 a 1, preferiblemente alrededor de 1 a 1 hasta aproximadamente 1,5 a 1.

- 20 La posición de la pared divisoria en las zonas parciales individuales de la columna puede ajustarse de manera ventajosa de modo que las secciones transversales de la sección de alimentación y la sección de extracción tengan áreas diferentes.

- 25 Una modalidad particularmente preferida del proceso de la invención se caracteriza porque al menos una fracción con punto bajo de ebullición se obtiene como extracción lateral líquida o gaseosa, preferentemente como extracción lateral líquida (n) en el segmento superior (1) de la columna, de preferencia de 4 a 10 platos teóricos por debajo de la cabeza de la columna (véase figura 2). En este caso es conveniente dividir el segmento superior de columna (1) en dos segmentos ((1a) y (1b)). Entre estos segmentos, un recolector adecuado recoge el líquido que sale del segmento (1a) y lo distribuye de nuevo al segmento (1b) que se encuentra por debajo (véase figura 2). Una fracción que tiene un bajo contenido de componentes con puntos bajos de ebullición y bajo contenido de neral puede extraerse del recolector y dicha fracción comprende particularmente citrales isoméricos.

- 30 Esta fracción de subproductos, rica en iso-citral, accesible por medio de la extracción lateral (n) adicional, puede seguir utilizándose de manera adecuada; por ejemplo, puede someterse a una hidrogenación completa o a una hidrogenación parcial para producir tetrahidrogeraniol, por lo cual pueden impedirse los productos residuales o los subproductos a descartarse.

- 35 Una modalidad particularmente preferida según la invención se refiere, por lo tanto, a un proceso continuo para producir neral de la fórmula (I) en forma pura, con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso, respecto de la cantidad total, mediante separación por destilación de neral a partir de mezclas de sustancias que contienen neral y geranial de la fórmula (II)

- 40 - en cuyo caso la separación por destilación se efectúa en una columna de pared divisoria (TK), la cual tiene una pared divisoria (T) en la dirección longitudinal de la columna para formar una zona de columna superior común (1), una zona de columna inferior común (6), una sección de alimentación (2, 4) con una sección de refuerzo (2) y una sección de desgaste (4) así como una sección de extracción (3, 5) con sección de desgaste (3) y sección de refuerzo (5), con 80 hasta 200 platos teóricos y una pluralidad, preferiblemente 2 hasta 4, particularmente preferible 2 o 3 sitios de extracción lateral a una presión absoluta de operación de 5 hasta 200 mbar y

- en cuyo caso neral se obtiene en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso respecto de la cantidad total, como un extracción lateral (f) de la zona media de la sección de extracción (3, 5) y

- 45 - en cuyo caso se obtiene una fracción con punto bajo de ebullición (n) como una extracción lateral líquida o gaseosa, preferiblemente líquida, desde la zona de columna superior común (1).

- 50 Otra modalidad preferida del proceso de la invención se caracteriza porque se obtiene al menos una fracción con punto alto de ebullición como una extracción lateral gaseosa (o) en la zona parcial inferior común de la columna (6), preferiblemente 1 hasta 5 platos teóricos por encima del fondo de la columna (véase figura 2). De esta manera puede obtenerse un producto rico en geranial, particularmente pobre en componentes con punto alto de ebullición. En este caso puede ser conveniente dividir el segmento inferior de columna (6) en dos segmentos (6a y 6b). Entre estos segmentos mediante un recolector adecuado puede recogerse el líquido que sale del segmento (6a) y

nuevamente distribuirse al segmento que se encuentra por debajo (6b) (véase la figura 2) y extraerse la corriente gaseosa para la extracción lateral.

Como evaporador del fondo (SV) para la columna de pared divisoria puede utilizarse ventajosamente un aparato de capa delgada, por ejemplo un evaporador de película descendente.

- 5 El condensador de la cabeza (K) puede configurarse, por ejemplo, como un aparato de placas y puede integrarse a la camisa (chaqueta) de la columna.

El neral accesible de acuerdo con la invención en forma pura, con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso, respecto de la cantidad total, se obtiene de manera continua por medio de la extracción lateral o, en caso que estén provistas más extracciones laterales, a través de la extracción lateral media (f) y tiene, en el contexto de una modalidad preferida, un contenido de neral por encima de 98% en peso, preferiblemente de 98,5 hasta 99,5 % en peso, un contenido de geranial menor a 0,3 % en peso y un contenido de otros isómeros (isómeros de citral de las fórmulas (III), (IV) y (V)) menor a 1 % en peso (cada caso respecto de la cantidad total de la mezcla obtenida) opcionalmente además pequeñas cantidades de otras impurezas.

15 Si se proporciona una extracción lateral superior (n) tal como se ha descrito previamente, puede obtenerse allí una mezcla de subproductos que habitualmente tiene un contenido de citral menor a 80 % en peso, un contenido de geranial menor a 0,1 % en peso y un contenido de otros isómeros, principalmente isómeros de citral de las fórmulas (III), (IV) y (V) por encima de 20 % en peso, preferiblemente por encima de 30 % en peso. Además, en una extracción lateral (o) suministrada en caso de desearse, exactamente como en la fracción del fondo (g), puede obtenerse una mezcla de productos con un contenido de neral menor a 20% en peso y un contenido de geranial mayor a 70% en peso. La fracción de cabeza (j) tiene habitualmente un contenido de neral menor a 30% en peso. La fracción con bajo punto de ebullición (k) separada de esta tiene típicamente un contenido de neral menor a 5% en peso, además de iso-citrales como componente principal.

25 La presente invención también se refiere a la utilización de una columna de pared divisoria o a una interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico, tal como se han descrito antes, preferiblemente a una columna de pared divisoria con 80 hasta 200 platos teóricos y uno o varios sitios de extracción lateral para la producción continua de neral de la fórmula (I) en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso, respecto de la cantidad total, mediante separación por destilación de neral a partir de mezclas de sustancias que contienen neral y geranial de la fórmula (II) o a la utilización de los mismos para aislamiento de neral. Además, la presente invención también se refiere a una columna de pared divisoria o a una interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico, tal como se han descrito previamente, preferiblemente a una columna de pared divisoria con 80 hasta 200 platos teóricos y uno o varios sitios de extracción lateral, que son adecuados para la producción continua de neral de la fórmula (I) en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso, respecto de la cantidad total, mediante separación por destilación de neral a partir de mezclas de sustancias que contienen neral y geranial de la fórmula (II).

35 Los siguientes ejemplos sirven para explicar la invención sin limitarla de ninguna manera:

Ejemplo 1:

La columna de pared divisoria utilizada para los siguientes ejemplos fue construida a partir de 5 secciones de vidrio, cada una de una longitud de 1,2 m y un diámetro interno de 64 mm. Se insertó una pared divisoria fabricada de lámina metálica en las tres secciones medias. Empaques de laboratorio (Sulzer CY) fueron instalados debajo y arriba de la zona de pared divisoria, y anillos de tela de metal de acero inoxidable de un diámetro de 5 mm fueron instalados en la zona de pared divisoria. En mediciones de desempeño de separación que se efectuaron con la mezcla de isómeros de xileno a una presión de cabeza de 60 mbar, se midió un desempeño de separación total de 100 platos teóricos en toda la columna y aproximadamente 55 platos teóricos en la zona de pared divisoria. La cantidad total de platos teóricos presentes fue entonces de aproximadamente 155. La columna se equipó con un evaporador de película delgada (0,1 m²), calentado con aceite, y un condensador refrigerado con agua refrigerante.

Se midieron las temperaturas en diferentes alturas en la columna así como la presión de cabeza y la pérdida de presión por la columna por medio de un sistema de detección de medida. La columna disponía de mediciones de caudal en las entradas y las salidas así como de una medición de cantidad del reflujo, lo cual sirvió como magnitud de control para la temperatura de flujo del termostato de aceite. Por medio de este control se garantizó una cantidad constante de reflujo, por lo cual se ajustó una presión diferencial constante. La división de la cantidad de líquido por encima de la pared divisoria en las secciones de alimentación y de extracción de la pared divisoria se realizó mediante un embudo oscilante temporizado.

A la columna se introdujeron, a una altura de 136 cm de la sección de alimentación de la pared divisoria, 461 g/h de una mezcla líquida precalentada a 110°C a partir de 48,7 % de área por cromatografía de neral, 47,8 % de área por cromatografía de geranial 1,4 % de área por cromatografía de otros isómeros de citral. La columna fue accionada a 10 mbar de presión en la cabeza y un reflujo de 2,5 kg/h. En tal caso se estableció una pérdida de presión de

aproximadamente 34 mbar (± 1 mbar). En la cabeza de la columna se midió una temperatura de 82,3°C y en el fondo una temperatura de 128,4 °C ($\pm 0,5$ K). La extracción del fondo se ajustó mediante un control de balance en 240 g/h y la toma del destilado en 20 g/h (± 1 g/h). Por lo tanto, la proporción de reflujo fue aproximadamente 125 : 1. El líquido se dividió encima de la pared divisoria en una proporción de 1 : 1,1 (sección de alimentación : sección de extracción). A una altura de 490 cm en la sección de toma de la pared divisoria se retiró una extracción lateral gaseosa (f) y se condensó en un condensador de vidrio, a partir del cual se extrajo aproximadamente 200 g/h de producto puro mediante una bomba dependiendo del nivel de llenado del fondo.

Las fracciones obtenidas se analizaron mediante cromatografía de gases con la ayuda de un estándar de cromatografía de gases. Los análisis por cromatografía de gases se realizaron de acuerdo con los siguientes métodos:

25m OV-1, diámetro interno: 0,32 mm, FD.: 0,31 μ m; 50 °C / 2 min - 10 °C/min a 150 °C, 5 min - 20 °C/min a 280 °C / 15 min; t_R (isómeros de citral III): 10,4 min; t_R (isómeros de citral IV): 10,7 min; t_R (isómeros de citral V): 11,0 min; t_R (neral I): 12,3 min; t_R (geranial II): 12,6 min

El producto puro obtenido en la extracción lateral contenía además de 98,5 % de área por cromatografía de neral, también 0,3 % de área por cromatografía de geranial y 0,65 % de área por cromatografía de otros isómeros de citral. En la extracción de fondo, se utilizó un análisis cromatográfico de gases para determinar 92,5 % de área por cromatografía de geranial y 6,8 % de área por cromatografía de neral, el destilado contenía 32,1 % de área por cromatografía de neral y 39,6 % de área por cromatografía de otros isómeros de citral.

Ejemplo 2:

La columna descrita en el ejemplo 1 se complementó con una extracción lateral gaseosa adicional (n) en la sección superior común de columna (1), a aproximadamente 590 cm de altura, que a su vez estaba equipada con un condensador lateral. Mediante un control de balance se ajustó allí una cantidad de retiro de 15 g/h (± 1 g/h).

A la columna, a una altura de 136 cm de la sección de alimentación de la pared divisoria, se alimentaron 460 g/h de una mezcla líquida, precalentada a 110 °C, de 50,2% de área según cromatografía de gases de neral, 47,2 % de área por cromatografía de geranial y 0,9 % de área por cromatografía de otros isómeros de citral. La columna fue accionada a 10 mbar de presión de cabeza y un reflujo de 2,5 kg/h. En tal caso se ajustó una pérdida de presión de aproximadamente 37 mbar (± 1 mbar). A la cabeza de la columna se midió una temperatura de 68,8°C y en el fondo una temperatura de 130,1 °C ($\pm 0,5$ K). La extracción de fondo se estableció en 240 g/h por medio de un control de balance y la toma de destilado se ajustó en aproximadamente 3 g/h (± 1 g/h). La proporción de reflujo fue entonces de aproximadamente 600 hasta 1200:1. El líquido se dividió encima de la pared divisoria en una proporción de 1:1,1 (sección de alimentación: sección de extracción). A una altura de 490 cm en la sección de toma de la pared divisoria se retiró a su vez una extracción lateral gaseosa (f) y se condensó en un condensador de vidrio, a partir del cual se extrajeron por medio de una bomba aproximadamente 200 g/h, dependiendo del nivel de llenado de fondo.

El producto puro obtenido en la extracción lateral (f) contenía además de 98,5 % de área cromatográfica de neral, también 0,3 % de área cromatográfica de geranial y 0,5 % de área cromatográfica de otros isómeros de citral. La extracción lateral superior contenía además 55,5 % de área cromatográfica de neral, 29,5 % de área cromatográfica de otros isómeros de citral. En la extracción de fondo se determinaron mediante análisis cromatográfico 90,3 % de área cromatográfica de geranial y 8,9 % de área cromatográfica de neral; el destilado contenía solamente vestigios de neral y 48,5 % de área cromatográfica de otros isómeros de citral.

Ejemplo comparativo:

En una columna de vidrio de laboratorio, simple, con un diámetro interno de 50 mm, equipada con 6 m de empaque Sulzer CY, sin pared divisoria ni extracción lateral (cantidad de platos teóricos aproximada de 90), se destiló continuamente a presión de cabeza de 5 mbar una mezcla de 50,2 % de área cromatográfica de neral, 47 % de área cromatográfica de geranial y 1,3 % de área cromatográfica de otros isómeros de citral. La cantidad de alimentación fue de 500 g/h, en el fondo se descargaron 250 g/h. La pérdida de presión en la columna fue de aproximadamente 28 mbar a una proporción de reflujo de 11:1, la temperatura de fondo fue de 121 °C y la temperatura de cabeza fue de 81 °C.

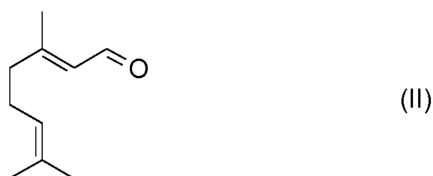
En el condensador de la cabeza, a aproximadamente 20 °C, se obtuvieron aproximadamente 250 g/h de un destilado líquido con un contenido de neral de 88,1% de área cromatográfica y un contenido de geranial de 2,7 % de área cromatográfica, el contenido de otros isómeros de citral en el destilado fue en total de 7,0 % de área cromatográfica, lo cual permite concluir una formación notable de estos isómeros en las condiciones de destilación.

REIVINDICACIONES

1. Proceso continuo para producir neral de la fórmula (I)



5 en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso, respecto de la cantidad total, mediante separación por destilación de neral a partir de mezclas de sustancias que contienen neral y geranial de la fórmula (II)



10 en cuyo caso la separación por destilación se realiza en una columna de pared divisoria o en una interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico con 80 hasta 200 platos teóricos y uno o varios sitios de extracción lateral a una presión absoluta de operación de 5 hasta 200 mbar, caracterizado porque se emplea una mezcla de sustancias que está compuesta en 30 hasta 70 % en peso de neral, en 70 hasta 30 % en peso de geranial y en 0 hasta 5 % en peso de otros componentes, en cuyo caso los datos porcentuales suman 100% en peso.

15 2. Proceso según la reivindicación 1, caracterizado porque la separación por destilación se realiza de modo que la mezcla de sustancias empleada que contiene neral y geranial se divide respectivamente en una o varias fracciones de componentes con bajo punto de ebullición, con puntos medios de ebullición y con alto punto de ebullición y se retira neral en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso respecto de la cantidad total en calidad de una fracción con punto medio de ebullición, en el sitio de extracción lateral, en forma líquida o gaseosa.

20 3. Proceso según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque la columna de pared divisoria o la interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico se accionan con una presión absoluta de cabeza de 10 hasta 40 mbar y con una presión absoluta del fondo de 20 hasta 50 mbar.

25 4. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado porque se emplea una columna de pared divisoria (TK) que tiene una pared divisoria (T) en dirección longitudinal de la columna para formar una zona superior común de la columna (1), una zona inferior común de la columna (6), una sección de alimentación (2, 4) con sección de refuerzo (2) y sección de desgaste (4) así como una sección de extracción (3, 5) con sección de desgaste (3) y sección de refuerzo (5) y porque la zona parcial de la columna dividida por la pared divisoria (T), que se compone de las zonas parciales (2), (3), (4) y (5) o secciones de las mismas está equipada con empaques estructurados o aleatorios.

30 5. Proceso según la reivindicación 4, caracterizado porque la mezcla de sustancias (a) que contiene neral y geranial se introduce en la zona media de la sección de alimentación (2, 4), el neral se obtiene en forma pura con un contenido de neral mayor o igual a 95% en peso respecto de la cantidad total, en calidad de extracción lateral a partir de la zona media de la sección de extracción (3, 5) y se retiran una o varias fracciones con punto bajo de ebullición de la zona superior común de columna (1) y una o varias fracciones con punto altos de ebullición de la zona inferior común de la columna (6).

35 6. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 5, caracterizado porque se obtiene al menos una fracción con punto alto de ebullición como una extracción lateral gaseosa o líquida en la zona inferior común de la columna (6).

7. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 6, caracterizado porque se obtiene al menos una fracción con punto bajo de ebullición como extracción líquida en la zona superior común de la columna (1).

40 8. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 7 para producir neral de la fórmula (I) en forma pura mediante separación por destilación de neral a partir de mezclas de sustancias que contienen neral y geranial de la fórmula (II)

- 5 - en cuyo caso la separación por destilación se realiza en una columna de pared divisoria (TK), la cual tiene una pared divisoria (T) en dirección longitudinal de la columna para formar una zona superior común de la columna (1), una zona inferior común de la columna (6), una sección de alimentación (2, 4) con sección de refuerzo (2) y sección de desgaste (4) así como una sección de extracción (3, 5) con sección de desgaste (3) y sección de refuerzo (5), con 80 hasta 200 platos teóricos y varios, preferiblemente 2 hasta 4, particularmente preferible 2 o 3 sitios de extracción lateral a una presión absoluta de operación de 5 hasta 200 mbar y
- en cuyo caso se obtiene neral en forma pura como extracción lateral (f) desde la zona media de la sección de extracción (3, 5), y
- 10 -en cuyo caso se obtiene una fracción de punto bajo de ebullición (n) como extracción líquida o gaseosa, preferiblemente líquida, desde la zona parcial superior común (1) de la columna de pared divisoria.
9. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 8, caracterizado porque el sitio de alimentación y el sitio de extracción lateral están dispuestos a diferente altura en la columna respecto de la posición de los platos teóricos, y el sitio de alimentación está dispuesto a 1 hasta 50 platos teóricos más alto o más bajo que el sitio de extracción lateral.
- 15 10. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 9, caracterizado porque la zona parcial de la columna, que se componen de las zonas parciales (2), (3), (4) y (5) o secciones de la misma, dividida por la pared divisoria, está equipada con empaques estructurales o aleatorios y/o la pared divisoria está configurada en estas zonas parciales de modo termoaislante.
- 20 11. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 10, caracterizado porque la corriente de vapores en el extremo inferior de la pared divisoria se ajusta mediante la elección y/o el dimensionamiento de los componentes de separación y/o la incorporación de dispositivos que generan caída de presión de modo que la proporción de la corriente de vapores en la sección de alimentación a la de la sección de extracción es de 0,8 hasta 1,2.
- 25 12. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 11, caracterizado porque el líquido que sale de la sección superior común (1) de la columna se recogen en un espacio recolector dispuesto en la columna o fuera de la columna y se dividen mediante un ajuste fijo o una regulación en el extremo superior de la pared divisoria de modo que la proporción de la corriente del líquido a la sección de alimentación a la corriente del líquido a la sección de extracción es de 0,1 hasta 2,0 en caso de alimentación principalmente líquida y de 1,0 hasta 2 en caso de alimentación gaseosa.
- 30 13. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 12, caracterizado porque la extracción de destilado se efectúa con regulación de temperatura y cómo temperatura de regulación se utiliza un sitio de medición en la zona parcial (1) de la columna que está dispuesta a 3 hasta 8 platos teóricos por debajo del extremo superior de la columna.
- 35 14. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 13, caracterizado porque la extracción del producto de fondo está regulado por la cantidad dependiendo de la cantidad de alimentación y porque la extracción del producto lateral se efectúa regulada por el nivel, en cuyo caso en calidad de magnitud de control se utiliza el nivel de líquido en el fondo de la columna.
15. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 14, caracterizado porque como evaporador del fondo (SV) se utiliza un aparato de capa delgada y/o el condensador de la cabeza (K) se configura como aparato de platos y se integra a la camisa de la columna.

FIG.1

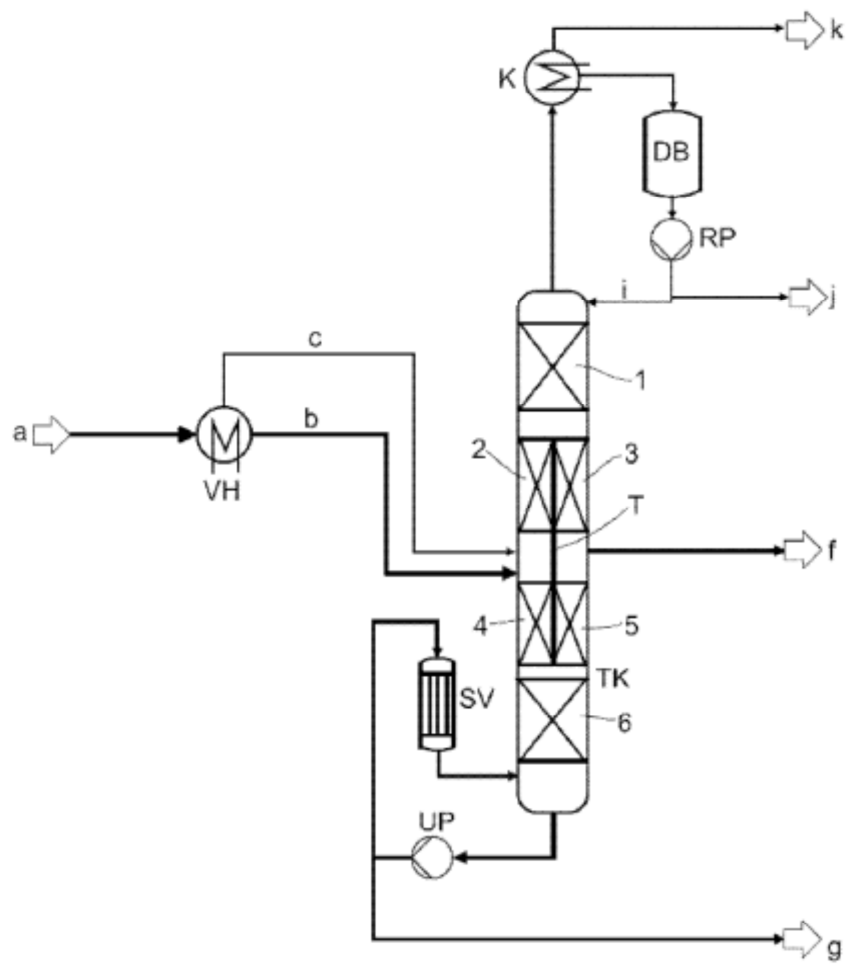


FIG.2

