

149987



1-187

PATENTE DE INVENCION

por 20 años

para "Un procedimiento para la fabricación de cetoalcoholes" - - - - -

a favor de: ISTITUO PER LO STUDIO DELLA GOMMA SINTETICA, Società Anonima, de nacionalidad y residencia italianas.

- - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

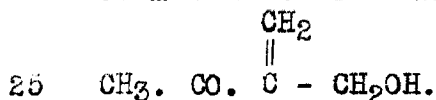
5 Es sabido que por las reacciones de las cetonas con formaldehído se pueden obtener cetoalcoholes, pero todos los procedimientos descritos en la literatura no permiten conseguir cantidades elevadas y productos puros.

10 En efecto, además de los cetoalcoholes se forman por condensación en presencia de sustancias básicas otros productos, como por ejemplo a partir de la acetona se obtienen diacetoalcohol, forona u homólogos, formosas y ulteriores productos de condensación o de resinificación. Para reducir la formación de resinas algunos han propuesto operar en presencia de un gran exceso de cetona, pero en tales condiciones no se evita completamente la formación de productos de polimerización de las cetonas u otras reacciones secundarias.

15 La presente invención permite en cambio obtener cetoalcoholes con rendimientos elevadísimos. Por ejemplo: partiendo de la acetona se puede obtener cetobuta-



20 nol 3.1 (llamado también alcohol acetoetílico o metiloxie-
tilcetona) $\text{CH}_3 \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2\text{OH}$ con rendimientos práctica-
mente cuantitativos. El mismo procedimiento -cuando se
opera, como se describirá, con mayores proporciones de for-
maldehído- permite obtener, en lugar del cetobutanol 3.1,
el metilencetobutanol (2 metilen- 3.1 cetobutanol)



El procedimiento consiste en operar en solución
acuosa diluída de la cetona y del formaldehído, en pre-
sencia de una determinada concentración de iones hidró-
geno y dentro de determinados intervalos de temperatura.

30 El pH de la solución debe ser mantenido durante
la condensación por debajo de 10 y preferentemente com-
prendido entre 8 y 9. Para menores concentraciones de
iones hidrógeno se tienen reacciones secundarias, mien-
tras que para mayores concentraciones la reacción re-
35 sulta lentísima.

La temperatura debe ser mantenida por debajo de
30°, y en caso de que se quiera obtener solo el cetobu-
tanol por condensación de la acetona con formaldehído con-
viene que sea mantenida entre 25° y 32°, mientras que
40 puede ser preferentemente mantenida entre 35° y 40° en
caso de que se quiera obtener el metilencetobutanol.

En estas condiciones es posible operar con con-
centraciones equimoleculares de acetona y formaldehído,
pero un leve exceso de acetona no es perjudicial pudién-
dase recuperar completamente. A pesar de que se opera
45 con concentraciones equimoleculares no se tienen prácti-
camente reacciones secundarias. En presencia de exceso
de formaldehído hasta una relación de 2 moléculas por 1
de acetona y para temperaturas ligeramente superiores,
50 la reacción se realiza con formación de metilencetobu-
tanol, pero tampoco en estas condiciones se tienen forma-
ciones de resinas, ni otras reacciones secundarias.

La concentración de la solución acuosa de ace-
tona puede variar entre anchos límites, y por ejemplo
55 ser comprendida entre el 30 % y el 70 % operando con so-
lución de formaldehído al 30 - 40 %. Se podría operar
con soluciones todavía más diluídas, pero en la prácti-
ca conviene, para reducir el tiempo de la reacción,
operar con concentraciones de acetona alrededor de 50 %.

60 La naturaleza del medio condensante (sosa, po-
tasa, magnesia, cal, bórax, etc.) no tiene importancia
tratándose de sustancias que no reaccionen demasiado
fácilmente con el aldehído y con la acetona, y con tal
que el valor del pH resulte comprendido entre los lími-
65 tes antes indicados.



70 La velocidad de la reacción depende exclusivamente de la concentración de los iones oxhidrilos, de la temperatura y, operando con un pH de 8'5 - 9 y a temperatura de 30°, la reacción se completa en un tiempo alrededor de 4 horas.

75 Aumentando ligeramente la temperatura la reacción resulta más rápida, pero se forman pequeñas cantidades de metilencetobutanol. Este último prevalece cuando además de operar a temperatura más elevada se emplea un exceso de formaldehído.

80 Terminada la condensación se neutraliza la solución, y se puede proceder eventualmente a la separación de cetoalcoholes del agua por destilación. Después de eliminada el agua se puede proceder a la destilación en el vacío, y por ejemplo el cetobutanol y el metilencetobutanol destilan completamente sin dejar residuos.

85 Sin ulteriores tratamientos y purificaciones las soluciones neutras o ácidas del cetobutanol y del metilencetobutanol pueden ser hidrogenadas pasando respectivamente a butilenglicol 1.3 y a 2. metilbutilenglicol 1.3.

90 Estos procedimientos pueden ser importantes para la producción de goma sintética, porque el butilenglicol 1.3 da por deshidratación, como es sabido, el butadieno, y el metilbutilenglicol da, también por deshidratación, el isopreno.

95 Pueden también ser interesantes para la producción de explosivos, porque los glicoles obtenidos por reducción de los cetoalcoholes pueden por nitración dar ésteres nítricos dotados de propiedades muy interesantes como explosivos.

Otros cetoalcoholes superiores proporcionan los correspondientes glicoles.

N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA:

100 1.- La propiedad y la explotación exclusiva de un procedimiento para la fabricación de cetoalcoholes, caracterizado por el hecho de que una cetona es condensada con formaldehído en solución acuosa diluida teniendo una concentración de iones de hidrógeno correspondiente a pH inferior a 10 y preferentemente entre 8 y 9, y
105 a temperatura inferior a 50°.

2.- La propiedad y la explotación exclusiva de



110 un procedimiento como se ha especificado en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la cetona empleada es la acetona, y los productos obtenidos son según las condiciones cetobutanol 3.1 ó 2. metilencetobutanol 3.1.

115 3.- La propiedad y la explotación exclusiva de un procedimiento como se ha especificado en las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que se parte de soluciones que contienen no más de una molécula de formaldehído por una de acetona, y se opera a temperatura entre 25° y 32°, obteniendo cetobutanol 3.1 con rendimiento muy elevado.

120 4.- La propiedad y la explotación exclusiva de un procedimiento como se ha especificado en las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que se opera con más de una molécula y hasta con 2 moléculas de formaldehído por una de acetona y a temperatura comprendida entre 30° y 40°, obteniendo en preponderancia 2. metilencetobutanol 3.1.

130 5.- La propiedad y la explotación exclusiva de un procedimiento como se ha especificado en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que las soluciones de cetoalcoholes neutralizadas son hidrogenadas, obteniéndose los correspondientes glicoles.

135 6.- La propiedad y la explotación exclusiva de un procedimiento de preparación de butilenglicol y butilenglicoles substituídos por reducción de cetobutanoles obtenidos según las reivindicaciones 1 a 5.

140 7.- La propiedad y la explotación exclusiva del objeto de la patente, sean cuales fueren las circunstancias que concurren con su esencialidad definida en las anteriores reivindicaciones, cual objeto es:

"Un procedimiento para la fabricación de cetoalcoholes".

Consta la presente memoria de cuatro hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 4 de Julio de 1940.

P. p. de: ISTITUTO PER LO STUDIO DELLA GOMMA
SINTETICA, Società Anonima,

W. H. ...