

PATENTE ESPAÑOLA 164493

MEMORIA 164493

descriptiva sobre "PERFECCIONAMIENTO EN LA OBTENCION DE LA CICLOHEXANO-
NOXIMA".

POR

SOCIETE DES USINES CHIMIQUES RHONE POULENC

DE

P A R I S

Francia.

164493

PATENTE DE INVENCION

SC.482.-"Cyclohexanonoxime en milieu aqueux".

Grupo 42.- Clase 402.-

164493



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Perfeccionamiento en la obtención de la ciclohexanonoxima"

Solicitantes: Société des Usines Chimiques RHONE-POULENC
domiciliados en 21 Rue Jean Goujon, Paris,
Francia.

En general, se ha preparado hasta ahora la ciclohexanonoxima poniendo en reacción una sal de hidroxilamina con la ciclohexanona. Este método comprende evidentemente la preparación previa de la sal de hidroxilamina, lo cual representa

5. una operación de larga duración. Las sales de hidroxilamina se obtienen, en efecto, generalmente por hidrólisis del bisulfonato sódico de la hidroxilamina, hidrólisis que exige, para que resulte completa, un calentamiento hasta la ebullición durante varias horas (vease por ejemplo la patente alemana 10. nº 41.987 del 22 enero 1887).

Por otra parte, se ha descrito un método de preparación de la ciclohexanonoxima utilizando el bisulfonato sódico de la hidroxilamina (ECK & MARVEL, Journal Biol. Chem. tomo 106, pág. 387, 1943 y org. Synth., tomo XIX, pág. 20),

164493



15. pero dicho método, tal como se describe, presenta aun muchos inconvenientes que pueden resumirse como sigue:
- a) se opera en presencia de alcohol, precisándose su recuperación para obtener una buena economía del procedimiento.
20. b) Para terminar la reacción propiamente dicha se necesitan mas de 48 horas, resultando durante todo este tiempo la inmovilización de los aparatos y por consiguiente una disminución de la capacidad de producción de los mismos.
- c) la oxima es extraída del medio reaccional mediante éter, resultando la necesidad de otra recuperación más del disolvente.
25. d) la oxima destilada queda sometida a una operación de triturar y amasar con esencia de petroleo, haciendo preciso una tercera recuperación de disolvente.
- e) finalmente, el rendimiento en oxima no pasa del 65% del valor teórico.
- Ahora bien, hemos descubierto, constituyendo este descubrimiento el objeto de la presente invención, que resulta posible realizar la reacción entre la ciclohexanona
35. y el bisulfonato sódico de la hidroxilamina con ausencia de disolventes orgánicos, lo cual constituye una ventaja técnica de suma importancia. Asimismo hemos descubierto que operando de esta manera la reacción de oximación queda terminada en un tiempo relativamente corto, del orden de las 2- 3
40. horas , y que, observando determinadas condiciones óptimas de operación, la ciclohexanonoxima cristaliza directamente en el medio reaccional, de forma que todo el proceso se desarrolla en completa ausencia de todo disolvente orgánico. Se obtiene la oxima en estado de gran pureza y con excelente rendimiento.
45. Entre las condiciones óptimas de la operación que conviene observar podemos citar especialmente:
- a) Mantener la temperatura de reacción entre 55 y 65º C.
 - b) neutralizar con amoniaco el medio reaccional

164493



- 3 -

50. después de la oximación propiamente dicha;

c) emplear una cantidad total de agua tal que, una vez terminada la reacción y después de la neutralización, resulten las sales minerales con una concentración que se aproxima al valor correspondiente a la saturación.

55. Queremos explicar la invención por medio del siguiente ejemplo no limitativo, en el que se citan las partes en peso.

EJEMPLO.

Se prepara una solución de bisulfonato sódico de hidroxilamina en la forma usual, partiendo de 318 partes de nitrito sódico, 280 partes de carbonato sódico, 1200 partes de agua, 3000 partes de hielo y gas sulfuroso en cantidad suficiente. A esta solución se adicionan 392 partes de ciclohexanona al 98% y, agitando el conjunto intensamente, se calienta a 60° C., temperatura que se mantiene durante 2 horas. Después de este tiempo se deja enfriar la solución y se la neutraliza con amoníaco al 20%; aproximadamente 740 partes son necesarias. La oxima empieza a cristalizar en seguida. Se deja terminar la cristalización a 15-20° C, se filtra y/o se centrifuga, se lava con un poco de agua y se seca. Se obtienen 410 partes de oxima que funde a 87-88° C., representando un rendimiento del 92'5% del valor teórico. Si se desea, se pueden tratar las aguas madres para recuperar el sulfato amónico que contienen.

75.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar que dicho invento corresponde a una patente francesa nº 475.810, de fecha 4 de febrero de 1943, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye su esencia

80.

164493



- 4 -

85. y por lo que se solicita patente de invención, por veinte años en España: "Perfeccionamiento en la obtención de la ciclohexanonoxima"; caracterizándose por lo siguiente:

1º.- Perfeccionamiento en la obtención de la ciclohexanonoxima mediante reacción entre la ciclohexanona y el bisulfonato sódico de la hidroxilamina, caracterizado porque se realiza la reacción en medio acuoso.

2º.- Perfeccionamiento en la obtención de la ciclohexanonoxima según reivindicación 1ª, caracterizados porque se efectúa la operación en condiciones tales que la oxima cristaliza directamente en el medio reaccional neutralizado .

"Perfeccionamiento en la obtención de la ciclohexanonoxima"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de cuatro hojas escritas por una sola cara.

100.

Madrid 22 de enero de 1944.

SOCIETE DES USINES CHIMIQUES RHONE POULENC.

Por Poder de D. GOMEZ ACEBO