

199026



31

199026

MEMORIA DESCRIPTIVA

Que se acompaña a la solicitud de una Patente de Invención que por veinte años se solicita en España como nueva y de propia invención por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE COMPUESTOS AROMÁTICOS A PARTIR DE LA ESENCIA DE TREMENTINA".

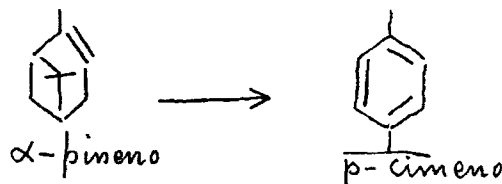
a favor del

PATRONATO "JUAN DE LA CIERVA" DE INVESTIGACION TECNICA

- MADRID -

- 1.- La presente Patente de invención se refiere a la producción de p-cimeno por isomerización aromatizante en fase de vapor de los terpenos contenidos en la esencia de trementina en la miera española, compuesta en su mayor parte por el terpeno α -pineno.

La posibilidad de convertir un terpeno como el que nos ocupa en p-cimeno según la ecuación teórica:



ha sido muy considerado como un método para obtener el último en escala comercial. Sin embargo, el simple ca-



31 J 16

- 10.- lentamiento ha mostrado ser inadecuado para producir la reacción. Debido a su adaptabilidad a la producción continua en gran escala, hemos prestado particular atención a la deshidrogenación catalítica en fase de vapor, pero desgraciadamente, mientras el proceso es óptimo desde el
- 15.- punto de vista procedural, su práctica se halla entorpecida por varios inconvenientes.

Un examen de la ecuación representativa del proceso muestra que la reacción no es simple. No solamente es necesario romper el ciclo butánico del α - pineno por los

20.- carbonos 6 y 8 sino que también hemos de quitar hidrógeno a otros carbonos para formar el sistema de dobles enlaces conjugados característicos del núcleo bencénico, habiendo además que añadir hidrógeno al carbono 8. Es decir, se ha de realizar un proceso de isomerización hidrogenación y deshidrogenación aromatizante, simultáneos.

25.-

La reacción es complicada aún más por la posibilidad de cracking de los terpenos originales y de los productos de la reacción total o parcialmente deshidrogenados. De ahí que no sea particularmente sorprendente encontrar que

30.- que elevando la temperatura con ciertos catalizadores se reduzca la producción de p-cimeno, mientras que la formación de productos de reacción secundarios (tolueno, mentano y sus homólogos), así como la de productos de isomerización (alloocimeno, pironenos, limoneno, etc.) resulte

35.- incrementada.

Por consiguiente, se precisa un proceso en el que se obtengan buenos rendimientos en p-cimeno, bajo contenido en productos; bien sean de isomerización bien de cracking del material de partida o de los productos intermedios.

40.-



31

Según queda ya indicado, la materia prima para el proceso aquí patentado está constituida por las diferentes esencias de pino de la miera española, y preferentemente de la esencia de trementina, por su elevado contenido en α -pineno (70 %) y su precio razonablemente bajo.

El proceso de la presente Patente no está restringido al uso de un aparato particular. El material a tratar debe ser vaporizado y los vapores pasados sobre la masa de catalizador en la cámara de reacción a una temperatura y velocidad de paso dependientes del volumen de catalizador que se emplee. Los productos de la reacción serán recogidos por condensación y separados en sus respectivos componentes por destilación fraccionada o por tratamiento con ácido sulfúrico concentrado ($d = 1,84$). De la misma forma que estas operaciones pueden ser variadas, el diseño y exacta estructura del aparato puede también ser variado como se quiera. Nuestras experiencias fueron realizadas utilizando materiales catalíticamente inactivos que no contaminen a los productos de reacción y sean resistentes al ataque del hidrógeno liberado durante la reacción.

Dos controles son de primordial importancia en la ejecución de la operación: la temperatura a la cual se realiza y la proporción en que se pasan los vapores por la cámara catalítica. Mientras de los dos, la temperatura es la menos crítica, ambos son importantes para obtener resultados satisfactorios. Se encontró que la temperatura óptima varía con la naturaleza del producto a aromatizar, con las cantidades del mismo puestas en juego y con el volumen de catalizador usado. Una vez determinado aproximadamente el punto óptimo, variaciones de 25 ó 30°C



31 J

en uno u otro sentido no varían notablemente los resultados.

- 75.- A temperaturas demasiado bajas resulta una producción pobre debido a la pequeña cantidad de reacción que tiene lugar. A temperaturas excesivamente altas tiene lugar un cracking excesivo y formación de subproductos. En general, resultaron satisfactorias temperaturas del
- 80.- orden de 350 - 500° C. para velocidades de paso dentro de los límites usados. Sin embargo esto no quiere decir que la patente quede limitada, pues en algunos casos resultaron ser muy útiles temperaturas tan altas como 525°C o más.
- 85.- Se encontró que la velocidad de paso y por tanto la cantidad de productos de partida usados, tenía el más pronunciado efecto sobre el grado de conversión a los productos deseados. En general velocidades de paso de 1 a 0,05 centímetros cúbicos por hora y por centímetro cúbico de catalizador dieron buenos resultados a temperaturas comprendidas entre 425 y 500° C aunque la patente no está limitada necesariamente a ellas.

Los catalizadores empleados están compuestos por derivados de cromo con o sin adición de óxidos de meta-

95.- les de otros grupos del sistema periódico, depositados en un soporte no pirolítico. Su preparación así como la descripción de la influencia que ejercen sobre el proceso de aromatización que nos ocupa constituye el contenido de otra patente nuestra.

- 100.- A fin de ilustrar cuanto precede, y no como limitación de la presente patente, presentamos los siguientes ejemplos en los cuales la determinación de rendimientos



de transformación ha sido hecha tratando 25 cc. del producto de aromatización bruto con ácido sulfúrico concentrado (d = 1,84) en cantidad suficiente para sulfonar todos los productos no aromáticos o terpénicos presentes y midiendo el volumen que permanecía sin reaccionar.

EJEMPLO 1º

Se pasaron los vapores de la fracción 155-160°C. de la esencia de trementina española a velocidad de paso 110.- de 88 cc. por hora y por litro de catalizador por una cámara de catálisis a 450° y conteniendo un catalizador com puesto por sales de cromo. El producto bruto condensado tratado por SO₄H₂ conc. contenía un 84 % de aromáticos.

EJEMPLO 2º

Los vapores de la fracción 155-160°C. de la esencia de trementina española fueron pasados a una velocidad de paso de 58 cc./hora/litro de catalizador, por la cámara catalítica con el mismo contenido que el ejemplo anterior y también a 450°C. El producto obtenido dió un rendimiento del 92 %.

N O T A

120.- Habiendo descrito ya amplia y suficientemente la naturaleza del presente invento, así como la manera de llevarlo a la práctica, se hace constar que las disposiciones anteriores descritas son susceptibles de ligeras modificaciones de detalles, sin que se altere por ello el principio fundamental de la Patente de invención que por veiente años se solicita como propia y nueva reivindicándose lo siguiente:

125.- 1º UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS AROMATICOS A PARTIR DE LA ESENCIA DE TREMENTINA, caracterizado porque permite la transformación del α -pineno en p.- cimeno, pasando los vapores del pineno, a velocidad

199026



- 6 -

de paso comprendias entre 10 y 0,05 centímetros cubicos por hora y por centimetro cubico de catalizador, sobre un catalizador puesto a la temperatura óptima a continuación reivindicadas.

2ª UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS AROMATICOS A PARTIR DE LA ESENCIA DE TREMENTINA, en el que según la clausula 1ª transforma un compuesto terpénico como el α -pineno en aromático como el p-cimeno, en presencia de un catalizador adecuado.

3ª UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS AROMATICOS A PARTIR DE LA ESENCIA DE TREMENTINA, en el que según las reivindicaciones 1ª y 2ª se obtiene un compuesto aromático a partir de uno terpénico por aromatización catalítica en fase vapor a temperaturas comprendidas entre 100 y 500° C.

4ª UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS AROMATICOS A PARTIR DE LA ESENCIA DE TREMENTINA, en el que de acuerdo con las reivindicaciones 1ª, 2ª y 3ª se obtiene el compuesto aromático por reacción en fase vapor, sobre un catalizador apropiado y a una temperatura y velocidad de paso de los reactivos de partida previamente determinados, sin que esta temperatura y velocidad sean características que definan la Patente.

5ª y última.- UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS AROMATICOS A PARTIR DE LA ESENCIA DE TREMENTINA, tal y como queda descrito en la Memoria que antecede.

La presente Memoria consta de seis hojas mecanografiadas por una sola cara.

Madrid. 31 JUL 1902

Ruedoban