

224691

PATENTE DE INVENCION

Your Case 218.



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de compuestos
"alquil-arílicos".

SOLICITANTES: CHEMPATENTS INC. entidad norteamericana,
domiciliada en 2 Park Avenue, NEW-YORK, (N.Y)
Estados Unidos de America.

- Este invento se refiere a procedimientos para la preparación de compuestos alquil-arílicos, por la reacción del benceno y del propileno en presencia de un catalizador de alquilación de reacción ácida, tal como
5. el cloruro de aluminio, para producir una mezcla de reacción que contenga monoisopropilbenceno, diisopropilbencenos y poliisopropilbencenos más elevados, separando el cumeno de la misma, como un producto, y separando de ella la fracción para-diisopropilbenceno o meta-diisopropilbenceno,
 10. como otro producto, o separando estos dos

224691

- 2 -



- cuerpos como productos. Es conocida la reacción del benceno con el propileno, en presencia de un catalizador de reacción ácida. Además, el cumeno y el para-diisopropilbenceno, han logrado un cierto éxito comercial, y el meta-diisopropilbenceno es interesante para la preparación del resorcinol por conversión a dihidroperóxido seguida por escisión o desdoblamiento, por tratamiento con un ácido. Con respecto al desarrollo comercial de estos materiales, la técnica se enfrenta con el problema de proporcionar cada uno de ellos en el grado de pureza o de concentración deseado, de un modo económico.
- 15.
- 20.

- Los descubrimientos asociados con este invento y referentes a la solución de los problemas anteriores, implican: el proporcionar un procedimiento económico para obtener el cumeno y el para- o el meta-diisopropilbenceno, o ambos, por la reacción del benceno y del propileno en presencia de un catalizador de alquilación de reacción ácida, el recuperar los productos deseados, volviendo a tratar los demás productos o sub-productos y otros objetos que resultarán evidentes al describirse a continuación los detalles o formas de aplicación de de este invento.
- 25.
- 30.

- Para facilitar la clara comprensión de este invento, se describen detalladamente las siguientes formas específicas de aplicación preferidas.
- 35.

EJEMPLO 1.

- En una vasija de reacción adecuada con una superficie interior resistente a la corrosión (por ejemplo de vidrio, cerámica, o metal o aleación resistente a la corrosión), equipada con medios para
- 40.

224691



- 3 -

la agitación tales como un mecanismo a base de gas o mecánico, y con medios para la calefacción o la refrigeración del contenido de la misma, tales como un serpentín o una envoltura, un condensador de reflujo, un tubo de entrada de gas, y opcionalmente, una salida para eliminar los materiales de bajo punto de ebullición, se cargan:

45.

25 partes en peso de cloruro de aluminio
480 partes de benceno (químicamente puro o exento de tiofeno).

50.

12,5 partes de cloruro de isopropilo (ó 25 partes de cloruro de hidrógeno anhidro introducidas durante el tiempo de reacción);

luego se hace absorber propileno por la mezcla (por ejemplo propileno gaseoso al 95%) durante un periodo de 1 a 2 horas aproximadamente, o hasta que se haya absorbido la cantidad deseada de propileno, con agitación, mientras la temperatura se mantiene entre unos 70 a 80° C. La velocidad de alimentación es de unos 150 litros por hora a la temperatura y presión ordinarias. Esta

55.

temperatura puede mantenerse haciendo pasar agua de refrigeración a través de los medios indirectos de cambio de calor, o permitiendo que la mezcla hierva y sometiendo a reflujo el condensado de la misma, si la temperatura tiende a elevarse demasiado, o haciendo pasar vapor a través de dichos medios, si la temperatura tiende a descender con exceso.

60.

65.

La masa de reacción se enfria luego a la temperatura ambiente, por ejemplo indirectamente mediante agua de refrigeración, y a continuación se vierte en unas 500 partes de agua; luego se añaden unas 100 partes

70.



- de ácido clorhídrico acuoso al 18% aproximadamente, y la mezcla resultante se agita durante alrededor de 15 minutos. La mezcla se deja después en reposo, y se forman dos capas. La capa superior de hidrocarburos se separa,
75. se lava con alrededor de la mitad de su volumen de hidróxido sódico acuoso, aproximadamente el 10% y luego con un volumen aproximadamente igual de agua y a continuación se seca **aceotrópicamente** separando por destilación el agua con el hidrocarburo presente de bajo
80. punto de ebullición.
- A continuación, la capa de hidrocarburos se somete a la destilación fraccionada en una columna eficiente. Se recupera o retira como uno de los productos el cumeno, y el meta-diisopropilbenceno (punto de ebullición 203,2° C.) o el para-diisopropilbenceno (puntos
85. de ebullición 210,4° C.) o ambos, se recuperan u obtienen como productos separados. La fracción neta, puede contener una pequeña cantidad de isomero orto, si se halla presente en la mezcla de reacción; sin
90. embargo, esto no es perjudicial desde el punto de vista comercial.
- Los productos aromáticos más elevados, en su mayor parte tri-isopropilbenceno y otros cuerpos aromáticos inferiores, pueden someterse a nuevo tratamiento.
95. Si se desea, puede eliminarse una pequeña cantidad del sub-producto hexano, formado en el sistema en reacción.
- Empleando una relación molar de propileno a benceno de 1,4 y en el caso de separarse solamente del sistema el cumeno y el para-diisopropilbenceno, volviendo
100. a tratarse todos los demás cuerpos aromáticos, se obtienen

27 OCT.



14 partes en peso de para-diisopropilbenceno y 40 partes de cumeno por 100 partes de mezcla de productos hidrocarbureados.

105. Se obtienen resultados prácticamente análogos si los únicos productos aromáticos separados y aprovechados son el cumeno y el meta-diisopropilbenceno.

EJEMPLO 2.

110. Se sigue el procedimiento del ejemplo 1, excepto que la relación molar propileno a benceno es 1,0 y se recuperan o separan 9 partes de para-diisopropilbenceno, u 8 partes de meta-diisopropilbenceno, junto con 50 partes de cumeno por 100 partes de mezclas de productos hidrocarbureados.

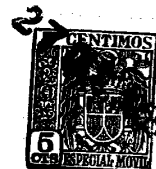
EJEMPLO 3.

115. Se sigue el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que la relación de propileno a benceno es 0,8 y se recuperan u obtienen 6 partes de para-diisopropilbenceno, o 12 partes de meta-diisopropilbenceno, junto con 50 partes de cumeno por 100 partes de mezclas de productos hidrocarbureados.

120. El procedimiento a que este invento se refiere puede aplicarse por partidas, intermitentemente o de modo continuo, prefiriéndose esto último.

125. En un procedimiento continuo, se cargan en el recipiente de reacción cloruro de aluminio y cloruro de isopropilo, junto con benceno y propileno, retirándose continuamente una parte de la mezcla y volviendo a introducir continuamente en el tratamiento catalizador e hidrocarburos aromáticos sub-productos.

130. La capa superior o de hidrocarburos del material



retirado se separa continuamente, se lava con solución de ácido clorhídrico y luego con hidróxido sódico acuoso diluido (5 - 15%) o material alcalino análogo, y luego se lava con agua.

135. El hidrocarburo lavado se somete a destilación fraccionada para eliminar una fracción cumeno como producto deseado. Si interesa, puede separarse también el sub-producto hexano. Puede separarse una fracción di-isopropilbenceno y someterse luego a destilación

140. fraccionada para separar el para-diisopropilbenceno, como producto. Los cuerpos aromáticos alquílicos más elevados y el orto-meta-diisopropilbenceno, pueden someterse otra vez a tratamiento.

145. Si se desea, puede separarse una fracción meta-diisopropilbenceno y someter nuevamente a tratamiento el para-diisopropilbenceno.

150. Pueden emplearse existencias de propileno fácilmente asequibles, con preferencia exentas de otros cuerpos no-saturados. El recipiente de reacción puede estar dotado de salidas para la eliminación de los hidrocarburos de bajo punto de ebullición, que no reaccionen en aquel. El benceno introducido ha de estar exento

155. de otros productos aromáticos, debe tener una proporción de azufre reducida, y, con preferencia, ha de estar exento de azufre; puede contener algunas parafinas que pueden separarse en el sistema.

160. Se obtienen resultados análogos a los anteriores con algunas modificaciones tal como las siguientes: El catalizador puede ser cualquier catalizador del tipo Friedel-Crafts, o de reacción ácida, para la alquilación,



- tal como el fluoruro de hidrógeno, el trifluoruro de boro, el fluoruro de aluminio y similares. La relación de propileno a benceno sobre una base molar puede ser del orden de 0,7 a 1,5 mols. de propileno por mol. de benceno, aproximadamente, con preferencia 0,8 a 1,4.
165. Las relaciones superiores proporcionan un sistema relativamente antieconómico desde el punto de vista de la producción de cumeno, y las relaciones inferiores proporcionan un sistema antieconómico desde el punto de vista de la producción tanto del cumeno como del producto di-isopropilbenceno deseado.
170. La temperatura de reacción puede ser del orden de 30 a 150° C., con preferencia de 50 a 110° C. para el catalizador cloruro de aluminio. El tiempo de reacción puede ser del orden de 0,1 a 10 horas, con preferencia de 0,5 a 4 horas. Las temperaturas más elevadas están generalmente asociadas con tiempos más cortos, y el catalizador, la temperatura y los tiempos se escogen para proporcionar la conversión deseada en las proporciones previstas. El catalizador cloruro de aluminio, en proporciones adicionales, puede añadirse si ello es preciso (por ejemplo si lo indica una reacción de alquilación de comprobación utilizando como catalizador una mezcla del residuo que se trata de nuevo para actividad catalítica).
175. El catalizador apurado se trata con agua que contenga 15 a 30% de ácido clorhídrico para desintegrar el complejo catalizador, y la fase hidrocarburo resultante se separa y se utiliza de nuevo en el sistema.
180. En vista de la explicación anterior, los
- 185.
- 190.

224691



- 8 -

195. peritos en la materia comprenderán la posibilidad de introducir variaciones y modificaciones en este invento; se trata de introducirlas todas en el campo del mismo, excepto en el caso de no estar comprendidas en el alcance de las reivindicaciones siguientes.

N O T A

200. 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 alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente norteamericana de fecha 8 de Noviembre de 1954, nº Ser.457.656, acogiéndose, por lo tanto a los
205. beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS ALQUIL-ARILICOS"; caracterizándose
210. por lo siguiente:
- 1º.- Procedimiento para la obtención de compuestos alquil-arílicos, caracterizado por comprender el hacer reaccionar benceno con propileno en presencia de un catalizador de alquilación de reacción ácida, para
215. producir una mezcla de reacción que contenga mono-isopropilbenceno, di-isopropilbenceno y poli-isopropilbencenos, más elevados, el separar mono-isopropilbenceno como producto deseado y también, por lo menos, un di-isopropilbenceno como producto deseado, y el volver a
220. tratar los demás compuestos aromáticos de aquella; la

224691

270



- 9 -

relación de propileno a benceno es del orden de 0,7 a 1,5 mols. de propileno por mol. de benceno.

225.

2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el catalizador es el cloruro de aluminio.

3ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el catalizador es fluoruro de hidrógeno.

230.

4ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizándose porque el catalizador es el trifluoruro de boro.

5ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque se separa o recupera como producto deseado, para-diisopropilbenceno.

235.

6ª.- Procedimiento según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque se separa o recupera como producto deseado meta-diisopropilbenceno.

240.

7ª.- Procedimiento para la obtención de compuestos alquil-arílicos; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 27 de Octubre de 1955.

CHEMPATENTS, INC.

J. BOMEZ ACIBO Y MODET
P.P.