

229323

20



PATENTE DE INVENCION  
=====

Your Case 166. Spain.

229323

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento de obtención de 1,3,5-tri-isopropilbenceno".

=====

Solicitantes : CHEMPATENTS, Inc., entidad norteamericana,  
residente en 2 Park Avenue, Nueva York,  
(N.Y.), EE. UU. de A.

=====

- Este invento se refiere a un procedimiento para la preparación de 1,3,5-tri-isopropilbenceno, partiendo de benceno y propileno y, más especialmente, a un procedimiento en el que se hacen reaccionar de 2,5 a 3,5 mols de propileno, aproximadamente, con 1 mol de benceno, en presencia de un catalizador de alquilación tipo Friedel-Craft de reacción ácida, tal como el cloruro de aluminio, para producir una mezcla de reacción que contenga prácticamente todo, o una gran proporción, del tri-isopropilbenceno deseado, junto con mono-isopropilbenceno, di-
- 5.
- 10.



isopropilbenceno y, posiblemente, tetra-isopropilbenceno, o isopropilbencenos más elevados, y se separa de la misma el isopropilbenceno deseado.

5. El tri-isopropilbenceno, es un material de interés comercial, por ejemplo como disolvente, o como ingrediente de los combustibles para motores. El tri-isopropilbenceno es de gran interés como producto intermedio para la preparación de otros productos químicos, tales como los tri-carboxil-bencenos correspondientes
10. (por conversión de cada grupo iso en el grupo carboxilo correspondiente), o del tri-fenol correspondiente (por conversión de cada grupo iso-propilo en el grupo hidroxilo correspondiente, convirtiendo en el hidro-peróxido correspondiente y excisión luego en medio ácido). La técnica se enfrenta con el problema de proporcionar tri-
15. isopropilbencenos y especialmente el isómero 1,3,5 de un modo económico y conveniente, partiendo de materias primas fácilmente asequibles.

20. La reacción del benceno con propileno en presencia de un catalizador de reacción ácida, tal como el cloruro de aluminio u otro catalizador del tipo Friedel-Craft, es sabido que proporciona mezclas de los distintos derivados de alquilación posibles, muchos de los cuales son difíciles de separar por los medios ordinarios.

25. La solución del problema citado, los descubrimientos asociados con este invento, y los objetos conseguidos de acuerdo con el mismo, tal como se describe a continuación, comprenden los siguientes: la reacción del benceno con propileno en presencia de cloruro de aluminio
30. o de otro catalizador de alquilación tipo Friedel-Craft



5. de reacción ácida, empleando de 2,5 a 3,5 mols de propileno, aproximadamente, por mol de benceno, obteniéndose un producto de reacción que contiene una elevada proporción de 1,3,5-tri-isopropilbenceno; la separación de éste por fraccionado eficiente y el nuevo tratamiento de los demás componentes de aquel producto en la fase de alquilación, siendo prácticamente el 1,3,5-tri-isopropilbenceno el único producto retirado del sistema y, en la operación preferida, usando aproximadamente 3 mols de propileno por mol de benceno; y otros objetos que resultarán evidentes al indicar a continuación los detalles o aplicaciones prácticas de este invento.

10. Para facilitar una comprensión clara de este invento, se describen detalladamente las aplicaciones prácticas preferidas siguientes.

15. En un recipiente de reacción adecuado, con una superficie interior resistente a la corrosión (por ejemplo de vidrio, material cerámico o metal o aleación resistente a la corrosión), equipado con medios de agitación tales como una entrada de gas o un dispositivo mecánico, y con medios para calentar o enfriar el contenido de aquel, tal como un serpentín o envoltura, un condensador de reflujo, un tubo de entrada de gas y, a voluntad, una salida para la retirada de los materiales de bajo punto de ebullición, se cargan:

20. 82,5 partes en peso de cloruro de aluminio,  
1650 partes de benceno (químicamente puro o exento de tiofeno)  
82,5 partes de ácido clorhídrico anhidro (añadido gradualmente); y luego se hacen absorber por estos materiales  
25. 2575 partes de propileno (por ejemplo en forma de propileno gaseoso al 95%).

30. durante un periodo de unas 5,5 horas, con agitación, mientras se conserva la temperatura entre 70 y 100°C. por

229323



5. ejemplo alrededor de 75°C. Esta temperatura puede mantenerse, bien haciendo pasar agua de refrigeración a través del medio indirecto de cambio de calor, o permitiendo que la mezcla hierva y sometiendo a reflujó 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 en exceso.

10. A continuación se enfría la masa de reacción que se separa en un complejo o compuesto de catalizador (fase inferior) y una fase hidrocarburada; esta última se lava con un volumen aproximadamente igual de solución acuosa de cáustico al 10%, y a continuación se lava de nuevo con un volumen igual de agua. La fase hidrocarburada resultante, lavada, se destila empleando una columna  
15. eficiente (por ejemplo una columna de 1,20 mts. de altura y 38 mm. de diámetro rellena de pequeñas hélices de cristal para pequeña escala). El producto principal de la destilación (98% de la carga) es 1,3,5-tri-isopropilbenceno (punto de ebullición 232-3°C. a la presión atmosférica).  
20.

El resto del fraccionamiento, hidrocarburado, puede volverse a introducir en la reacción de alquilación.

25. El procedimiento de este invento puede aplicarse de modo continuo, método especialmente interesante para la aplicación comercial. El aparato de reacción puede cargarse continuamente con la fase reintroducida que contiene el catalizador, más el cloruro de aluminio de corrección, si se precisa, así como ácido clorhídrico adicional, si es necesario. Se introducen continuamente  
30. en el reactor o aparato de reacción benceno y propileno en

229323



- las proporciones necesarias, y una parte de la mezcla de reacción se extrae continuamente del aparato de reacción, se deja separar la capa de catalizador inferior que vuelve a introducirse en la vasija de reacción, y la capa hidrocarburada superior se hace pasar a través de una
5. serie de depuradores o lavadores, con preferencia en contra-corriente, primero con el cáustico acuoso y luego con el agua. El hidrocarburo depurado se hace pasar a un sistema de fraccionamiento en el que se separan
10. las colas ligeras y vuelven a introducirse, con preferencia después de secarse. El destilado principal es el 1,3,5-tri-isopropilbenceno, producto deseado. Las últimas fracciones del sistema de fraccionado pueden introducirse de nuevo en la vasija de reacción ( si se desea, estos productos pueden destilarse a la temperatura crítica,
15. antes de volverlos a introducir, para eliminar las breas).

- Este invento está relacionado con el sorprendente descubrimiento de que la mezcla del aparato de reacción puede contener, aproximadamente, hasta el 99% en
20. peso de 1,3,5-tri-isopropilbenceno. Este máximo se consigue por lo menos muy aproximadamente, para los fines prácticos, si la relación de propileno (incluyendo los grupos isopropilo equivalentes acoplados al anillo bencénico en cualquier material nuevamente tratado) al
25. benceno total es del orden de 2,8 a 3,2 aproximadamente sobre una base molar. Sin embargo pueden admitirse límites un poco más amplios, por ejemplo el inferior hasta unas 2,4 mols, y el superior hasta 3,5 mols de propileno por mol de benceno. Pueden añadirse relaciones
30. más elevadas pero la experiencia demuestra que no resulta



práctico la absorción de mucho más de 3 mols de propileno por mol de benceno. Si se utilizan menos de 2,4 mols de propileno por mol de benceno, el procedimiento puede resultar antieconómico, a causa de la gran cantidad de materiales que deben destilarse y someterse a nuevo tratamiento. Desde luego es conveniente evitar las relaciones excesivas de propileno, u otras condiciones que podrían dar lugar a la formación de un isómero tetrao superior.

5. Pueden utilizarse tipos de propileno fácilmente asequibles, con preferencia exentos de otros materiales no saturados. El sistema o aparato de reacción puede dotarse de salidas para la retirada de los hidrocarburos de bajo punto de ebullición que no reaccionen en él. En lugar de volverlas a introducir en el aparato de reacción, pueden retirarse como destilados de cabeza una fracción de hexano, de cumeno o de di-isopropilbenceno.

10. El benceno que se hace reaccionar, debe estar exento de otros cuerpos aromáticos (excepto cumeno o di-isopropilbenceno) y puede contener algunas parafinas, susceptibles de disociarse en el sistema; convenientemente, contiene muy poco azufre, y con preferencia está exento de él.

15. Pueden obtenerse resultados análogos a los anteriores, con varias modificaciones. El catalizador de reacción de los hidrocarburos, puede ser cualquier tipo de catalizador de alquilación, Friedel-Craft de reacción ácida, tal como fluoruro de hidrógeno, trifluoruro de boro, y similares. La temperatura de reacción puede ser del orden de -80 a 150°C. con preferencia de 50 a 110°C.

20. para el catalizador cloruro de aluminio. El tiempo de

25.

30.



- 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 reducidos, y el catalizador, la temperatura y el tiempo se escogen para que proporcionen la conversión deseada en las condiciones interesadas. Puede añadirse cloruro de aluminio catalizador, según se precise, (por ejemplo según se determine por una reacción de prueba de la alquilación, empleando como catalizador una muestra del residuo que vuelve a introducirse por su actividad catalítica).
5. El catalizador apurado se trata con agua que contenga de 15 a 30% de ácido clorhídrico, para desintegrar el complejo de catalizador, y la fase hidrocarburada resultante se separa y vuelve a utilizarse en el sistema.
10. Una característica altamente interesante del procedimiento de este invento es que el propileno y el benceno que se hacen reaccionar, pueden convertirse en el 1,3,5-tri-isopropilbenceno correspondiente y deseado, prácticamente con el rendimiento teórico, sin obtener cantidades económicamente indeseables de subproductos.
15. Desde el punto de vista económico esto es altamente interesante, ya que la utilidad comercial del procedimiento, practicamente, está en relación directa con el producto 1,3,5-tri-isopropilbenceno deseado.
20. Es desde luego sorprendente que el procedimiento de este invento puede aplicarse de modo conveniente con elevadas conversiones, para obtener un rendimiento prácticamente teórico del producto deseado.
25. Teniendo presente lo anteriormente expuesto, los peritos en la materia comprenderán fácilmente la
- 30.



posibilidad de introducir variaciones y modificaciones en el invento, y se trata de que éste comprenda todas aquellas variaciones y modificaciones, excepto en el caso de no estar comprendidas en el alcance de las reivindicaciones adjuntas.

5.

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 alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento de obtención de 1,3,5-tri-isopropilbenceno"; caracterizándose por lo siguiente:

10.

15.

1ª.- Procedimiento de obtención de 1,3,5-tri-isopropilbenceno, caracterizado por comprender el hacer reaccionar aproximadamente de 2,4 a 3,5 mols de propileno con 1 mol de benceno, en presencia de un catalizador de alquilación tipo Friedel-Craft, de reacción ácida, para producir una mezcla de reacción que contenga una gran proporción de 1,3,5-tri-isopropilbenceno, y el separar de la misma el 1,3,5-tri-isopropilbenceno.

20.

2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el residuo, después de la separación del 1,3,5-tri-isopropilbenceno, vuelve a pasarse a la etapa de alquilación.

25.

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

30.



4<sup>o</sup>.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque el catalizador es el trifluoruro de boro.

5. 5<sup>o</sup>.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque el catalizador es el fluoruro de hidrógeno.

10. 6<sup>o</sup>.- Procedimiento de obtención de 1,3,5-triisopropilbenceno; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 20 JUN 1955

CEEMPATENTS, Inc.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET

P. R.