

PATENTE DE INVENCIÓN

Your Case 364 - Spain



252357

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de producción de isopreno"

Solicitante: SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC., entidad norteamericana,
residente en 2 Park Avenue, Nueva York 16, (N.Y.),
EE.UU. de A.

Este invento se refiere a la producción de isopreno. Más especialmente, este invento se relaciona con la producción de isopreno partiendo de neohexano y sus derivados. Mas especialmente, este invento se

5. relaciona con procedimientos para la producción de isopreno



- 2 - 252357

partiendo de neohexano y que comprenden las etapas de deshidrogenar el neohexano para producir neohexeno y desmetilar el neohexeno para obtener isopreno.

5. Es conocido en la técnica el que el isopreno puede prepararse partiendo de hidrocarburos alifáticos, por una variedad de métodos integrados por varias combinaciones de etapas. Muchos de estos métodos, requieren grandes cantidades de materiales difíciles de obtener, y producen además rendimientos totales relativamente bajos, haciendo por tanto antieconómico dichos procedimientos.

10. Otro inconveniente con que se ha tropezado en la técnica, es la gran necesidad de energía térmica de los procedimientos para la producción de isopreno, especialmente cuando se precisan las etapas de deshidrogenación, craking y destilación, para obtener el producto deseado.

15. Constituye una característica de este invento el obtener isopreno partiendo de materiales disponibles en cantidades abundantes, tal como fracciones de hidrocarburos C_6 que pueden separarse fácilmente para proporcionar los "precursores" del isopreno.

20. Otra característica de este invento consiste en utilizar corrientes de parafina, tal como la producida por isomerización de nafta ligera, como origen de neohexano. Las mezclas de parafinas isómeras de las cuales puede obtenerse el neohexano por destilación, se producen frecuentemente para la fabricación de gasolina de elevado número de octano, y pueden encontrarse a coste reducido en cantidades abundantes, de tal modo que la gasolina puede utilizarse como material de partida para la producción de isopreno, proporcionando
- 25.
- 30.

252357



- 3 -

así un método económico para la obtención de isopreno.

5. Constituye otra característica de este invento, el utilizar los hidrocarburos que se forman como sub-producto en la producción de isopreno, como manantial de energía térmica para el procedimiento, proporcionando así un método económico para obtener combustible y reducir al mínimo los costes de la potencia y de la utilización de dichos procedimientos.

10. Se comprenderá que otra característica de este invento es proporcionar un procedimiento para la producción de isopreno que, utilizando neoheptano como material básico principal, hace posible la recuperación y nuevo tratamiento fáciles de las porciones de material de partida que no hayan experimentado la conversión en las primeras etapas del procedimiento.

15. Otra característica de este invento es el producir isopreno con buenos rendimientos, partiendo del neoheptano, aprovechando la estructura única del neoheptano, que forma solo una olefina, el neohepteno, por deshidrogenación.

20. Otra característica de este invento es proporcionar un nuevo método por medio del cual el neoheptano puede deshidrogenarse para producir neohepteno, que por crakización, da lugar al isopreno.

25. Una nueva característica de este invento es proporcionar un nuevo método por medio del cual el neohepteno puede crakizarse térmicamente para producir isopreno.

30. Un tipo preferido de este invento comprende, en un procedimiento para la producción de isopreno, las

252357



- 4 -

- etapas de deshidrogenar neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; el separar el neohexano del neohexeno; el volver a tratar el neohexano para la etapa de deshidrogenación; el crakizar el neohexeno para
5. producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos; de separar el isopreno de los demás hidrocarburos, y el emplear estos como manantial de energía térmica para el procedimiento.

- Todavía otro tipo preferido, comprende las etapas
10. de separar el neohexeno y otros hidrocarburos C_6 ; de una fracción hidrocarburada C_6 ; de isomerizar los hidrocarburos C_6 separados; de tratar nuevamente el isomerizado para la etapa de separación; el deshidrogenar dicho neohexano separado para formar una mezcla de neohexano y
15. neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno citado; el volver a tratar el neohexano separado, para la etapa de deshidrogenación; de crakizar dicho neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos; de separar isopreno y los demás hidrocarburos citados, y uti-
20. lizar estos como un generador de energía térmica para el procedimiento.

- Otro tipo preferido comprende las etapas de producir neohexano partiendo de los "precursores" del neohexano; de separar el neohexano de dichos precursores;
25. de volver a tratar los precursores separados para la etapa de preparación de neohexano; de deshidrogenar dicho neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar neohexano del neohexeno y de crakizar dicho neohexeno para producir una mezcla de
30. isopreno y otros hidrocarburos, y de recuperar el isopreno.

252357



- 5 -

Otros objetos de este invento resultarán evidentes de la descripción siguiente del mismo.

5. La fig. 1 es una representación esquemática de un tipo de este invento, en el que el isopreno se produce partiendo de la gasolina.

La fig. 2 es una representación esquemática de un tipo del invento, en el que el neohexano se obtiene de una corriente de hidrocarburo C_6 .

10. La fig. 3 es una representación esquemática de un tipo del invento, en el que el neohexano se produce partiendo de un precursor, el propileno, por dimerización e hidrogenación.

15. Con referencia a la fig. 1, la gasolina se introduce, por la tubería 10, en el separador 12, y el neohexano se retira, como destilado, por la tubería 13. El residuo se elimina por la tubería 11. El destilado de la tubería 13 se introduce en el deshidrogenador 15, y los productos de deshidrogenación se llevan, por la tubería 16 al separador 18. El neohexano se retira del separador y por la tubería 19 se introduce en el crakizador 20. El neohexano sin reaccionar, se separa de la parte superior del separador 18 y se dirige, para su nuevo tratamiento, por la línea 21, al deshidrogenador 15. El neohexano se crakiza en el crakizador 20 para formar isopreno y otros hidrocarburos, tales como metano y etano. Esta mezcla se introduce, por la tubería 22, en el separador 23 del que el isopreno producido se retira por la tubería 27; el neohexano producido y sin crakizar vuelve a tratarse, llevándolo por la tubería 25 al crakizador 20, y los otros hidrocarburos se retiran por

20.

25.

30.

252357

- 6 -

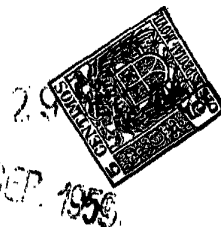


la tubería 24, para usarse como combustible en el procedimiento; por ejemplo, en el crackizador 20, el deshidrogenador 15 o en cualquier otro lugar en que se precise combustible durante el procedimiento.

5. Con referencia a la fig. 2, se introduce por la línea 30 una corriente de parafina C_6 , en el separador 31. El neohexano se retira por la tubería 35 y los demás hidrocarburos C_6 que se separan de la corriente, se llevan, por la tubería 32 al dispositivo de isomerización 33.
10. Los hidrocarburos C_6 se isomerizan, y el isomerizado vuelve a tratarse en el separador 31 al que llega por la tubería 34. El neohexano que está contenido en el isomerizado, se retira por la tubería 35 dirigiéndose al deshidrogenador 15, y las etapas de deshidrogenación y crackización,
15. se llevan a cabo como se describe con respecto a la fig. 1.

- Con referencia a la fig. 3, se introduce propileno en el dimerizador 41, por la tubería 40. Después de la dimerización, los productos, por la tubería 42 se dirigen al separador 46. El propileno sin reaccionar se trata de nuevo en el dimerizador, al que llega por la tubería 44. Los productos mas densos, se retiran por la tubería 45. Las olefinas C_6 que contienen neohexeno, se llevan por la tubería 47 al hidrogenador 48 en el que se hidrogenan, y luego por la tubería 48 pasan al interior del isomerizador 50. Los productos de isomerización, por la tubería 57, se dirigen al separador 52 y el neohexano se retira por la tubería 54 dirigiéndose al deshidrogenador 15, y las etapas de deshidrogenación y crackización, se
- 20.
- 25.
30. llevan a cabo como se ha descrito en relación con la

252357



- 7 -

fig. 1. Las parafinas C_6 restantes, vuelven a tratarse en el isomerizador 50, al que llegan con la tubería 53.

5. El neohexano puede producirse también isomerizando hidrocarburos parafínicos C_6 sobre un catalizador de cloruro de aluminio, en presencia de ácido clorhídrico. La isomerización se realiza corrientemente a una temperatura de unos $100^{\circ}C.$, en presencia de hidrógeno a una presión absoluta de 70 kg/cm^2 . El hidrógeno se emplea para inhibir el desproporcionamiento y la crakización. En
10. lugar de hidrógeno, pueden usarse nafteno o benceno para la inhibición del craking. Para la isomerización a presiones de unas 25 atmósferas en presencia de hidrógeno, pueden utilizarse otros catalizadores, tales como óxidos metálicos, por ejemplo de níquel o cobalto sobre sílice-alúmina. Dichas reacciones pueden realizarse a temperatura
15. del orden de $300-450^{\circ}C.$ aproximadamente.

- Otro método para la producción de neohexeno, que puede emplearse, es la isomerización de dimetilbutenos para pasar a neohexeno. Este puede producirse
20. también haciendo reaccionar iso-butano y etileno.

- En otro método, el neohexeno se produce haciendo reaccionar cloruro de butilo terciario con etileno, sobre un catalizador de cloruro de aluminio o de cloruro férrico, hidrolizando el producto resultante para
25. el hexanol terciario correspondiente y pirolizando el hexanol para producir neohexeno.

- En otro tipo de este invento, el neohexeno se produce directamente partiendo de metil ter-butil carbinol, por deshidratación y crakizando luego para pasar a isopreno.
- 30.

252357



- 8 -

Otros métodos de obtención del isopreno partiendo de los precursores del neohexano y utilizando las enseñanzas de este invento, resultarán evidentes como resultado de estas explicaciones, y se trata de que este invento abarque la formación de neohexano partiendo de estos otros precursores, o sea de sustancias que preceden a la formación de dicho neohexano.

5.

Este invento se aclara, sin restringirse, por las aplicaciones siguientes.

10.

Tal como se utiliza en esta Memoria, las partes y porcentajes son ponderales, de no indicarse lo contrario.

EJEMPLO 1.

Se hace pasar una mezcla de neohexano sobre un catalizador de platino-alúmina a una temperatura de unos 600°C., durante un período de contacto de 2,8 segundos aproximadamente.

15.

El producto condensado se separa en neohexano, que hierve a 41,2°C., y todos los demás componentes, que comprenden especialmente la mayor parte de neohexano sin reaccionar y algunos otros isómeros de olefinas y parafinas. Estos pueden saturarse con hidrógeno, en una etapa catalítica separada, y volverse a tratar en el isomerizador.

20.

El neohexeno resultante se diluye con nitrógeno en una relación molar de nitrógeno a neohexeno de 7,6:1, y se introduce en un reactor tubular que tenga una relación de longitud a diámetro, de 50:1 aproximadamente, que está relleno con gránulos de carburo de silicio, aproximadamente en la mitad de su longitud, en el extremo de descarga, a un ritmo de 10,7 volúmenes de líquido por

25.

30.

252357



- 9 -

hora, por volumen de reactor. La crakización se lleva a cabo a una temperatura de unos 800°C., y se obtiene una conversión de 77,5% y una selectividad para el isopreno de 34,6%.

5. EJEMPLO 2.

Se repite el ejemplo 1 usando un catalizador cromo-alúmina en lugar de un catalizador platino-alúmina. Prácticamente, se obtienen resultados análogos.

10. La etapa de deshidrogenación se realiza en un sistema catalizador libre de ácido, a una temperatura de unos 450 á 900°C., con preferencia de 500 á 650°C. y, convenientemente, de 575 á 625°C. La presión es de 0,1 á 10 atmósferas aproximadamente, con preferencia de 0,5 á 1,5 atmósferas y, convenientemente próxima a la atmosférica.
15. El tiempo de contacto es de alrededor de 0,2 á 100 segundos, con preferencia de 0,5 á 20 segundos y, convenientemente, de 0,8 á 10 segundos. La temperatura y el tiempo de contacto son interdependientes, prefiriéndose cortos tiempos de contacto para las temperaturas elevadas, y al contrario. El catalizador es platino-alúmina, cromo-alúmina o cualquier otro catalizador de deshidrogenación adecuado, libre de ácido, con el que se evite la isomerización estructural indeseable.

25. La etapa de crakización, se lleva a cabo a una temperatura de unos 650 á 900°C con preferencia de 700 á 850°C. y, convenientemente, de 760 á 800°C. El tiempo de contacto para la crakización, puede ser de 0,01 á 1,0 segundos aproximadamente. Puede emplearse material de relleno tal como gránulos de carburo de silicio, u otro o nitrógeno
30. equivalente cualquiera. El diluyente puede ser vapor/o

252357



- 10 -

cualquier otro gas inerte. Se prefiere el vapor en las operaciones comerciales, aunque se utiliza el nitrógeno, por conveniencia, en muchos experimentos de laboratorio. La presión es de alrededor de 0,1 a 1,0 atmósferas, con preferencia de 0,5 a 1,5 y convenientemente próxima a la atmosférica.

Teniendo en cuenta la descripción anterior, para los peritos en la materia resultarán evidentes las variaciones y modificaciones de posible introducción; se trata de que este invento abarque todas las variaciones y modificaciones citadas, excepto cuando no estén comprendidas en el alcance de las reivindicaciones adjuntas.

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. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con fecha 2 de Octubre de 1958 nº 764.876 accogiéndose por lo tanto, a los 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 de producción de isopreno"; caracterizándose por lo siguiente:

1º.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de deshidrogenar neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno; de crackizar el

252357



- 11 -

neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos, y de recuperar el isopreno.

5. 2^a.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de deshidrogenar neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno; de tratar de nuevo el neohexano en la etapa de deshidrogenación; de crakizar el neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos, y de recuperar el isopreno.

10. 3^a.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de deshidrogenar neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno; de crakizar el neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos; de separar el isopreno y los demás hidrocarburos y de utilizar estos como manantial de energía térmica para el procedimiento.

15. 4^a.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de deshidrogenar neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno; de volver a tratar el neohexano en la etapa de deshidrogenación; de crakizar el neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos; de separar el isopreno y los otros hidrocarburos, y el emplear estos hidrocarburos como manantial de energía térmica para el procedimiento.

20. 5^a.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de separar neohexano de una fracción de hidrocarburos C₆; de deshidrogenar el neohexano para formar una mezcla de neohexano y

25. 30.

252357



- 12 -

neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno; de crakizar el neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos, y de recuperar el isopreno.

5. 6º.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de separar neohexano de una fracción de hidrocarburos C_6 ; de deshidrogenar el neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno; de someter nuevamente el neohexano a la etapa
- 10 de deshidrogenación; de crakizar el neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos, y de recuperar isopreno.

15. 7º.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de separar neohexano de una fracción de hidrocarburos C_6 ; de deshidrogenar el neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno; de crakizar el neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos; de separar el isopreno
20. y los demás hidrocarburos, de utilizar los otros hidrocarburos como manantial de energía térmica para el procedimiento.

25. 8º.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de separar neohexano de una fracción de hidrocarburos C_6 ; de deshidrogenar el neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno; de someter nuevamente el neohexano a la etapa de deshidrogenación; de crakizar el neohexeno para producir una
30. mezcla de isopreno y otros hidrocarburos; de separar el

252357

29



- 13 -

isopreno y los demás hidrocarburos, y de usar estos últimos como un manantial de energía térmica para el procedimiento.

9^a.- Procedimiento de producción de isopreno,

caracterizado por comprender las etapas de separar neohexa-

5. no y otras fracciones de hidrocarburos C_6 , de isomerizar los hidrocarburos C_6 separados; de someter nuevamente el isomerizado a la etapa de separación; de deshidrogenar el neohexano separado para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno; de

10. crackizar el neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos, y de recuperar isopreno.

10^a.- Procedimiento de producción de isopreno,

caracterizado por comprender las etapas de separar neohexa-

15. no y otros hidrocarburos C_6 de una fracción de hidrocarburos; de isomerizar los hidrocarburos C_6 separados; de someter nuevamente el isomerizado a la etapa de separación; de deshidrogenar el neohexano separado, para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano

20. residual del neohexeno; de someter nuevamente el neohexano residual a la etapa de deshidrogenación; de crackizar el neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos, y de recuperar isopreno.

11^a.- Procedimiento de producción de isopreno,

caracterizado por comprender las etapas de separar

25. neohexano y otros hidrocarburos C_6 de una fracción de hidrocarburos C_6 ; de isomerizar los hidrocarburos C_6 separados; de someter de nuevo el isomerizado a la etapa de separación; de deshidrogenar el neohexano separado para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el

30. neohexano del neohexeno; de crackizar el neohexeno para

252357



- 14 -

producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos; de separar el isopreno y los otros hidrocarburos, y de usar/dichos hidrocarburos como manantial de energía térmica para el procedimiento.

5. 12^o.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de separar neohexano y otros hidrocarburos C_6 de una fracción de hidrocarburos C_6 ; de isomerizar los hidrocarburos C_6 separados; de someter nuevamente el isomerizado a la
10. etapa de separación; de deshidrogenar el neohexano separado para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno; de someter nuevamente a la etapa de deshidrogenación el neohexano separado;
15. de crakizar dicho neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos; de separar el isopreno y los demás hidrocarburos, y de emplear dichos hidrocarburos como manantial de energía térmica para el procedimiento.

20. 13^o.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de separar neohexano de una fracción de hidrocarburos; de deshidrogenar el neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno; de crakizar el neohexeno para producir una mezcla de
25. isopreno y otros hidrocarburos, y de recuperar el isopreno.

30. 14^o.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de obtener neohexano partiendo de precursores del mismo; de separar el neohexano de dichos precursores; de deshidrogenar el

252357

29



- 15 -

neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno; de crackizar el neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos, y de recuperar el isopreno.

5. 15^a.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de producir neohexano partiendo de precursores del mismo; de separar el neohexano de los precursores; de deshidrogenar el neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno;
10. de separar el neohexano del neohexeno; de someter nuevamente el neohexano separado a la etapa de deshidrogenación; de crackizar el neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos; de separar el isopreno y los otros hidrocarburos; y de emplear estos últimos como
15. manantial de energía térmica para el procedimiento.

- 16^a.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de obtener neohexano partiendo de precursores del mismo; de separar el neohexano de los precursores; de someter nuevamente
20. los precursores separados a la etapa de preparación de neohexano; de deshidrogenar el neohexano para formar una mezcla de neohexano y neohexeno; de separar el neohexano del neohexeno, y el crackizar el neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos, y
25. de recuperar el isopreno.

17^a.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender las etapas de crackizar neohexeno para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos, y de recuperar isopreno.

30. 18^a.- Procedimiento de producción de isopreno,

252357



- 16 -

5. caracterizado por la etapa de crackizar neohexeno a una temperatura del orden de 650 á 900°C aproximadamente y a una presión del orden de 0,1 á 10 atmósferas aproximadamente, un con/tiempo de contacto de alrededor de 0,01 á 1,0 segundo para producir una mezcla de isopreno y otros hidrocarburos, y de recuperar el isopreno.

10. 19^a.- Procedimiento de producción de isopreno, caracterizado por comprender la producción de neohexeno partiendo del neohexano, y la fase de deshidrogenar éste en un sistema libre de ácido, a una temperatura del orden de 450 á 900°C. aproximadamente y a una presión del orden de 0,1 á 10 atmósferas aproximadamente, en presencia de un catalizador libre de ácido y con un tiempo de contacto de 0,2 á 10 segundos.

15. 20^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 19^a, caracterizado porque el catalizador libre de ácido comprende platino-alúmina.

20. 21^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 19^a, caracterizado porque el catalizador libre de ácido comprende cromo-alúmina.

22^a.- Procedimiento de producción de isopreno; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en el adjunto dibujo.

25. Esta memoria consta de dieciséis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC.

J. BÓMEZ ACEBO Y MODET

252357



FIG. 1

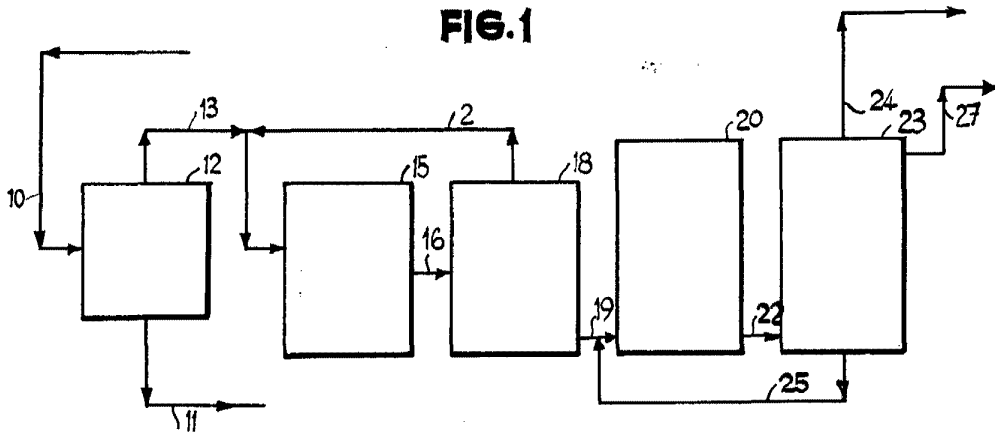


FIG. 2

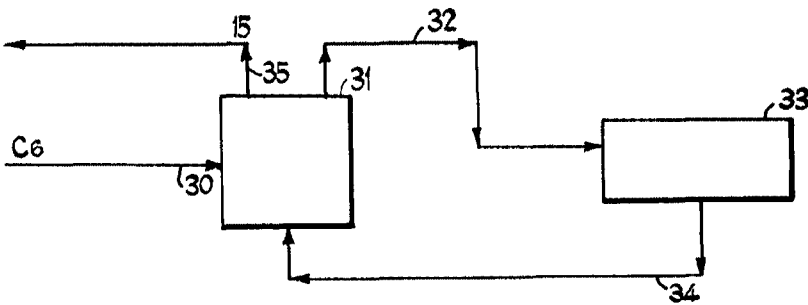
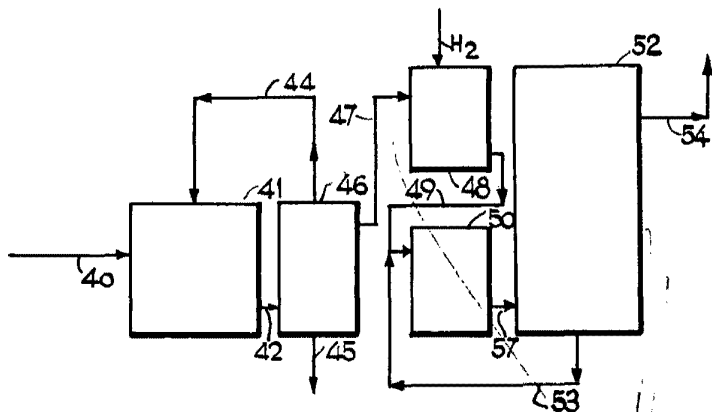


FIG. 3



MADRID, DE 1959.
SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC.
P. P.

J. GOMEZ AGUIRRE Y. MODELA