



PATENTE DE INVENCION  
=====

Your Case No. 433.

258956

258956

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento perfeccionado para la obtención  
de ácido adípico".

=====

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

=====

Este invento se refiere a un procedimiento  
perfeccionado para oxidar hidrocarburos nafténicos tales  
como ciclohexano, y, más especialmente, se relaciona con  
un procedimiento perfeccionado para la oxidación de ciclo-  
hexano para formar ácido adípico.

5.

258956



La producción de compuestos oxigenados, tales como el ácido adípico, por oxidación de ciclohexano, es ya conocida. Cuando el ciclohexano se oxida, se forma un producto intermedio, parcialmente oxidado, comunmente

5. denominado "aceite", que comprende una mezcla que contiene ciclohexanona y ciclohexanol, que es adecuada para su conversión en ácido adípico. Los componentes, ciclohexanona y ciclohexanol, que forman la mayor parte del contenido del aceite, son corrientemente precursores adecuados del
10. ácido adípico, cuando se oxida con ácido nítrico. Pero el empleo del ácido nítrico puede no ser siempre económicamente aplicable y a veces resulta inconveniente o de aplicación difícil.

Se han realizado intentos, con anterioridad, para resolver este problema, utilizando el aire como material oxidante, en lugar del ácido nítrico. Pero ninguno de aquellos ha conseguido un verdadero éxito. Por ejemplo, una oxidación de ciclohexano con aire en fase única, del tipo descrito en la patente norteamericana

20. nº 2.223.493, demostró no ser satisfactoria a causa de los bajos rendimientos de ácido adípico. Otros procedimientos de oxidación, tales como el descrito en las patentes norteamericanas núms. 2.439.513 y 2.557.282, en el que el ciclohexano se oxida primeramente con aire,
25. y luego con ácido nítrico, no resultaron convenientes por no eliminar los efectos perjudiciales ocasionados por el empleo del ácido nítrico y por los humos de óxido resultantes.

30. Además otros procedimientos de oxidación comprenden el separar la ciclohexanona y el ciclohexanol,

258956



constituyentes encontrados en el producto oleaginoso de la primera etapa de oxidación, y el oxidar después con aire la ciclohexanona separada. Esto limita el rendimiento de ácido adípico a la cantidad de ciclohexanona existente en el aceite.

5.

Constituye por tanto un objeto importante de este invento el proporcionar un procedimiento perfeccionado para la oxidación del ciclohexano, que comprende el poner en contacto el ciclohexano en la fase líquida con oxígeno molecular, a una temperatura reducida para producir un aceite que contenga ciclohexanona y ciclohexanol, y oxidar luego el aceite mencionado para obtener rendimientos óptimos de ácido adípico.

10.

Otro objeto de este invento es proporcionar un procedimiento sencillo y económico para la oxidación directa del ciclohexano con oxígeno molecular, para la producción de rendimientos óptimos de ácido adípico.

15.

Otros objetos, características y ventajas de este invento, resultarán evidentes a los peritos en la materia, de la descripción detallada siguiente de un tipo preferido del mismo, junto con el examen del dibujo, en el que

20.

la figura única es un esquema de circulación que representa los principios implicados en el procedimiento de este invento.

25.

De acuerdo con este invento, se ha comprobado que se obtienen los rendimientos óptimos de ácido adípico, por la oxidación directa del ciclohexano con oxígeno molecular, en dos etapas; la primera etapa de oxidación

30.

implica una conversión a baja temperatura del ciclohexano,

258956



para proporcionar un aceite que contenga precursores de ácido adípico que resultan admirablemente adecuados para la conversión en ácido adípico en una segunda etapa de oxidación.

5. Para hacer resaltar la mejora con la que se relaciona este invento, se hace referencia a la solicitud pendiente de R.S. Barker y otros, nº de serie 782.461, presentada el 23 de diciembre de 1958. En general, la solicitud antes citada describe un método
10. de producción de ácido adípico que comprende el oxidar ciclohexano con aire a una temperatura de unos 150°C, para formar un aceite que contenga una relación ponderal de ciclohexanona/ciclohexanol de 1:1 como mínimo aproximadamente, y a continuación oxidar el aceite con aire,
15. para formar ácido adípico.
- Con gran sorpresa, se ha descubierto que una mejora muy importante del procedimiento para la producción de ácido adípico, puede obtenerse si el ciclohexano se oxida parcialmente a baja temperatura con un gas que
20. contenga oxígeno molecular, y el aceite resultante se oxida finalmente con un gas que contenga oxígeno molecular. Cuando la conversión a baja temperatura del ciclohexano en un aceite intermedio, se realiza a temperaturas inferiores a unos 140°C. seguidas por una oxidación del
25. aceite al estado de ácido adípico, usando un gas que contenga oxígeno molecular en cada uno de los casos, el rendimiento final en ácido adípico es apreciablemente superior. Aunque la razón por la que la combinación de una conversión a baja temperatura del ciclohexano con
30. la oxidación del aceite producido por esta conversión

258956



produce rendimientos superiores de ácido adípico no está completamente explicada, se cree que los rendimientos totales de ciclohexanona y ciclohexanol así como de otros precursores del ácido adípico, en el

5. aceite intermedio, aumentan y, quizá, se consigue una relación más favorable entre la ciclohexanona y el ciclohexanol.

Este invento se describirá en relación con la oxidación de la ciclohexanona, en la que el oxígeno molecular, convenientemente aire, entra en contacto con el ciclohexano en una zona de temperaturas relativamente bajas, para formar un aceite intermedio, y a continuación se oxida el aceite en un disolvente, con oxígeno molecular, para producir ácido adípico. En la práctica

10. preferida de este invento, el ciclohexano se oxida en la fase líquida con aire, para formar un aceite intermedio que tiene una relación ponderal de ciclohexanona a ciclohexanol de por lo menos alrededor de 1:1, y a continuación el aceite se oxida en un disolvente, con

15. aire. Sin embargo debe tenerse presente que no se trata de limitar este invento al procedimiento citado y que podrían oxidarse análogamente otros hidrocarburos nafténicos con otros gases que contengan oxígeno.

Una característica importante de este invento

25. consiste en las condiciones que prevalecen durante el período de la oxidación inicial de la ciclohexanona constitutiva del material introducido. Es esencial que la temperatura se mantenga dentro de un amplio campo, entre unos 100°C. y unos 140°C. y, con preferencia, entre

30. 125°C. y 135°C. aproximadamente. A temperaturas inferiores



258956

a unos 100°C., el grado de oxidación de ciclohexano es lento y no es deseable desde el punto de vista económico.

A temperaturas superiores a 140°C. la relación ponderal de ciclohexanona y ciclohexanol disminuye, lo cual, por

5. oxidación ulterior, dá por resultado rendimientos inferiores de ácido adípico.

Con referencia al dibujo, el ciclohexano, procedente de un depósito 10 del mismo se introduce, en

10. la fase líquida, -a través de una tubería 12 regulada por una válvula de entrada-, al interior de una primera

etapa de oxidación que comprende uno o más reactores;

a continuación se describe el único reactor 14 que se representa, que puede ser de construcción más o menos

15. convencional y estar constituido por metal impermeable o resistente a la corrosión, no afectado por los reactivos, tal como acero inoxidable. El aire que circula en

un distribuidor 18 pasa desde un conducto 20 al interior del reactor 14 junto con una cantidad adecuada de material

catalizador, tal como naftenato de cobalto, y se representa penetrando en el reactor 14 a través de una tubería

20. separada 22. La alimentación de ciclohexano se oxida en el reactor 14, y el líquido efluente resultante, que

comprende ciclohexano sin reaccionar y aceite, se conduce a través de una tubería de conexión 24 al interior de

25. una zona de separación del ciclo-hexano o columna de destilación 26 u otro medio de separación adecuado, para

separar del aceite el ciclohexanol sin reaccionar. La salida de gas o efluente gaseoso del reactor 14, que

contiene aire, ciclohexano sin reaccionar y otros productos volátiles, abandona el reactor por un conducto 28 y

- 30.

258956



- puede tratarse ulteriormente en un dispositivo de recuperación 30 en el que se recupera el ciclohexano sin reaccionar, por ejemplo por un dispositivo de condensador y de adsorción u otro medio adecuado, y el ciclohexano recuperado se devuelve al depósito de alimentación 10 por una tubería de retorno 32. El gas agotado del dispositivo de recuperación 30 puede descargarse a la atmósfera por una tubería de escape 36, o emplearse para el cambio térmico en cualquier punto del procedimiento, si así se desea.
- 5.
- 10.
- De acuerdo con este invento, la oxidación del ciclohexano con oxígeno molecular se lleva a cabo en una zona de primera etapa de oxidación, en el reactor 14, sometido a condiciones de temperatura reducida que se mantiene en general en la zona comprendida entre 100°C y 140°C. aproximadamente y se controla con preferencia entre 125°C. y 135°C. aproximadamente. Para este objeto, en la tubería 24 del aceite se intercala un cambiador de calor 38 adecuadamente enrollado para suministrar calor al efluente líquido que por ahí pasa y cuya masa principal se retorna al reactor 14 por una tubería 40 de retorno del efluente líquido. De este modo, el efluente de la tubería 24 absorbe calor suficiente del cambiador de calor 38 para introducirse en el reactor 14 a la temperatura de oxidación y en las condiciones precisas de acuerdo con este invento. Al mismo tiempo, se adoptan medidas para enfriar el efluente caliente de re-circulación, en cuanto se han alcanzado las condiciones deseadas de temperatura en el reactor 14. Esto puede realizarse por enrollamiento de equipo
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

258956



- adicional o, convenientemente, proporcionando serpentines adecuados de refrigeración en el cambiador de calor 38. Así, por medio de un equipo adecuado de regulación (no representado) el efluente de la tubería 24 puede calentarse o enfriarse por el cambiador de calor 38, como se
5. precise, para regular de modo ajustable y controlable y mantener la temperatura adecuada en el reactor 14.
- De acuerdo con este invento, se proporciona, en combinación con la etapa de primera oxidación abaja
10. temperatura, una segunda etapa de oxidación en la que el aceite intermedio de la primera etapa de oxidación se oxida nuevamente con oxígeno molecular para convertir prácticamente por completo todo el contenido de ciclohexanona y ciclohexanol del aceite mencionado, en ácido
15. adípico.
- Para este objeto, el efluente de la tubería 24 se hace pasar al interior de la columna de destilación 26 en la que el ciclohexano residual se separa y sale por la tubería 46 para entrar en la tubería de retorno
20. 32 para utilizarse como líquido de alimentación del reactor 14, y el aceite se conduce por una tubería de entrada de aceite 48 al interior de una zona de segunda oxidación que comprende uno o más reactores, representándose en el dibujo un solo reactor 50.
25. Se disponen medios para suministrar reactivos al reactor 50 y para extraer del mismo el ácido adípico producido. Como se representa, dichos medios comprenden un tubo 52 de un disolvente adecuado, controlado en su extremo superior por una válvula 54 y dispuesto para
30. recibir disolvente, con preferencia ácido acético, desde



173956

un origen o depósito de disolvente (no representado).

A través del tubo 56 se admite material catalizador, con preferencia una mezcla de sales de cobre y manganeso; el aceite penetra por la entrada de aceite 48,

5. y se proporciona aire a través de una entrada del mismo 58 adecuadamente conectada al distribuidor de aire 18. La salida de aire 57, proporciona medios para extraer el aire del reactor 50.

10. El producto líquido que contiene ácido adípico y disolvente, se descarga del reactor 50 al interior de una tubería de descarga 60, y luego a una zona de cristalización, convenientemente una serie de cámaras de cristalización; en el dibujo se representa una cámara de cristalización 62 y una cámara de recristalización 64,
15. para obtener cristales de ácido adípico del líquido madre. Con referencia al dibujo, el ácido adípico mojado y cristalizado se conduce desde la cámara de cristalización 62 a un aparato centrífugo 66 en el que los cristales de ácido adípico se recuperan en forma de torta del
20. líquido madre. Como se representa en este caso, la torta se redisuelve en disolvente nuevo en un depósito 68 y luego se cristaliza y centrifuga nuevamente en la cámara de recristalización 64 y en una segunda centrífuga 70, respectivamente. A continuación los cristales de ácido
25. adípico se pasan a un secador 72 para obtener el ácido adípico, producto final.

30. Debe observarse que en las etapas antes descritas que implican la cristalización, centrifugación, recristalización y recentrifugación, se preven como parte de este procedimiento, la mejor recuperación del



258956

disolvente y la separación de los residuos del mismo por los procedimientos más económicos.

Debe tenerse presente, que este invento, representado y descrito anteriormente puede aplicarse por el

5. procedimiento de masas o intermitente, o sobre la base de oxidación continua, o por cualquier combinación adecuada de ambos. En el sistema continuo, la conversión en la primera etapa de oxidación puede realizarse en una serie de reactores análogos al reactor 14 y montados en serie, en los que el efluente oleaginoso de un reactor constituye el material de alimentación para el reactor siguiente, y el aceite que sale del último reactor se oxida en la segunda etapa de oxidación. En el sistema de masas o escalonado, la conversión en la primera
10. etapa de oxidación, puede realizarse también utilizando más de un reactor, pero con los reactores montados en paralelo. Así, mientras la oxidación se realiza en un reactor, puede prepararse un segundo reactor para la oxidación y puede descargarse el contenido de un tercer reactor, etc.

15. Con objeto de indicar todavía más detalladamente la naturaleza de este invento, se añaden los ejemplos siguientes de procedimientos típicos, debiendo tenerse presente que estos ejemplos solo tienen valor ilustrativo y no se destinan en modo alguno a limitar el
20. alcance de dicho invento.

EJEMPLO 1.

25. Se cargan en el reactor 5,2 kg. de ciclohexano, 15,16 g. de ciclohexanol y 100 partes por millon de
30. naftenato de cobalto. Se distribuye aire a través del



ciclohexano a razón de 0,08 SCF/Minuto/kg. de ciclohexano, durante 47 minutos a 150°C. y a 350 libras/pulgada cuadrada.

El efluente líquido resultante se destila hasta eliminar el ciclohexano. Se obtiene 9,8% del efluente, en forma de

5. aceite. A continuación el aceite se añade a ácido acético y se oxida en presencia de una mezcla catalizadora constituida por acetatos de cobre y manganeso, a 80°C. durante aproximadamente 6 horas, con aire a 0,09 SCF/M. Los resultados se indican en la tabla 1.

10. EJEMPLO 2.

Se repite el ejemplo 1 manteniendo prácticamente las mismas condiciones pero realizando la primera etapa de oxidación a 183°C. y 150 libras/pulgada<sup>2</sup> durante 40 minutos. Los resultados se indican en la Tabla 1.

15. EJEMPLO 3.

Se repite el ejemplo 1 manteniendo practicamente las mismas condiciones pero aplicando la primera etapa de oxidación a 125°C. y 350 libras/pulgada<sup>2</sup> durante 240 minutos. Los resultados figuran en la tabla 1.

20. EJEMPLO 4.

Se repite el ejemplo 1 manteniendo prácticamente las mismas condiciones pero aplicando la primera etapa de oxidación a 130°C., durante 160 minutos. Los resultados se indican en la tabla 1.

25. EJEMPLO 5.

Se repite el ejemplo 1 manteniendo prácticamente las mismas condiciones, pero aplicando la primera etapa de oxidación a 135°C. durante 120 minutos. Los resultados se indican en la tabla 1.



EJEMPLO 6.

Se repite el ejemplo/<sup>1</sup>conservándose prácticamente las mismas condiciones pero aplicando la primera etapa de oxidación a 130°C. y 150 libras/pulgada<sup>2</sup>.

5. Los resultados figuran en la tabla 1.

EJEMPLO 7.

Se repite el ejemplo 1 conservando prácticamente las mismas condiciones, pero aplicando la primera etapa de oxidación a 98°C. No se realiza reacción alguna.

10. La tabla siguiente representa los resultados comparativos de los ensayos realizados en las condiciones descritas en los ejemplos anteriores.

TABLA I

<u>Ejemplo</u>	<u>Temp. °C.</u>	<u>Presión libras/2 pulgada</u>	<u>% de aceite en efluente</u>	<u>Relación ponderal ciclohexanona/ciclohexanol</u>	<u>Peso %; rendimiento de ácido adípico por libra de aceite</u>
1	150	350	9.8	0.88	54.2
2	183	150	10.5	1.2	50.1
3	125	350	12.3	1.24	64.0
4	130	350	7.5	1.24	71.4
5	135	350	11.3	1.62	68.5
6	130	150	7.0	0.93	76.3
7	98	350	-	-	-

15. De los datos anteriores se observará que cuando la primera etapa de conversión del ciclohexano se aplica con oxígeno molecular a temperatura reducida, la conversión de ciclohexanoes tal que por ulterior oxidación se obtiene aproximadamente de 18% a 52% de mejora en el rendimiento de ácido adípico, -con respecto al obtenido cuando la



279956

conversión en la primera etapa se realiza a una temperatura de unos 150°C. o superior-, medida sobre la base de peso por ciento de producto de oxidación de la primera etapa de oxidación.

5. Se comprenderá que en los ejemplos anteriores la oxidación en la primera etapa puede realizarse en una serie de zonas de reducción, con preferencia cuatro, cada una de ellas equipada con medios para la introducción de líquidos de alimentación, para la retirada de efluente gaseoso, para la extracción del efluente líquido, y para la introducción de aire. Cada zona está provista de medios de refrigeración y agitadores, y se dispone para funcionar a un grado general de presión de, como mínimo 100 libras/pulgada<sup>2</sup> hasta aproximadamente 500 libras/pulgada<sup>2</sup>, con preferencia 350 libras/pulgada<sup>2</sup>.
10. Análogamente, aunque en los ejemplos anteriores se ha utilizado el aire, puede emplearse cualquier gas que contenga oxígeno molecular, tal como por ejemplo oxígeno o aire enriquecido con oxígeno. Convenientemente, la conversión de ciclohexano en el procedimiento anterior se mantiene entre 5% y 15%, con preferencia, de 7% a 12% y de modo preferido, de 8% a 10%.
15. Aunque en los ejemplos anteriores se utiliza el naftenato de cobalto como catalizador de la primera etapa de oxidación, se comprenderá que pueden emplearse otras sales de cobalto solubles en ciclohexano, por ejemplo acetato de cobalto así como otros catalizadores metálicos de oxidación. Se utilizan en pequeñas cantidades catalíticas de las que puede servir de ejemplo las 100 partes por millón utilizadas en los ejemplos anteriores.
- 20.
- 25.
- 30.

Aunque en los ejemplos anteriores se utiliza el naftenato de cobalto como catalizador de la primera etapa de oxidación, se comprenderá que pueden emplearse otras sales de cobalto solubles en ciclohexano, por ejemplo acetato de cobalto así como otros catalizadores metálicos de oxidación. Se utilizan en pequeñas cantidades catalíticas de las que puede servir de ejemplo las 100 partes por millón utilizadas en los ejemplos anteriores.

258956



Se comprenderá que en el tipo de operación escalonada o de masas o partidas de este invento es conveniente, aunque no esencial, una pequeña cantidad de ciclohexanona para iniciar la reacción en la primera

5. etapa de oxidación. Sin embargo, no es necesario utilizar iniciador cuando el procedimiento se aplica de modo continuo.

10. En funcionamiento, el ciclohexano se introduce en la zona de oxidación de primera etapa, a una velocidad espacial del orden de 2 a 125, convenientemente de 15 a 60, y con preferencia, de 30. Tal como en este caso se emplea, la denominación "velocidad espacial" se destinan a indicar volumen por volumen de líquido en el reactor, por hora.

15. El efluente en vapor en los ejemplos anteriores, se enfría aproximadamente entre 10° y 15°C.

20. Aunque se emplea ácido acético como disolvente en los ejemplos anteriores, debe tenerse presente que pueden utilizarse si así se desea, otros disolventes tales como ácidos monocarboxílicos alifáticos inferiores, tales como los ácidos propiónico, butírico, isobutírico, valérico y similares.

25. La segunda etapa de oxidación puede aplicarse en la zona de temperaturas comprendida entre 70° y 105°C. aproximadamente, y a presiones de 95 a 400 libras/pulgada<sup>2</sup>, aproximadamente siendo una temperatura conveniente la de unos 75°C. a 90°C., y una presión deseable la de 100 a 350 libras/pulgada<sup>2</sup>, prefiriéndose 80°-85°C. y 100 libras/pulgada<sup>2</sup>.

30. De la descripción anterior resulta evidente que este invento proporciona un procedimiento perfeccionado

288956



para la obtención de rendimientos óptimos de ácido adípico, y que comprende el oxidar ciclohexano con oxígeno molecular, a baja temperatura, entre 100°C. y 140°C. en la primera etapa de oxidación, para formar un aceite intermedio, en combinación con una segunda etapa de oxidación del mencionado aceite, con oxígeno molecular.

5.

Se comprenderá que sin separarse del espíritu y alcance de este invento pueden introducirse en el mismo modificaciones y variaciones.

10.

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 este invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con fecha 17 de junio de 1959, nº ser. 820.989 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios

15.

Internacionales en vigor, siendolo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento perfeccionado para la obtención de ácido adípico"; caracterizándose por lo siguiente:

20.

25.

1º.- Procedimiento perfeccionado para la obtención de ácido adípico, caracterizado por utilizarse la oxidación parcial del ciclohexano poniendo en contacto este cuerpo en fase líquida con un gas que contenga oxígeno molecular, a una temperatura reducida, entre 100°C. y 140°C. y por mantenerse esta temperatura durante un período suficiente

30.



258956

hasta producirse un aceite que contiene ciclohexanona y ciclohexanol en la relación aproximada de 1:1.

5. 2º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado por poner en contacto el aceite citado en un disolvente en presencia de un catalizador, con un gas que contenga oxígeno molecular, para convertir dicho aceite en ácido adípico.

10. 3º.- Procedimiento para la obtención de ácido adípico, caracterizado por comprender el poner en contacto ciclohexano en la fase líquida, a una temperatura baja, entre 100º y 140º C., con un gas que contenga oxígeno molecular, durante un período suficiente para producir un aceite que contenga ciclohexanona y ciclohexanol en una relación de, por lo menos, alrededor de 1:1, y  
15. deponer en contacto dicho aceite en un disolvente, en presencia de un catalizador, con un gas que contenga oxígeno molecular, para producir ácido adípico.

20. 4º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque el gas que contiene oxígeno molecular es el aire.

5º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque el oxígeno molecular citado es el oxígeno.

25. 6º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque la producción de dicho aceite se realiza en presencia de un iniciador.

30. 7º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque la producción de dicho aceite se lleva a cabo en presencia de un catalizador de oxidación del ciclohexano.

956



- 8<sup>a</sup>.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3<sup>a</sup>, caracterizado porque el oxígeno molecular es el aire, y el aceite citado se produce en presencia de un iniciador y de un catalizador de oxidación del ciclohexano.
5. 9<sup>a</sup>.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 6<sup>a</sup>, caracterizado porque el iniciador es ciclohexano.
10. 10<sup>a</sup>.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 7<sup>a</sup>, caracterizado porque el catalizador de oxidación del ciclohexano es el naftenato de cobalto.
- 11<sup>a</sup>.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 7<sup>a</sup>, caracterizado porque el catalizador de oxidación del ciclohexano es el acetato de cobalto.
15. 12<sup>a</sup>.- Procedimiento, perfeccionado para la obtención de ácido adípico, caracterizado por comprender el poner en contacto ciclohexano en la fase líquida, a una temperatura reducida, en un gas que contenga oxígeno molecular, para producir una mezcla de precursores de ácido adípico, y el poner en contacto dicha mezcla en un disolvente, en presencia de un catalizador, con un gas que contenga oxígeno molecular, para producir ácido adípico.
20. 13<sup>a</sup>.- Procedimiento perfeccionado para la obtención de ácido adípico, caracterizado por comprender oxidar parcialmente el ciclohexano con un gas que contenga oxígeno molecular, a una temperatura comprendida entre 125°C. y 135°C., para obtener una mezcla de precursores de ácido adípico que contiene ciclohexanona y ciclohexanol, en una relación ponderal de alrededor de 1:1 aproximadamente, y el oxidar dichos precursores de ácido adípico utilizando
25. un gas que contenga oxígeno molecular, por cuyo medio se
- 30.

258956



consiguen elevados rendimientos de ácido adípico.

- 14<sup>a</sup>.- Procedimiento perfeccionado para la obtención de ácido adípico, caracterizado por comprender el introducir un suministro de ciclohexano líquido, catalizador y un gas que contenga oxígeno molecular, en el interior de una zona de primera oxidación; el oxidar el ciclohexano introducido en dicha zona, a una temperatura comprendida entre 125°C. y 135°C.; el eliminar el efluente gaseoso de la zona de primera oxidación; el condensar el ciclohexano no reaccionado en dicho efluente gaseoso, para obtener condensado de ciclohexano para utilizarlo en la zona de primera oxidación, con cantidades adicionales de catalizador, ciclohexano alimentado y gas que contenga oxígeno molecular; de separar el efluente líquido del primer reactor citado dirigiéndolo a una zona de separación del ciclohexano, para obtener aceite y ciclohexano para utilizarse en la mencionada zona de primera oxidación; el introducir dicho aceite, un gas que contenga oxígeno molecular, catalizador y un disolvente, en una zona de segunda oxidación, y el cristalizar el ácido adípico para separarlo; el disolver dicho ácido adípico en disolvente nuevo y el recrystalizarlo para obtener ácido adípico practicamente puro, y el secar los cristales de ácido adípico.

15.  
20.  
25. 15<sup>a</sup>.- Procedimiento perfeccionado para la obtención de ácido adípico; tal y como queda sustancialmente descrito en la presentememoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

30. Esta memoria consta de dieciocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

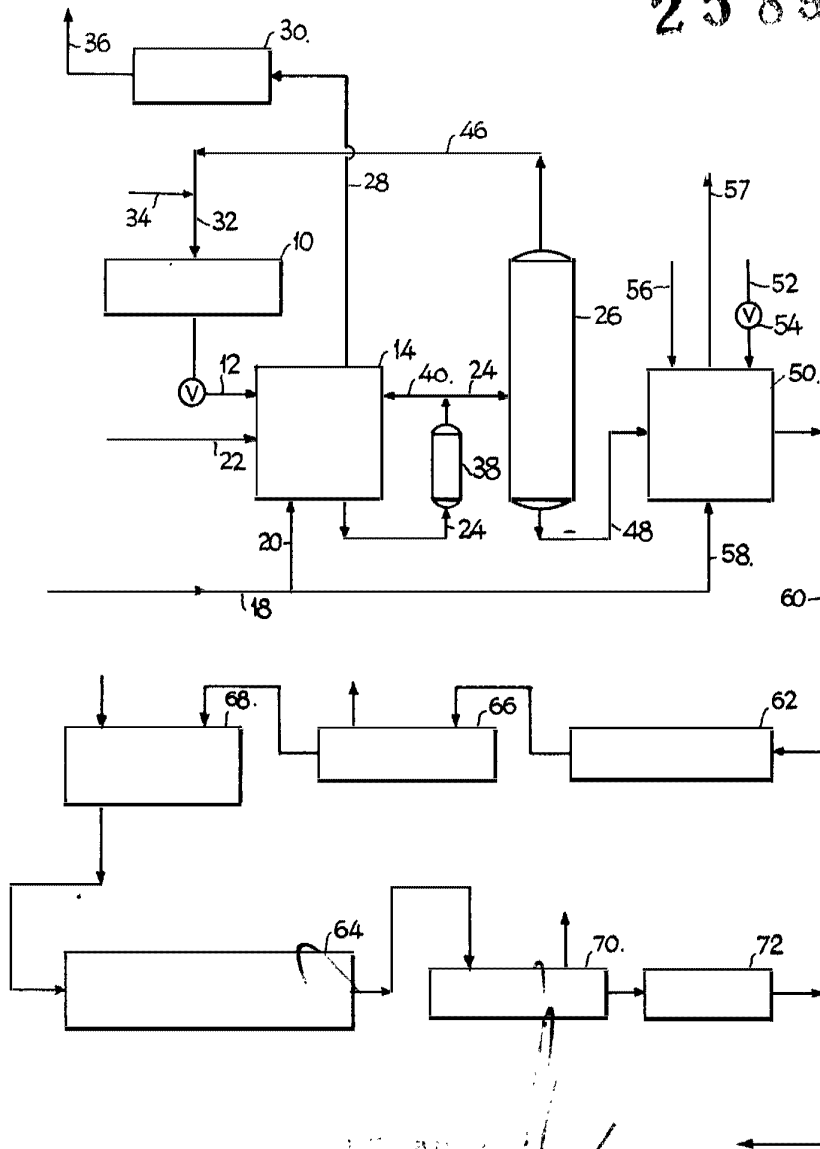
Madrid,  
SCIENTIFIC DESIGN COMPANY INC.

J. GOMEZ ACILLO Y MODER

15 JUN 1960



25 89 56



MADRID, DE 1960.  
SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC.

1. 6. 1960