



15 NOV 1961

272038

Memoria Descriptiva

para

una Patente de Invención
por veinte años en España

a favor de

la r.s. Hibernia-Chemie Gesellschaft mit beschränkter Haftung
(sociedad alemana)

residente en

Gelsenkirchen-Buer (Alemania)

por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ISOFORONA PURA"

INVENTORES: Dr. Karl Schmitt
Dr. Josef Disteldorf (los 3 de nacionalidad alemana)
Dr. Wolfgang Baron

PRIORIDAD

Solicitud patente alemana B 60626 IVb/12 o del 23 de Diciembre 1960



272008

Es conocido que pueden obtenerse diferentes productos de condensación a partir de acetona mediante catalizadores básicos, de los que la isoforma tiene una considerable importancia técnica en el sector de los disolventes como producto de partida para distintas modernas síntesis. Para obtención de tales productos de condensación existe una serie de posibilidades fundamentales de proceder. Por ejemplo puede condensarse acetona por catalizadores sólidos en la fase de vapor así como en la fase de líquido. A causa de considerables inconvenientes de estos procedimientos es más favorable, si según otras propuestas conocidas, se inserta el catalizador en forma líquida, por ejemplo como solución acuosa. Así es conocido un procedimiento, según el cual se hace reaccionar acetona con catalizador acuoso mediante agitación, respectivamente revolviendo, en correspondientes condiciones de temperatura y de presión, existiendo, a causa de la sólo limitada solubilidad de la acetona en la solución de catalizador, una bifasicidad primaria de los materiales de partida.

Una forma de ejecución especialmente favorable consiste en la ejecución de la "condensación de disolución" con fase como mínimo primariamente homogénea, que puede realizarse por adición de muy pequeñas cantidades de álcali, por ejemplo, $< 0,1\%$ y menos (referido al líquido total) utilizando disolventes como agua, alcohol, etc. Por ejemplo, la condensación de disolución, partiendo de una mezcla de 80% de acetona, 20% de agua y $0,04\%$ de álcali (en tantos por ciento de peso) si por



2720

5 correspondiente conducción de la reacción (ante todo por utilización de temperaturas relativamente bajas) se impide la formación de partes demasiado grandes de condensados superiores y previamente no aprovechables, suministra un producto de reacción aproximadamente con la composición de 70% de acetona, 19% de agua, 6% de isoforona, 2% de supercondensado, 1,9% de óxido de mexitilo (Vol.%) al lado de pequeñas porciones de forona, β isoforona, etc. Una elaboración posible consiste en extraer de la mezcla de reacción la acetona no transformada por una des-
10 tilación a presión normal y seguidamente obtener el producto final empleando vacío mediante una serie de columnas conectadas posteriormente (de acuerdo con el número de las materias a elaborar y con la pureza deseada de la isoforona) con sucesiva extracción de las sustancias más ligeramente volátiles. Para esto se requieren aproximadamente de 4 a 6 unidades de destila-
15 ción.

A base de estas cifras se reconoce ya la des-
favorable relación entre ambos programas de procedimiento, condensación y elaboración, en que la fase de procedimiento ulti-
20 mamente mencionada requiere un gasto elevado desproporcionado de clase técnica y económica. Sin embargo, pueden reconocerse todavía otros considerables inconvenientes. Así resulta obvio que especialmente la columna de acetona adopta las dimensiones máximas tanto energética como aparativamente. Si se consideran
25 las cifras arriba mencionadas de la reacción y además el reflujo requerido para una separación, en tal columna de presión normal tendría que expulsarse alrededor de 20 veces más acetona



272038

que el producto de condensación presente. El contenido de calor (calor de condensación) de las cantidades de acetona extraídas por la cabeza no puede recuperarse energéticamente de ningún modo, sino que se necesita además una refrigeración extraña. Por otra parte se está obligado a reconducir la acetona hecha líquida, procedente de la destilación, adicionalmente por medidas como aumento de presión y calentamiento, de nuevo al estado ajustado a la reacción, por lo que se necesitan partes adicionales de aparatos con aportación de ulterior energía, y esto de nuevo en proporción a las partes existentes en el producto de reacción de acetona e isoforona (bombas, cambiadores térmicos).

Mediante el presente invento pueden eliminarse, respectivamente reducirse esencialmente los inconvenientes arriba mencionados, aparte de una serie de notables otras ventajas. La idea principal consiste en la aplicación de una destilación a presión a la mezcla de reacción, eligiéndose, según una forma de ejecución especialmente ventajosa, las condiciones físicas de tal modo que se hace posible un estrecho enlace de la destilación con el reactor de condensación. Si se funda la destilación en una presión dimensionada por lo menos de tal modo que se garantice una temperatura de liquefacción de la acetona por encima de aproximadamente 100°C, pero mejor una presión que haga posible una temperatura de liquefacción de la acetona alrededor o por encima de aproximadamente 200°, en que practicamente se llega al alcance de presión de la condensación (aproximadamente 30 atmósferas de sobrepresión), es-



272038

to se halla unido a esenciales ventajas por cuanto la energía introducida en el pozo de la destilación puede recuperarse completa y totalmente de nuevo en la cabeza de la columna, bien sea por ejecución del condensador como caldera de vapor o de otro modo como intercambiador térmico. Si se elige la misma presión para la condensación y la destilación, resultan ulteriores ventajas por la supresión de bombas y de cambiadores térmicos para la acetona que deba hacerse retornar.

Tal enlace entre destilación a presión y reacción es especialmente ventajoso cuando la reacción de la acetona para transformarse en isoforona se lleva a cabo como auténtica condensación de disolución, por lo que en el reactor se establecen condiciones especialmente sencillas de corriente y de reacción. Como ya se ha descrito al principio, esto puede efectuarse por empleo de cantidades muy reducidas de álcali de 0,1% de peso y menos (referido al líquido total). Las condiciones de solubilidad, de manera conocida en sí, también pueden mejorarse porque en lugar del agua o al lado de la misma todavía se introduce alcohol como metanol y etanol. No por último se producen en esta clase de enlace importantes simplificaciones tecnológicas por la supresión de los grupos intermedios arriba mencionados, por lo que se simplifica esencialmente la explotación.

Si se realiza la destilación de un producto usual de reacción, por ejemplo, de la composición de 70% de acetona, 19% de agua, 6% de isoforona, 2% de supercondensado y 1,9% de óxido de mesitilo (en vol.%) a una presión de 10 atmósferas de sobrepresión, en la cabeza de la columna se establece



272000

una temperatura de 145°C, mientras que en el pozo, compuesto de una fase acuosa y una fase orgánica, conteniendo la última de ellas los productos de condensación libres de acetona, reina una temperatura de 182°C. De esta manera ya es posible aplicar utilmente la temperatura reinante en la cabeza de la columna, que esencialmente está determinada por la presión de vapor de la acetona, y es posible aprovechar el calor de liquefacción de la acetona.

Según el dibujo, en que el reactor y la destilación están enlazados de tal modo que ambos aparatos se hallan bajo una presión de 30 atmósferas de sobrepresión, de modo que en correspondiente conformación del reactor tiene lugar una reacción correspondiente a las condiciones óptimas (cerca de 200 - 235°C), el producto de reacción procedente del reactor de condensación, por ejemplo de la composición antes mencionada, se conduce a través del conducto 1 a la columna de presión 2, en la que tiene lugar la descomposición conservando la relación de reflujo necesaria para esto de aproximadamente 1 esencialmente en acetona y los componentes de ebullición más difícil. Por ello se forma en el condensador 4 de cabeza una temperatura de 205°C (correspondiente a la presión de vapor de la acetona), mientras que en el pozo 3, que se compone de dos fases líquidas, una acuosa (conteniendo el catalizador de álcali) y una fase orgánica (conteniendo esencialmente la isoforona), existe una temperatura de aproximadamente 235°C, correspondiente a la presión de vapor del agua. La energía que debe emplearse para la separación, que tiene que aportarse al



272

5 pozo por cambio térmico indirecto, puede recuperarse inmediata y completamente por correspondiente constitución del condensador. La acetona a extraer por el conducto 5 de acuerdo con su producción, que a base de relaciones aceotrópicas contiene entre 10 - 20% de agua, puede llevarse de nuevo al reactor por servicio de esclusas directamente sin suministro de energía térmica ni de bombas.

10 Por determinadas medidas pueden superponerse a la destilación pura e independientemente de ello además reacciones que tienen especialmente una influencia favorable sobre la composición y calidad del producto del pozo y por ello permiten simplificar esencialmente los últimos pasos de elaboración. En efecto, se ha demostrado que en la parte inferior de la columna de presión, donde ya se ha alcanzado una amplia evacuación de la acetona, por el contacto íntimo de ambas fases por 15 la presencia reforzada de catalizador de álcali, tiene lugar una desintegración respectivamente transformación desde parcial a total esencialmente de tales compuestos que, o bien dificultan la ulterior elaboración, o que pueden reducir considerablemente la calidad del producto final. El álcali necesario para 20 tal proceso, respectivamnete la concentración del catalizador acuoso también puede elevarse, porque a través de la tubería 6 se efectúa un retorno total o parcial del contenido acuoso del pozo, dado el caso con adición de álcali nuevo, en la columna, y esto por debajo de aquel lugar, en el que se efectúa la extracción de la acetona y por encima del lugar, en que se introduce por servicio de esclusas el producto de reacción. En las 25



272000

condiciones antes descritas de la destilación se alcanza prácticamente, ya también sin retorno de álcali, una disociación completa de óxido de mesitilo en acetona, que se extrae por destilación continuamente, y por lo que en la ulterior elaboración del producto del pozo puede economizarse la columna de óxido de mesitilo. Además, las xilitonas situadas destilativamente cerca de la isoforona se desintegran más o menos según las proporciones de álcali, es decir que se transforman en acetona e isoforona, por lo que, al lado de una ganancia adicional de isoforona, respectivamente de acetona nuevamente aprovechable, resultan considerables simplificaciones en la subsiguiente elaboración al lado de mejor calidad. La elaboración puede efectuarse, de manera conocida en sí, por repetida destilación, ventajosamente a presión reducida. Se llega entonces a una isoforona muy pura.

Ejemplo

Según el dibujo se empleó para el tratamiento de la mezcla de reacción una columna de destilación establecida para 50 atmósferas de sobrepresión con una longitud de 8 metros y un diámetro interior de 100 mm. que estuvo rellena de cuerpos de travesaño pasantes (8 mm). En una carga continua de 20 l/h de una mezcla de reacción de 70% de acetona, 19% de agua, 6% de isoforona, 2% de supercondensado y 1,9% de óxido de mesitilo (en vol.%) pudo obtenerse, a una presión de explotación de aproximadamente 30 atmósferas de sobrepresión y una proporción de reflujo de 1 (sin retorno por servicio de esclusa, de álcali),



2538

un producto de pozo que estuvo totalmente libre de óxido de mesitilo y en que ya se había desintegrado 40% aproximadamente de las molestas xilitonas. Al hacer retornar por servicio de esclusas por hora 10 l de catalizador acuoso por el conducto 6, se había desintegrado alrededor de 75% de las xilitonas. Por simple elaboración destilativa del producto orgánico del pozo en vacío, después de la separación de un pequeño proceso previo, se llega directamente a isoforona purísima con total separación de los supercondensados de máximo punto de ebullición, ya no hidrolizables. El producto es completamente incoloro y tampoco muestra después de prolongado reposo ninguna clase de coloración.

5

10



272038

N O T A

La presente patente de invención consta de las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Procedimiento para la obtención de iso-
forona pura a partir de productos de condensación, conteniendo
isoforona, de la acetona por destilación, caracterizado porque
la destilación se realiza a presión, que garantiza una tempera-
tura de liquefacción de la acetona por encima de aproximadamen-
te 100°C, después de lo que se somete al producto del pozo a
otra destilación, ventajosamente a presión reducida.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque la presión en la destilación previa se
ajusta de tal modo que el mismo corresponda a la presión apli-
cada en la reacción de condensación, llegándose a aplicar pre-
siones que se requieren para alcanzar una temperatura de lique-
15 facción de la acetona de lo menos aproximadamente 200°C.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones
1 y 2, caracterizado porque la fase del pozo conteniendo álcali,
resultante en la destilación previa, se hace retornar total o
parcialmente a la columna, introduciendo por esclusas el produc-
20 to en un lugar de la columna, situado debajo de la extracción
de la acetona y por encima del lugar de introducción de la ali-
mentación para el producto en bruto a destilar.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones
1 a 3, caracterizado porque se aprovecha el calor de liquefac-
25 ción en la cabeza de la columna inmediatamente para la produc-



272038

ción de vapor.

5.- Procedimiento para la obtención de isoforoná pura.

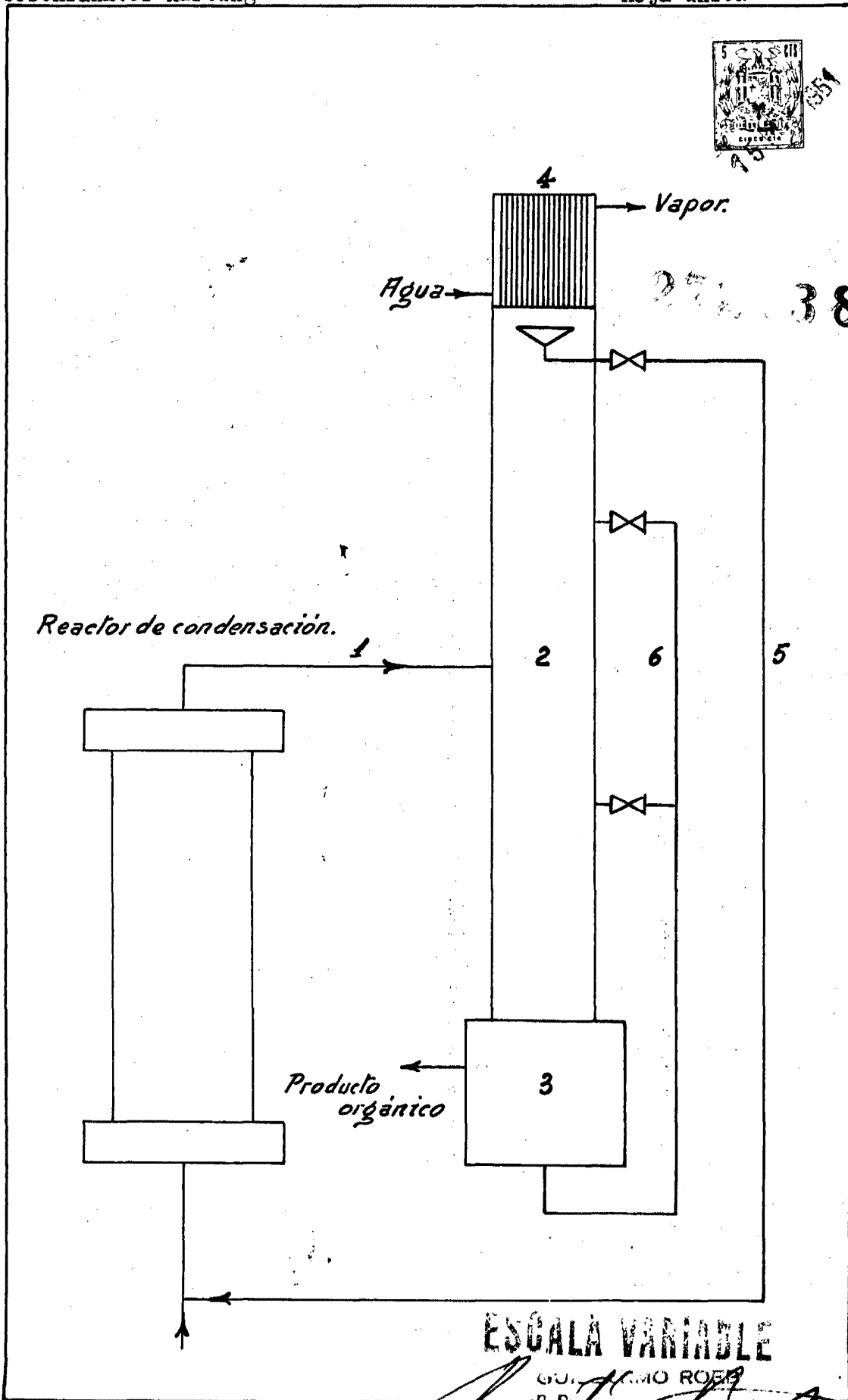
5 Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva y se ilustra con los dibujos que a la misma se acompañan.

Consta esta memoria de once hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid 15 NOV. 1961

CUILLENDO ROSE

D.P.



ESCALA VARIABLE

GO. HERMO ROEY
P.P.

[Handwritten signature]