

20 JUN. 1963

289209

P.- 24.720

P. 2181 Sp.



289209

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ N. V., entidad holandesa, establecida en 30, Carel van Bylandtlaan, La Haya, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE ÉTER METÍLICO DE DIACETONA-ALCOHOL DESDE DIACETONA-ALCOHOL"

La invención se refiere a un procedimiento para la separación del éter metílico de diacetona-alcohol desde diacetona-alcohol. Este procedimiento es particularmente adecuado para la preparación de diacetona-alcohol de gran pureza.

5

La fabricación de diacetona-alcohol y de óxido de mesitilo por calentamiento de acetona con cáustico metanólico, es bien conocida. Sin embargo, en este procedimiento se forma algo de éter metílico de diacetona-alcohol como subproducto, por condensación del óxido de mesitilo

10



20 JUN

con el metanol catalizado por la base. Como el diacetona-
alcohol y su éter metílico poseen puntos de ebullición de
167,9 y 160-161°C, respectivamente, la separación de es-
tos dos compuestos no es fácil y el diacetona-alcohol pu-
ro sólo puede obtenerse con dificultad.

De acuerdo con la invención, el éter metílico de
diacetona-alcohol se separa del diacetona-alcohol mediante
un procedimiento que comprende los siguientes pasos:

1) destilar en una zona de fraccionamiento una mez-
cla que comprende diacetona-alcohol, éter metílico de dia-
cetona-alcohol, óxido de mesitilo y agua, recogiendo como
cabeza un destilado que comprende agua, óxido de mesitilo
y éter metílico de diacetona-alcohol, y dejando un produc-
to de colas que comprende diacetona-alcohol sustancialmen-
te exento de éter metílico de diacetona-alcohol,

2) enfriar dicho destilado hasta formar una fase
acuosa que comprende principalmente agua, y una fase orgá-
nica que comprende principalmente óxido de mesitilo y éter
metílico de diacetona-alcohol,

3) separar la fase orgánica de la fase acuosa,

4) devolver dicha fase acuosa a la zona de fraccio-
namiento del paso 1.

La mezcla que comprende diacetona-alcohol, éter
metílico de diacetona-alcohol, óxido de mesitilo y agua,
utilizada en el procedimiento arriba indicado, puede ser
obtenida como sigue.

Se hace reaccionar acetona con un hidróxido de me-
tal alcalino, tal como hidróxido potásico o sódico, en me-
tanol, mediante un procedimiento como el descrito por
ejemplo en la memoria de la patente U.S.A. 1.066.474 ó



1.844.430. Después de salir del reactor, la corriente que contiene acetona sin reaccionar y los productos indicados, se neutraliza convenientemente con un ácido mineral, tal como ácido sulfúrico, ácido fosfórico o ácido clorhídrico o dióxido de carbono. La corriente neutralizada se hace pasar a través de la conducción de producto 2 (véase figura) hasta una primera zona de fraccionamiento, típicamente la columna 3, que puede funcionar bajo presión reducida. En esta zona se separan las fracciones ligeras, especialmente acetona sin reaccionar y metanol, a través de la conducción de la parte superior 4, y se reciclan al reactor. Las fracciones pesadas que comprenden agua, óxido de mesitilo, diacetona-alcohol y éter metílico de diacetona-alcohol, se retiran por la conducción de colas 6. Esta mezcla se utiliza como material de partida para el procedimiento de la invención.

De acuerdo con la invención, se hace pasar la mezcla hasta una segunda zona de fraccionamiento, típicamente la columna 7, la cual puede funcionar a presión subatmosférica. En la segunda zona, se separan las fracciones ligeras como cabezas, a través de la conducción de cabeza 8, mientras que las fracciones pesadas se separan a través de la conducción de colas 9. Las fracciones ligeras procedentes de la segunda zona, comprenden agua, óxido de mesitilo y éter metílico de diacetona-alcohol; mientras que las colas consisten principalmente en diacetona-alcohol y algunos subproductos no redisolubles de baja presión de vapor.

Las fracciones ligeras separadas a través de la conducción de cabeza, se hacen pasar a un condensador 11



donde se condensan. El condensado resultante forma dos fa-
ses inmiscibles: una fase orgánica superior que consiste
principalmente en óxido de mesitilo y éter metílico de
diacetona-alcohol y una fase acuosa inferior que consiste
principalmente en agua.

5

Las dos fases se hacen pasar a través de la con-
ducción 12, hasta un separador de fase 13. La fase orgáni-
ca superior se separa a través de la conducción de produc-
to 14. La fase acuosa inferior se recicla por completo o
parcialmente a través de la conducción 16, hasta la segun-
da zona de fraccionamiento 7, en la que se introduce como
reflujo, o de manera que se mezcle con la corriente de
fracciones pesadas que entra en la zona 7 a través de la
conducción de colas 6.

10

15

Sorprendentemente, llevando a cabo el procedimien-
to de esta manera se aumenta materialmente la separación
del éter metílico de diacetona-alcohol desde el diacetona-
alcohol. La conducción de colas 9 contiene entonces, prin-
cipalmente, diacetona-alcohol que contiene solamente tra-
zas del éter. Se puede obtener fácilmente diacetona-alco-
hol con una pureza de más del 99%, por destilación de es-
te producto de colas. El producto de cabeza que sale a
través de la conducción de producto 14, contiene óxido de
mesitilo y éter metílico de diacetona-alcohol, con sólo
trazas de diacetona-alcohol. Como el óxido de mesitilo
hierve a temperatura sustancialmente más baja que el ace-
tona-alcohol, el éter puede ser fácilmente separado de
óxido de mesitilo en la fase orgánica por los métodos
usuales de fraccionamiento. El éter metílico de diacetona-
alcohol obtenido mediante este fraccionamiento, puede

20

25

30



ser reciclado al reactor para su conversión en diacetona-
alcohol u óxido de mesfitilo. Alternativamente, se puede
seguir tratando la corriente, como por ejemplo por destila-
ción, para recuperar éter metílico de diacetona-alcohol
5 puro, el cual es un disolvente útil para aplicaciones de
recubrimiento, por ejemplo.

Como la fase acuosa contiene solamente trazas de
materiales orgánicos, la parte de esta fase, si es que
hay alguna, que no se recicla a la columna de fracciona-
10 miento 7, puede ser desechada.

La mezcla a destilar en el paso 1 del procedimien-
to de la invención, contiene preferiblemente de 5 a 20%
en peso de agua, de 15 a 60% en peso de óxido de mesfitilo,
de 30 a 65% en peso de diacetona-alcohol y de 3 a 12% en
15 peso de éter metílico de diacetona-alcohol.

La destilación del paso 1 puede ser efectuada a
cualquier temperatura y presión convenientes. Se emplea
preferentemente la presión subatmosférica, para que la des-
tilación pueda ser realizada a una temperatura relativa-
20 mente baja que reduzca la descomposición térmica de los
productos. El margen de presiones preferido para efectuar
la destilación es el comprendido entre 25 mm Hg y 400 mm
Hg, mientras que la presión óptima es la comprendida entre
200 y 300 mm Hg. Operando a presiones subatmosféricas, se
25 pueden emplear fácilmente temperaturas de colas de 150°C
y, preferiblemente, entre 75 y 150°C.

El paso de enfriamiento 2 se efectúa preferiblemen-
te, haciendo pasar el destilado obtenido en el paso 1, a
un condensador mantenido a una temperatura comprendida en-
30 tre 0 y 85°C. Las temperaturas preferidas en este margen



son las inferiores a 50°C. Enfriando el condensador con conducciones que contienen agua a la temperatura ambiente, se obtienen resultados excelentes. En estas condiciones, el condensador funciona a 20-30°C.

5

EJEMPLO

Una alimentación de la composición siguiente:

	<u>% en peso</u>
acetona	0,4
10 metanol	0,3
agua	8,1
óxido de mesitilo	22,2
éster metílico de diacetona-alcohol	8,3
diacetona-alcohol	57,5
15 fracciones pesadas no resoltas	3,3

se bombeó continuamente al plato 20 de una columna Oldershaw de 35 platos, de 2,5 cm. Se ajustó la presión de colas a 250 mm Hg absolutos, y se fijó la temperatura de colas en 134°C. Los vapores de cabeza fueron condensados y enfriados hasta 30°C, devolviéndose a la columna una parte de la capa acuosa, a una velocidad de 6,2 moles de reflujo acuoso por mol de destilado total acuoso y orgánico reunidos. Esta velocidad de reflujo produce un contenido en agua de un 75% en la parte alta de la columna.

25 Las corrientes obtenidas operando en estas condiciones, fueron las siguientes:

Colas 60% de la corriente de alimentación

<u>Composición</u>	<u>% en peso</u>
Óxido de mesitilo	0,1
30 Éter metílico de diacetona-alcohol	0,4



Diacetona-alcohol	94,8
Fracciones pesadas	4,7

5 Capa de destilado orgánico 32% de la corriente de alimentación

	<u>Composición</u>	<u>% en peso</u>
	Agua	5,1
	Oxido de mesitilo	64,6
	Eter metílico de diacetona-alcohol	23,5
10	Diacetona-alcohol	3,1
	Fracciones pesadas	2,0
	Metanol	0,3
	Acetona	1,4

15 Capa de destilado acuoso 8% de la corriente de alimentación

	<u>Composición</u>	<u>% en peso</u>
	Agua	89,8
	Oxido de mesitilo	2,0
20	Eter metílico de diacetona-alcohol	3,5
	Diacetona-alcohol	2,1
	Metanol	1,7
	Acetona	0,9

25 De estos datos se deduce claramente que la corriente de colas puede ser fácilmente destilada para obtener producto de diacetona-alcohol de más de un 99% de pureza. Además, es evidente que, si se desea se pueden aislar fácilmente de la capa de destilado orgánico el óxido de mesitilo y el éter metílico de diacetona-alcohol.

30

289209



La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 22 de Junio de 1962, bajo el número 204.336, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento para la separación de éter metílico de diacetona-alcohol desde diacetona-alcohol, que comprende los siguientes pasos: 1) destilar en una zona de fraccionamiento una mezcla que comprende diacetona-alcohol, éter metílico de diacetona-alcohol, óxido de mesitilo y agua, separando con ello como cabeza un destilado que comprende agua, óxido de mesitilo y éter metílico de diacetona-alcohol, y dejando un producto de colas que comprende diacetona-alcohol sustancialmente exento de éter metílico de diacetona-alcohol, 2) enfriar dicho destilado para formar una fase acuosa que comprende principalmente agua, y una fase orgánica que comprende principalmente óxido de mesitilo y éter metílico de diacetona-alcohol, 3) separar la fase orgánica de la fase acuosa, 4) devolver dicha fase acuosa a la zona de fraccionamiento del paso 1.

289209



2.- Un procedimiento como se reivindica en el punto 1, en el cual la mezcla a destilar en el paso 1 contiene de 5 a 20% en peso de agua, de 15 a 60% en peso de óxido de mesitilo, de 30 a 65% en peso de diacetona-alcohol y de 3 a 12% en peso de éster metílico de diacetona-alcohol.

3.- Un procedimiento como se reivindica en los puntos 1 ó 2, en el cual la destilación se realiza en el paso 1, a presión subatmosférica.

4.- Un procedimiento como se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 3, en el cual la destilación en el paso 1, se realiza a una presión comprendida entre 25 y 400 mm Hg.

5.- Un procedimiento como se reivindica en el punto 4, en el cual dicha presión está entre 200 y 300 mm Hg.

6.- Un procedimiento como se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 5, en el cual la destilación se realiza en el paso 1 a una temperatura inferior a 150°C.

7.- Un procedimiento como se reivindica en el punto 6, en el cual dicha temperatura está entre 75 y 150°C.

8.- Un procedimiento como se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 7, en el cual se realiza el paso de enfriamiento 2, haciendo pasar el destilado obtenido en el paso 1 a un condensador mantenido a una temperatura comprendida entre 0 y 85°C.

9.- Un procedimiento como se reivindica en el punto 8, en el cual la temperatura del condensador es inferior a los 50°C.

10.- Un procedimiento como se reivindica en los puntos 8 ó 9, en el cual la temperatura del condensador está en



tre 20 y 308C.

11.- Un procedimiento para la separación de éster metílico de diacetona-alcohol desde diacetona-alcohol.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representada en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 20 JUN. 1963

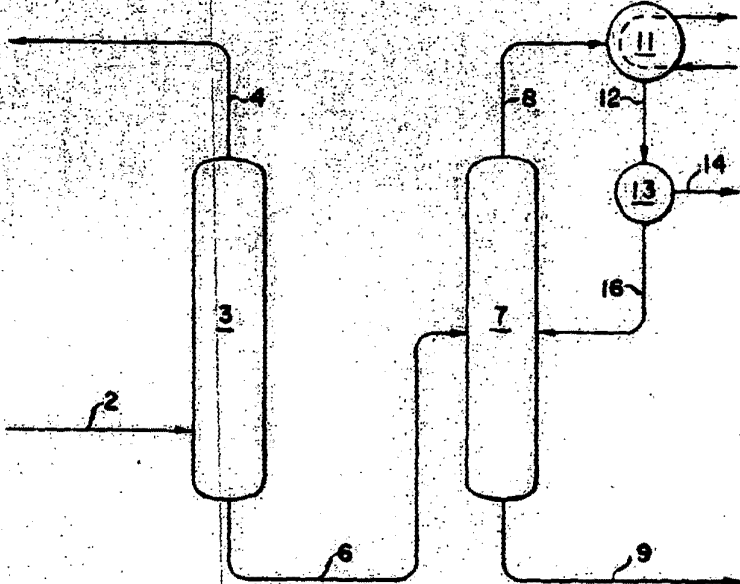
Ministro de Fomento

[Handwritten signature]

289209

G.D.S.

20



289209

ESCALA
STIEEL INTERNATIONAL RESEARCH MAATSCHAPPIJ N.V.
ESCALA