

304495



PATENTE DE INVENCION

HB/SB

Dos: 65/217

Cas: 216

Memoria Descriptiva 304495

sobre:

"Procedimiento de transformación directa de acetona
en óxido de mesitilo"

Solicitante: LES USINES DE MELLE,
entidad francesa, residente en
Saint-Léger-lés-Melle,
Deux-Sèvres, Francia.

El óxido de mesitilo se produce, por
regla general, mediante deshidratación del diacetona-
alcohol, pero se sabe que también se le puede pro-
ducir directamente a partir de acetona, en una sola
fase reaccional.

5.

304495

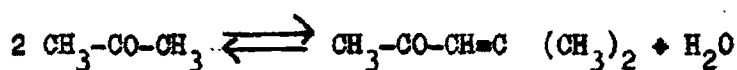


-2-

Esta última posibilidad que ya se ha señalado en la patente española nº 240.810 de 18 de Marzo de 1.958, se efectúa bajo la influencia de compensadores de iones del tipo sulfónico, empleados en su forma ácida, a temperaturas comprendidas usualmente entre 60 y 90°.

5.

La reacción se representa como sigue:



Como esta reacción se efectúa con separación de agua, se viene a la imaginación operar con acetona anhidra o prácticamente anhidra (conteniendo, por ejemplo, menos de 0,3% de agua), de modo que no entorpezca el desarrollo de la reacción en el sentido de la formación del óxido de mesitilo.

10.

Sin embargo, la Sociedad solicitante

15.

ha observado que, cuando se opera con acetona prácticamente anhidra, la resina cambiadora de iones, empleada como catalizador, se vá envenenando poco a poco por la adsorción de productos pesados que paralizan progresivamente los centros activos, de donde resulta un descenso de proporción de conversión de acetona en óxido de mesitilo.

20.

Es pues necesario regenerar la resina.

Como sus centros activos no han sido saturados por una reacción de cambio de iones, es suficiente un lavado con agua hirviendo para desorber los productos pesados y restituir a la resina su actividad inicial.

25.

Aunque relativamente sencilla, esta

304495

-3-

2)



regeneración presenta el gran inconveniente de introducir una discontinuidad, elemento perjudicial e indeseable, en las operaciones de fabricación del óxido de mesitilo.

5. Ahora bien, la Sociedad solicitante ha descubierto que la resina se aplasta con menos rapidez cuando se introduce en el reactor, al mismo tiempo que la acetona, agua en proporción sensiblemente constante con relación a la acetona, más especialmente de 1 a 3% en peso de la cantidad de acetona y, de preferencia, alrededor de 2%.
10. Si se parte de acetona que contenga una proporción importante de agua, la proporción de productos pesados que se forman y que son insolubles en el agua, es mucho más reducida, pero la velocidad de reacción disminuye con mucha rapidez cuando la proporción de agua inicial aumenta; esta velocidad se anula por una concentración de 10% de agua en acetona, a una temperatura de 100°.
15. Por tanto, para conservar una velocidad de reacción rentable a la vez que se disminuye la proporción de productos pesados insolubles formados, debe limitarse a una proporción de 1 a 3% el agua introducida con la acetona.
20. De preferencia, la temperatura de reacción está comprendida entre 100 y 160° y se mantiene la mezcla reaccional en fase líquida por aplicación de una presión suficiente para evitar toda vaporización. La presión está comprendida convenientemente entre 5 y 20 kg/cm² (presión efectiva).
- 25.
- 30.

4495

29



-4-

La presencia de agua, según el invento, permite prolongar sensiblemente la actividad inicial del catalizador. Esta permanece constante durante un periodo superior a 1000 horas y luego solo disminuye lentamente; al cabo de 2000 horas, la disminución de actividad es solamente del orden de 10%, mientras que en ausencia de agua esta disminución se produce ya después de 200 horas de marcha.

5.

10.

15.

20.

25.

30.

Fuera de su influencia favorable sobre la duración de vida del catalizador la presencia de agua, si ella disminuye ligeramente la velocidad de la conversión permite, en contrapartida, obtener rendimientos un poco más elevados. En efecto, cuando se opera en presencia de agua, según el invento, los productos pesados, que se forman inevitablemente al mismo tiempo que el óxido de mesitilo si se desea conservar una proporción de conversión suficiente, tienen un menor grado de condensación y pueden ser parcialmente retransformados en acetona mediante tratamiento por medio de un agente alcalino, en particular sosa concentrada a alta temperatura (120 a 160°) y bajo presión (2 a 10 kg/cm²)

Además, la aplicación del presente invento tiene una repercusión sobre la separación de los productos de la reacción, permitiendo simplificar las operaciones y la instalación de destilación de estos productos y reducir sensiblemente el consumo de calor necesario para garantizar esta separación. Estas ventajas son debidas al hecho de que, por el contrario de lo que sucede con el pro-

3044

-5-



- cedimiento clásico que utiliza acetona anhidra, en el presente procedimiento no es necesario operar la deshidratación completa de la acetona excedente recuperada. Se economizan así calorías y, además,
5. la separación de los productos de la reacción puede efectuarse en una columna única que se comporta simplemente como una columna de agotamiento de la acetona. Como esta columna puede funcionar sin retrogradación en cabeza, el gasto de calor en ella
10. es siempre mínimo. La acetona hidratada reciclada contiene entonces una reducida proporción de óxido de mesitilo, pero éste no perjudica en modo alguno la reacción.

- La descripción siguiente comparada con el dibujo adjunto permite comprender con facilidad el modo en que la invención puede ejecutarse, sobrentendiéndose que las particularidades que resalten tanto de las figuras como de la descripción forman parte del referido invento.
- 15.

20. La fig. 1 es un esquema de la instalación adecuada para la puesta en práctica del invento.

La fig. 2 es una vista análoga parcial, relativa a una variante.

25. La acetona se introduce por un tubo 1 (fig. 1) a la presión de impulsión de una bomba 2, en un reactor 3, después de haberle puesto a la temperatura deseada en un compensador de calor 4. Convenientemente se utilizará un reactor de forma cónica, del tipo indicado en la patente francesa nú-
- 30.

304405



mero 1.169.924 antes mencionada.

A la salida del reactor, los productos de reacción se expansionan a través de una válvula 5 y son enviados por un tubo 6 en cabeza de una columna de separación 8.

5.

La acetona excedente destila por un tubo 9. Se recupera por un tubo 10 después de condensación en un compensador de calor 7 y vuelve a un recipiente de alimentación 11 que recibe igualmente, por un tubo 12, una cantidad de acetona igual a la que se ha consumido en la reacción. La acetona recuperada por el tubo 10 posee la composición aproximada siguiente:

10.

Acetona 97%

15.

Agua 2%

Oxido de mesitilo 1%

Hacia la parte media de la columna 8, el óxido de mesitilo se aísla en forma de capa superior en un decantador 13 y se dirige, por un tubo 14 a una columna de rectificación 15, donde es extraído en cabeza por un tubo 16, después de haberle desprovisto de todo vestigio de productos pesados y haber abandonado en un decantador 17, la mayor parte del agua que contenía. Este agua es enviada de nuevo a la parte inferior de la columna 8 por un tubo 23.

20.

25.

Por la base de la columna 15 circula un líquido enriquecido en productos pesados que refluye por un tubo 18 a un platillo de la columna 8 situado entre el decantador 13 y la base. En esta

30.

394495



-7-

5. sección de la columna 8, los productos pesados se separan del óxido de mesitilo y se recuperan por decantación en 19 en el plato inferior de la columna, dispuesto especialmente a este efecto. Se eliminan por un tubo 20. El agua de reacción sale por un tubo 21.

10. La sosa es conducida por un tubo 22 al plato de la zona situada por encima del decantador 13 y garantiza la destrucción de la pequeña cantidad de diacetona-alcohol accesoriamente formada.

15. El aparato de la fig. 1 puede modificarse eventualmente como se indica en la fig. 2. En efecto, no es indispensable revaporizar la totalidad de la acetona en cabeza de la columna 8. Se puede perfectamente, operar de otro modo, separándose una parte de la acetona en un evaporador 24 colocado en la tubería 6 que une el reactor a la columna 8; los vapores que se desprenden de este evaporador tienen una composición prácticamente idéntica a los que se desprenden en cabeza 8 y pueden condensarse en el mismo compensador de calor 7, donde son conducidos por el tubo 25. La parte no vaporiza en el evaporador 24 es conducida en cabeza de la columna 8 por el tubo 6. La cantidad de acetona que se puede vaporizar así en el evaporador 24 puede representar hasta el 50 a 70% de la acetona no transformada en el curso de la reacción.

20.
25.
30. Este montaje presenta la ventaja de permitir una reducción considerable de la sección de la

3.4495



columna 8. También permite, dada la baja temperatura de ebullición de la mezcla que sale del reactor (60-65^o), la utilización eventual en el evaporador 24 de calorías a bajo potencial que pueden ser disponibles en una fabricación próxima, por ejemplo, las que provienen de la destilación de la metil-isobutilcetona, cuya fabricación acompaña por regla general la del óxido de mesitilo.

5.

EJEMPLO:

10.

El reactor 3 (fig. 1) contiene 400 litros de resina "Allassion C S", en su forma ácida, y que ya ha servido durante 2000 horas.

Por el tubo 1, se alimenta el reactor 3, a razón de 1030 kg/hora, con el líquido procedente del recipiente 11 y que comprende:

15.

Acetona	1000 kg
Agua	20 kg
Oxido de mesitilo	10 kg

Antes de la entrada en el reactor este líquido se pone a 110^o en el cambiador de calor 4. El reactor se mantiene a una presión efectiva de 6 kg por cm².

20.

A la salida del reactor, se obtienen 1030 kg/hora de una mezcla constituida por:

25.

Acetona	910,5 kg
Agua	34 kg
Oxido de mesitilo	76 kg
Diacetona-alcohol	3 kg
Productos pesados	6,5 kg

30.

La mezcla se introduce por el tubo 6,

354495



en cabeza de la columna 8. La columna 8 recibe además por el tubo 22, 4 litros/hora de solución acuosa de sosa a 40 g por litro, destinados a garantizar la destrucción del diacetona-alcohol en acetona.

5.

Se extrae por hora por la parte superior de la columna 8 y se vuelve a enviar por el tubo 10

10.

Acetona	913,5 kg
Agua	20 kg
Oxido de mesitilo	10 kg

Se obtienen por el tubo 16, 68,7 kg/hora de óxido de mesitilo hidratado que tenga la composición siguiente:

15.

Oxido de mesitilo	66 kg
Agua	2,7 kg

Los productos pesados que contienen un poco de agua en disolución, se extraen por el tubo 20 y pueden, como ya se ha indicado, tratarse a presión, en medio alcalino lo cual permite recuperar alrededor de 2 kg de acetona.

20.

El agua residual se evacua en 21.

Se sobrentiende que la forma de instalación descrita no es en modo alguno limitativa. Así pues, se pueden prever disposiciones anexas para la recuperación de calor. Por ejemplo, la columna 8 y el evaporador 24 pueden trabajar a presiones diferentes, de modo que se puedan utilizar los vapores de la columna 8 para calentar el evaporador. Tam-

25.

30.

bién se puede, sin salirse del área de la inven-

3.4495



--10--

ción, colocar los decantadores 13 y 19 fuera de la columna 8, según el montaje habitual.

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 se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Francia nº 950.740 de fecha 16 de Octubre de 1.963 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, 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 TRANSFORMACION DIRECTA DE ACETONA EN OXIDO DE MESITILO"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1º - Procedimiento de transformación directa de acetona en óxido de mesitilo, mediante la puesta en contacto, en fase líquida, con una resina cambiadora de cationes del tipo sulfónico empleada en su forma ácida, caracterizado por el hecho de que, en el reactor se introduce, al mismo tiempo que la acetona, agua en proporción reducida y sensiblemente constante con relación a la acetona.
- 2º - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la cantidad de agua que acompaña a la acetona está comprendida entre 1 y

34495



-11-

3% en peso con relación a la acetona.

3^a - Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la temperatura operatoria está comprendida entre 100 y 160°.

5. 4^a - Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque se opera a una presión suficiente para mantener la mezcla reaccional en fase líquida.

10. 5^a - Procedimiento según la reivindicación 4^a, caracterizado porque se opera a una presión efectiva de 5 a 20 kg/cm².

15. 6^a - Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque se convierten parcialmente en acetona los subproductos pesados tratándolos con sosa concentrada a una temperatura de 120°-160° y a una presión de 2 a 10 kg/cm².

20. 7^a - Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque se recupera la acetona excedente por destilación, sin retrogradación de la mezcla reaccional y se la vuelve a enviar en estado hidratado a la zona de reacción.

25. 8^a - Procedimiento según la reivindicación 7^a, caracterizado porque en el curso de la destilación, se introduce un agente alcalino, de preferencia sosa, en cantidad conveniente para destruir en acetona el diacetona alcohol secundariamente formado.

30. 9^a - Procedimiento de transformación directa de acetona en óxido de mesitilo, tal y como queda substancialmente descrito en la presente

304495



-12-

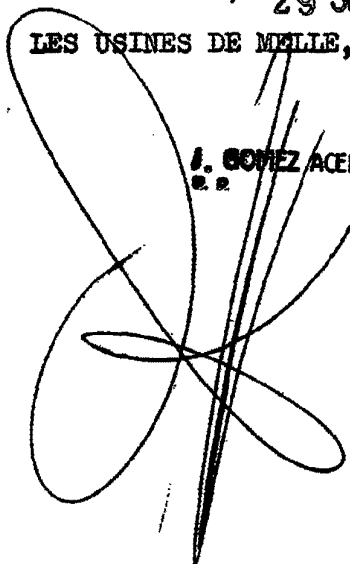
Memoria, e ilustrado en el dibujo adjunto.

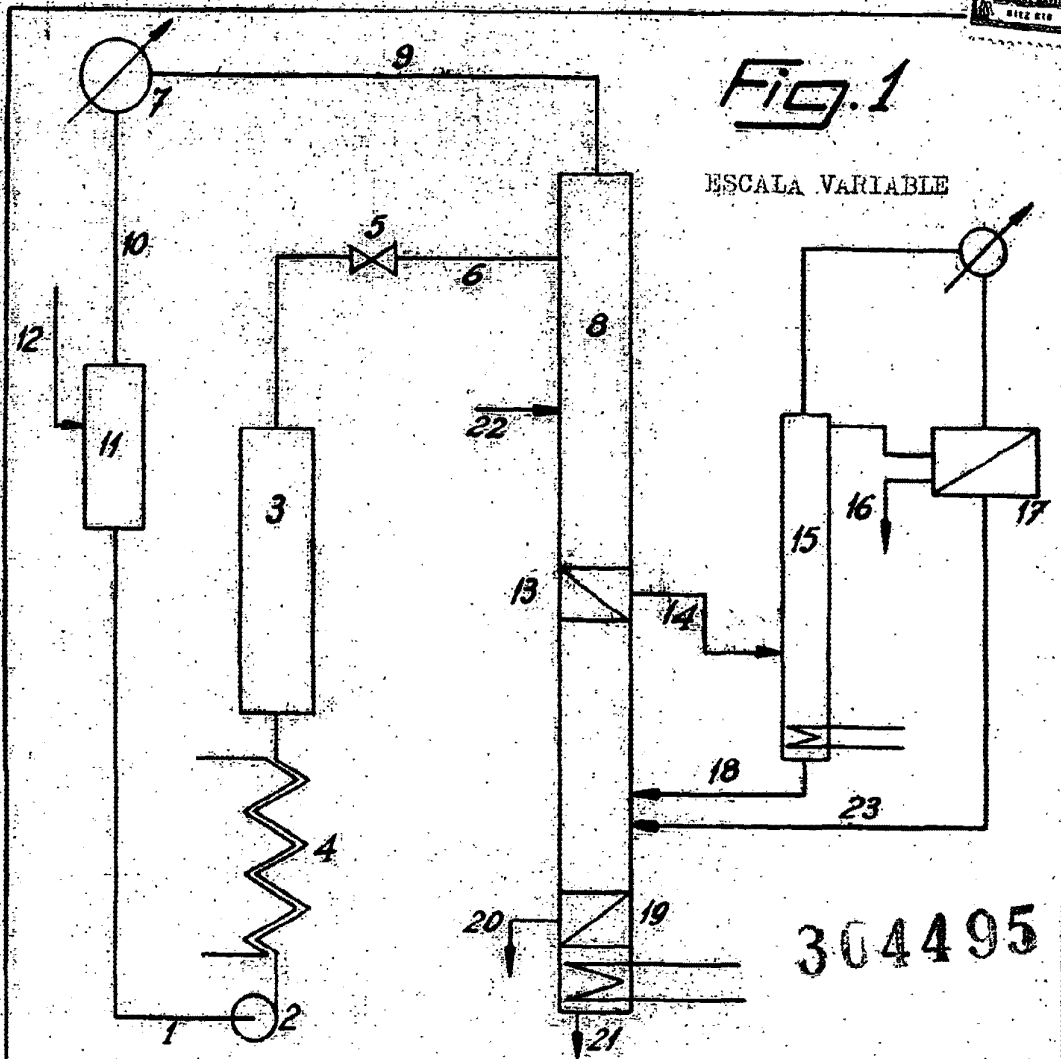
Esta Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 29 SEP 1964

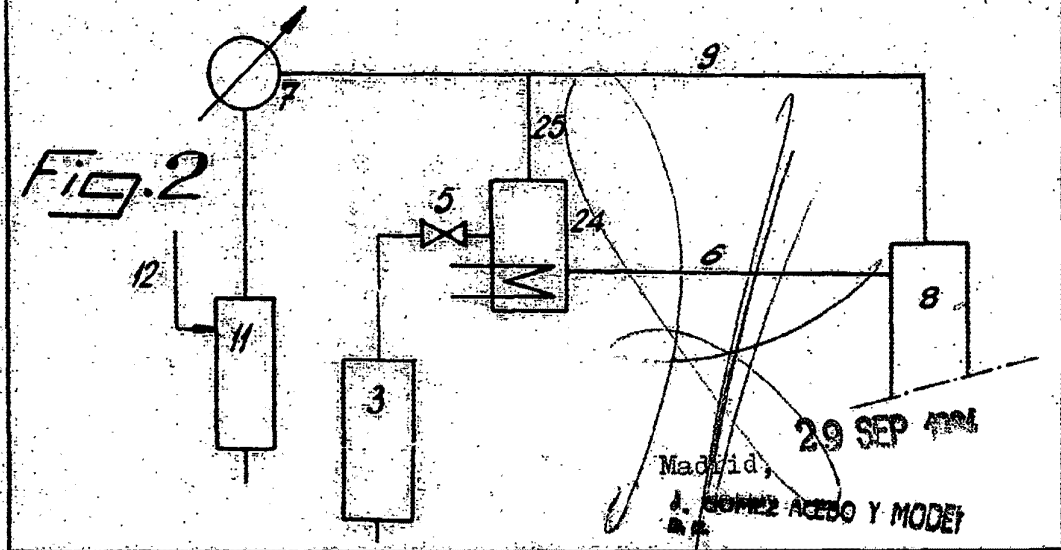
LES USINES DE MELLE,

J. GOMEZ ACEBO Y MODER
S. A.





304495



29 SEP 1911

Madrid,
A. GOMEZ ACEBO Y MODEJ
S. A.