



PATENTE DE INTRODUCCION

=====

O.Z.20.466/21.147.

320810

Memoria Descriptiva

sobre

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE CICLO-
HEXANONA Y CICLOHEXANOL PUROS A PARTIR DE
MEZCLAS DE OXIDACION".

Solicitante: BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en: Ludwigshafen/Rhein,
República Federal Alemana.

Inventor: Dr. GUENTER POEHLER, Dr. HANS JOACHIM WALDMANN, y
Dr. HUBERT CORR=

La presente invención, se refiere a un
procedimiento para la obtención de ciclohexanona
pura y ciclohexanol puro a partir de los productos
de oxidación o las mezclas de oxidación obtenidos
5. al hacer reaccionar oxígeno o gases oxigenados con

- 2 320810



ciclohexano, La presente invención se refiere especialmente a la purificación de tales mezclas por rectificación a presiones determinadas.

- Es de conocimiento general el hecho de que
5. para la obtención de caprolactama se requiere una ciclohexanona de elevada pureza. Es conocida la obtención de ciclohexanona y ciclohexanol por oxidación de ciclohexano por la acción de oxígeno del aire, a temperatura y presión elevadas y en presencia
 10. de catalizadores de oxidación, procedimiento que se realiza convenientemente en varias etapas, con grados de conversión reducidos. Existe una serie de métodos conocidos en los cuales se lava la mezcla de oxidación. Conviene efectuar un lavado con agua
 15. al final de cada etapa, y un lavado con una disolución de hidróxido o carbonato alcalino, al final de la última etapa. Por medio de estas operaciones de lavado se separan las impurezas, especialmente las de naturaleza ácida o que son capaces de reaccionar
 20. con los álcalis, como son ácidos carboxílicos o ésteres de los ácidos carboxílicos. Después de separar por destilación el exceso de ciclohexano, se rectifica el residuo para obtener la ciclohexanona y el ciclohexanol. Esta rectificación se efectúa,
 25. por regla general, a presión reducida. Hay, sin embargo, ciertas impurezas que son extremadamente difíciles de separar de la ciclohexanona, por ejemplo, el ciclopentanol, la ciclopentanona, el alcohol n-amílico, el 2-metil-butanol, la metil-n-butilcetona,
 30. la etil-n-propilcetona y la di-n-propilcetona. Estas



- impurezas disminuyen el número de carbonilos de la ciclohexanona y asimismo la resistencia del producto a permanganato potásico. Mientras que la resistencia al permanganato de una ciclohexanona de máxima pureza es de muchas horas, los productos obtenidos por rectificación simple a presión reducida, a partir de las mencionadas mezclas de oxidación, no resisten al permanganato, sino por pocos minutos como máximo, y, en la mayoría de los casos, por un período incluso inferior a un minuto. En el caso de hacer reaccionar una ciclohexanona así obtenida con hidroxilamina y transformar el producto de forma usual en caprolactama y policaprolactama, se obtienen poliamidas que presentan ya desde un principio una coloración amarillenta o que muestran una fuerte tendencia a ponerse amarillentas. Una caprolactama obtenida a partir de ciclohexanona impura se caracteriza por su reducida resistencia a permanganato y su contenido en bases volátiles.
5. Era, por lo tanto, deseable el encontrar un procedimiento para la obtención de una ciclohexanona pura apropiada para producir poliamidas incolores y que no muestren tendencia a amarillear. El procedimiento de la presente invención se explicará en detalle en la siguiente descripción y a base de los dibujos en los cuales se representan gráficamente algunos dispositivos apropiados para realizar la descomposición de mezclas de oxidación, conforme a la presente invención.
10. La presente invención se basa en el des-
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

320810

- 4 -



- cubrimiento de que las impurezas de punto de ebullición inferior al de la ciclohexanona, llamadas "impurezas de bajo punto de ebullición" en el texto que sigue, son tanto más fáciles de separar por
5. rectificación de la ciclohexanona, cuanto más elevada sea la presión, dentro de determinados límites. La invención se basa además en el descubrimiento de que la separación del ciclohexanol y ciclohexanona se efectúa con resultados especialmente favorables
10. si se realiza por rectificación a presión reducida. Conforme a la presente invención, las impurezas de bajo punto de ebullición se separan por lo tanto de la ciclohexanona por fraccionamiento o rectificación a una presión comprendida entre 300 mm Hg abs. y 5
15. atmósferas, mientras que el ciclohexanol se separa de la ciclohexanona a una presión comprendida entre 1 y 300 mm Hg abs. Conviene operar en las dos operaciones de rectificación mencionadas a una diferencia de presión de por lo menos 300 mm Hg.
20. La separación de las impurezas de bajo punto de ebullición contenidas en la ciclohexanona se realiza con ventaja especial a una presión comprendida entre 400 y 1000 mm Hg abs., operándose, por razones prácticas, generalmente a presión atmosférica. El intervalo de presiones preferido para
25. separar por rectificación la ciclohexanona del ciclohexanol está comprendido entre 10 y 100 mm Hg abs. En cambio, no es crítica la presión a emplear en la separación de impurezas de punto de ebullición superior al del ciclohexanol, contenidas en el ciclo-
- 30.



- hexanol y llamadas "impurezas de punto de ebullición elevado" en el texto que sigue. En vista de los aparatos utilizados, conviene emplear en la columna de rectificación destinada a la separación de estas impurezas de punto de ebullición elevado la misma presión que en la columna destinada a separar el ciclohexanol de la ciclohexanona. Sin embargo, no hay tampoco inconveniente en operar en este proceso a la misma presión, a la cual las impurezas de bajo punto de ebullición se separan de la ciclohexanona, por ejemplo, a presión atmosférica.
- 5.
- 10.

- Las mezclas obtenidas por oxidación del ciclohexano contienen por lo tanto, 4 componentes o grupos de sustancias: ciclohexanona, ciclohexanol, impurezas de bajo punto de ebullición e impurezas de punto de ebullición elevado. Existen varias posibilidades en cuanto al orden de realizar la separación de estos componentes, pudiéndose, por ejemplo, separar primero las impurezas de bajo punto de ebullición y la ciclohexanona del ciclohexanol y las impurezas de punto de ebullición elevado, para someter entonces cada una de las mencionadas mezclas de sustancias, por separado, a los tratamientos posteriores adecuados. Otro método consiste en separar primero las impurezas de bajo punto de ebullición, efectuar entonces la separación de la ciclohexanona y realizar, en una tercera etapa, la separación del ciclohexanol y las impurezas de punto de ebullición elevado. Además, existe la posibilidad de separar primero las impurezas de bajo punto de ebullición,
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

320810

- 6 -



- el ciclohexanol y la ciclohexanona de las impurezas de punto de ebullición elevado, para proceder a continuación a la descomposición, por métodos adecuados, de esta mezcla constituida por tres componentes, separando por ejemplo, primero las impurezas de bajo punto de ebullición y descomponiendo entonces el residuo en ciclohexanol y ciclohexanona, o separando primero el ciclohexanol de la ciclohexanona y las impurezas de bajo punto de ebullición para eliminar estas últimas entonces, en otra etapa, de la ciclohexanona.
- 5.
- 10.

- Una forma preferida de realizar el procedimiento consiste en introducir la mezcla de oxidación exenta de ciclohexano excesivo, primero en una columna en la cuales descompuesta, a una presión comprendida entre 1 y 300 mm Hg abs., preferentemente entre 10 y 100 mm Hg abs, y con una relación de reflujo comprendida entre 15 : 1 y 1:1, convenientemente entre 10:1 y 1:1, en una parte de punto de ebullición más elevado integrada por ciclohexanol y las impurezas de punto de ebullición elevado, y una parte de punto de ebullición más reducido constituida por ciclohexanona e impurezas de bajo punto de ebullición. En una segunda columna se eliminan entonces las impurezas de bajo punto de ebullición contenidas en el producto de cabeza, a una presión comprendida entre 300 mm Hg abs. y 5 atmósferas, preferentemente entre 400 y 1000 mm Hg abs., y con una relación de reflujo de entre 20:1 y 5:1, convenientemente entre 15:1 y 5:1. La ciclohexanona se
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- saca del fondo de la columna y, después de someterla a una tercera rectificación a una presión comprendida entre 1 mm Hg abs. y 5 atmósferas, preferentemente entre 10 y 200 mm Hg abs., con una relación de reflujo de entre 12:1 y 1:1, convenientemente entre 10:1 y 1:1, se obtiene en forma pura. A partir del producto del fondo de la primera rectificación se obtiene, por medio de una cuarta rectificación realizada con una relación de reflujo similar a la de la tercera rectificación, ciclohexanol, además de las impurezas de punto de ebullición elevado, las cuales se sacan del fondo de la columna. El especialista del ramo comprenderá fácilmente que los límites superiores de la relación de reflujo indicados no son críticos; son determinados exclusivamente por consideraciones económicas.
- Otra forma ventajosa de llevar a cabo el procedimiento de la presente invención consiste en que en una primera rectificación se separan solamente las impurezas de bajo punto de ebullición contenidas en la mezcla de oxidación, a una presión comprendida entre 300 mm Hg abs. y 5 atmósferas, preferentemente entre 400 y 1000 mm Hg abs. Después de rectificar la mezcla residual a una presión comprendida entre 1 y 300 mm Hg abs., preferentemente entre 10 y 100 mm Hg abs., se obtiene como producto de cabeza una ciclohexanona pura, mientras que el producto del fondo de la columna se descompone en otra operación de rectificación en ciclohexanol e impurezas de punto de ebullición elevado.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

320810

- 8 -



- En la mayoría de los casos, se procederá entonces a deshidrogenar el ciclohexanol a ciclohexanona. Esta deshidrogenación no constituye, sin embargo, un objeto fundamental de la presente invención. La operación se realiza de forma usual, por ejemplo, a temperaturas comprendidas entre 150 y 400°C, especialmente entre 200 y 350°C, y en presencia de metales pesados del grupo I, II u VIII del Sistema Periódico como catalizadores, por ejemplo, cobre, níquel o cinc, o de óxidos del grupo V o VI del Sistema Periódico, como son el óxido de vanadio, el óxido de cromo y el óxido de molibdeno. Las sustancias mencionadas pueden estar aplicadas sobre soportes, como alúmina, óxido de cinc, ácido silícico, silicatos, magnesia, bióxido de titanio o bióxido de circonio. La ciclohexanona obtenida por deshidrogenación puede recircularse entonces a una etapa apropiada del proceso de descomposición y purificación de la mezcla de oxidación. Puede añadirse, por ejemplo, a la mezcla de partida que contiene todavía los cuatro componentes mencionados, siendo, sin embargo, igualmente posible incorporar la ciclohexanona obtenida por deshidrogenación del ciclohexanol a otra fase del proceso purificador, por ejemplo, a la zona de rectificación en la cual las impurezas de bajo punto de ebullición son separadas de la ciclohexanona, o a la columna en la cual se efectúa la separación de ciclohexanol y ciclohexanona (si ésta no es de todos modos la primera etapa en la descomposición de la mezcla de oxidación
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



inicial constituida por 4 componentes).

- Ya se ha mencionado que las impurezas de bajo punto de ebullición son tanto más fáciles de separar de la ciclohexanona cuanto más elevada sea la presión, dentro de ciertos límites. El especialista comprenderá que, por este motivo, es imposible indicar valores generales en cuanto a la capacidad de las columnas destinadas a separar las sustancias y mezclas mencionadas, lo cual vale tanto más que se sabe que el número necesario de platos teóricos depende también de la relación de reflujo y de la presión. Naturalmente, estas consideraciones son también aplicables a la separación entre el ciclohexanol y la ciclohexanona. Hasta cierto grado, los gastos de la separación dependen también del orden en el que se realiza la descomposición de las mezclas de oxidación.

- En el caso de descomponer, por ejemplo, el producto de oxidación a una presión comprendida entre 10 y 100 mm Hg abs. y con una relación de reflujo de 3:1, en dos partes, siendo una de ellas constituida esencialmente por ciclohexanol y la otra, esencialmente por ciclohexanona, se necesita una columna de 45 platos prácticos como mínimo. La columna en la cual las impurezas de bajo punto de ebullición son separadas entonces de la fracción de ciclohexanona, a una presión comprendida entre 400 y 1000 mm Hg abs. y con una relación de reflujo de 9:1, debe estar provista de por lo menos 30 platos prácticos. Con el objeto de obtener una ciclo-

320810



- 10 -

- hexanona pura, el residuo puede someterse, por ejemplo, a un proceso de destilación en una columna provista de por lo menos 10 platos prácticos, operando a una presión comprendida entre 10 y 1000 mm Hg abs. y con una relación de reflujo de 2:1.
5. La fracción descargada del fondo de la primera columna y que se compone esencialmente de ciclohexanol es liberada en otra columna, convenientemente a presión reducida comprendida, por ejemplo, entre 10 y 100 Torr y con una relación de reflujo de 1,5:1, de las impurezas de punto de ebullición elevado y separada en ciclohexanol puro e impurezas de punto de ebullición elevado. Se utiliza para este efecto una columna provista de por lo menos 20 platos prácticos.
10. El técnico comprenderá que en todos estos casos referidos, se pueden emplear igualmente columnas con un número mayor de platos, por ejemplo, con 50, 80 platos prácticos y más.
15. Las diversas operaciones de rectificación pueden llevarse a cabo en cualquiera de las columnas de separación usuales en la técnica, es decir, columnas de relleno, columnas de platos de campana o de borboteo y columnas de platos perforados.
20. El procedimiento de la presente invención, permite obtener una ciclohexanona la cual, en cuanto a pureza, responde incluso a las máximas exigencias, tales como se ponen por ejemplo, en la producción de caprolactama de elevada calidad. La oxidación del ciclohexano con oxígeno del aire puede efectuarse, por ejemplo, conforme a la patente alemana número
- 25.
- 30.



1.046.610 (patente francesa N^o 1.153.806) o conforme a la patente alemana N^o 1.065.410 (patente francesa N^o 1.203.534).

5. El nuevo procedimiento de la presente invención permite, sin embargo, también la separación y purificación de otras mezclas de oxidación obtenidas de forma en principio conocida, por oxidación de ciclohexano con oxígeno o gases oxigenados y eliminación del ciclohexano excesivo.
10. En el esquema de la figura 1 se representa a título de ejemplo, un dispositivo apropiado para la realización del procedimiento, conforme a la presente invención.
15. El producto de oxidación, tratado con aire, lavado con agua y lejía alcalina y liberado de ciclohexano, se introduce por el conducto 1 en la columna 2 (primera rectificación), en la cual es descompuesto en un producto de cabeza de bajo punto de ebullición constituido esencialmente por ciclohexanona y en un residuo de más difícil volatilidad constituido esencialmente por ciclohexanol.
20. Por el conducto 3, la fracción de cabeza eventualmente condensada se introduce entonces en la columna 4 (segunda rectificación), de la cual se descarga por el conducto 5, como producto de cabeza, una pequeña cantidad de ciclohexanona con componentes de más fácil volatilidad, sobre todo alcohol amílico. Esta mezcla puede utilizarse en la producción, de ácido adípico por oxidación de ciclohexanol/ciclohexanona con ácido nítrico. En cuanto a la parte
- 25.
- 30.



- principal del producto obtenido en la columna 4, se trata de ciclohexanona relativamente pura, la cual se introduce por el conducto 6 en la columna 7 (tercera rectificación). Después de separarse
5. aquí pequeñas cantidades de componentes de punto de ebullición más elevado, sobre todo ciclohexanol, se obtiene ciclohexanona pura, la cual se descarga como producto de cabeza por el conducto 8. Los
10. componentes de punto de ebullición elevado, sacados por el conducto 9 del fondo de la columna 7, se recirculan por el conducto 10 al conducto 1. El residuo obtenido al destilar los productos de oxidación en la columna 2 se introduce por el conducto 11 en la columna 12 (cuarta rectificación), No hay tam-
15. po inconveniente en llevar la totalidad o parte del residuo de la columna 7, por los conductos 9 y 13, al mencionado conducto 11. Para obtener ciclohexanol puro en la columna 12, la mezcla se somete a la destilación a presión normal o, convenientemente, a
20. presión reducida comprendida por ejemplo, entre 10 y 200 Torr. Por el conducto 14 de esta columna 12 se descargan pequeñas cantidades de un residuo de punto de ebullición elevado, mientras que por el conducto 15 se saca como producto de cabeza el ciclo-
25. hexanol puro. Si se desea transformar este ciclohexanol igualmente en ciclohexanona, debe conducirse por el conducto 16 al recipiente de deshidrogenación 17. La ciclohexanona así obtenida puede recircularse directamente al proceso de separación y purificación,
30. introduciéndose, por ejemplo, por el conducto 18 en

la columna 2, o bien por el conducto 19, en la columna 20 en la cual es liberada de productos de fácil volatilidad. Por los conductos 21 y 6, el residuo se lleva entonces a la columna 7.

5. La figura 2 representa otro aparato para la realización algo más fácil del procedimiento conforme a la presente invención.

- La mezcla de oxidación bruta y liberada de ciclohexano excesivo, se introduce por el conducto 1 en la columna 4, de la cual las impurezas de bajo punto de ebullición se sacan como producto de cabeza por el conducto 5. A partir del producto del fondo de la columna 4 se obtiene en la columna 7 una ciclohexanona pura (conducto 8) y otro producto de fondo, a partir del cual se obtiene ciclohexanol, en la columna 12 (conducto 15). Después de transformar el ciclohexanol en el recipiente de deshidrogenación 17 en ciclohexanona, se lleva ésta por el conducto 22 a la columna 4. Las impurezas de punto de ebullición elevado se descargan de la columna 12 por el conducto 14.
- 10.
- 15.
- 20.

- El técnico y conocedor del ramo comprenderá fácilmente que existe gran número de posibilidades de variación del procedimiento descrito, sin afectar éstas de modo alguno las características fundamentales de la presente invención. Por lo tanto, los siguientes ejemplos no limitan la invención, la cual abarca, por el contrario, todas las formas operatorias que se sirvan de las ventajas características del presente procedimiento, es decir, la
- 25.
- 30.

3208101

- 14 -



5. separación de impurezas de bajo punto de ebullición contenidas en la ciclohexanona a una presión comprendida entre 300 mm Hg abs. y 5 atmósferas, y la separación de ciclohexanol de la ciclohexanona a una presión comprendida entre 1 y 300 mm Hg abs.

EJEMPLO 1 :

La mezcla a descomponer se obtiene de la siguiente forma:

10. 9 m³ de ciclohexano de 110°C se introducen cada hora en el fondo de un recipiente de reacción vertical, cuya capacidad asciende a 4 m³. En el fondo del reactor se introduce además una cantidad horaria de 300 m³ de aire finamente repartido y de 15 g de cobalto en forma de una disolución de naftenato de cobalto en ciclohexano.
15. La temperatura en el interior del reactor asciende a unos 140°C, la presión, a 25 at. aproximadamente. El aire residual reciclado y la mezcla de oxidación líquida salen por el extremo superior del recipiente de oxidación.
20. La mezcla de oxidación se mezcla entonces con 90 kg/hora de agua de lavado, separándose las dos fases líquidas en un recipiente separador, con escape simultáneo de productos de oxidación gaseosos. La fase orgánica de 110°C se introduce entonces en un
25. segundo recipiente de oxidación cuya cabida es igualmente de 4 m³, al cual se agrega el aire y el catalizador de oxidación en las condiciones y cantidades arriba indicadas. Después de sacar la mezcla de oxidación del segundo recipiente de oxidación y
30. someterla a un lavado con agua conforme al método



- anteriormente descrito, se mezcla con 150 kg. de agua nueva. Se separa la fase orgánica de la acuosa para utilizar esta última en el lavado de los productos de oxidación salientes directamente de los recipientes de oxidación. A continuación, se mezcla la mezcla de oxidación con 100 kg de lejía sódica al 15 por 100, la cual se elimina después en un dispositivo separador. Después de efectuar otro lavado con 100 kg de agua nueva y eliminar el agua,
5. se libera la mezcla de reacción en una columna de funcionamiento continuo, del ciclohexano aún contenido, recuperándose de esta manera 8,5 m³/hora de ciclohexano, mientras que los 285 kg restantes de productos de oxidación se emplean para la obtención de ciclohexanona y ciclohexanol puros.
- 10.
- 15.

- Este producto de oxidación se descompone en un dispositivo conforme a la figura 1. En una columna de destilación (2) con 60 platos de campana, el producto de oxidación es descompuesto, a una presión de 30 mm Hg y con una relación de reflujo de 3:1, en un producto de cabeza de punto de ebullición a 63°C y constituido esencialmente de ciclohexanona, y una parte de difícil volatilidad constituida esencialmente por ciclohexanol. La temperatura del fondo de la columna asciende a 100°C. Después de condensar el producto de cabeza, se introduce en otra columna (4) con 60 platos de campana, mantenida a presión atmosférica. Con una relación de reflujo de 9:1, se obtiene como producto de cabeza una ciclohexanona con componentes más volátiles, sobre todo
- 20.
- 25.
- 30.



- alcohol amílico, cuya cantidad total se eleva al 5 por 100 aproximadamente del producto de oxidación empleado. Del fondo de la columna se descarga una ciclohexanona de 160°C, de la cual se separan
5. pequeñas cantidades de ciclohexanol, mediante destilación en una columna (7) provista de 40 platos de campana, a una presión de 30 mm Hg y con una relación de reflujo de 2:1. La ciclohexanona pura se descarga de la cabeza de la columna, mientras
10. que la pequeña cantidad de residuo sacado del fondo de la columna -donde la temperatura asciende a 97°C- se introduce otra vez en la primera columna (2), por el conducto 10. El residuo de la columna 2 se destila en la columna 12 provista de 40 platos de campana, con una relación de reflujo de 1,5:1, a una presión de 30 mm Hg y con una temperatura de 145°C en
15. el fondo de la columna. Obtiénense por hora 162 kg de ciclohexanol como producto de cabeza y 13 kg de componentes de punto de ebullición elevado.
20. El ciclohexanol es deshidrogenado a una temperatura que sube de 280 a 320°C, con ayuda de cobre precipitado sobre ácido silícico. El producto de la deshidrogenación se introduce, por el conducto 18, en la columna 2 para añadirse a la mezcla a des-
25. componer. Obtiénense los mismos resultados si se realiza la deshidrogenación a temperaturas ascendientes de 350 a 420°C y en presencia de cinc.
30. En el caso de deshidrogenar el ciclohexanol en la forma descrita y recircularlo al proceso, y después de lograrse condiciones estacionarias, se



obtiene como producto de cabeza de la columna 7 una cantidad horaria de 240 kg de ciclohexanona pura.

EJEMPLO 2 :

- Se emplea un dispositivo conforme a la figura 2.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- 600 kg de una mezcla de oxidación obtenida de forma usual por oxidación de ciclohexano y liberada del ciclohexano excesivo se introducen cada hora por el conducto 1 en la parte central de la columna de destilación 4, junto con 400 kg del producto de deshidrogenación sacado del recipiente de deshidrogenación 17 (conducto 22). La columna 4 de platos de campana va provista de aproximadamente 60 platos prácticos. Con una relación de reflujo de 15:1 y a presión normal, se descargan por hora, por el conducto 5, 34 kg de una fracción cuyo punto de ebullición está comprendido entre 147 y 149°C. En la columna 7 provista de 60 platos prácticos, a una presión de 30 mm Hg abs. y con una relación de reflujo de 4:1, se descompone entonces el producto descargado del fondo de la columna 4, en ciclohexanona pura y un producto de fondo constituido esencialmente por ciclohexanol. Por el conducto 8 se descarga una cantidad horaria de 500 kg. de ciclohexanona pura. El producto del fondo de la columna 7 se introduce entonces en la columna 12 provista de 60 platos prácticos y mantenida igualmente a una presión de 30 mm Hg abs. Del fondo de esta columna se sacan por hora 42 kg de impurezas de punto de ebullición elevado. El ciclohexanol puro se lleva,

320810

- 18 -



por el conducto 15, al recipiente de deshidrogenación 17, en el cual es deshidrogenado a ciclohexanona, la cual se recircula por el conducto 22 a la columna 4.

5.

- 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, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción, por 10 años, en España:
10. "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE CICLOHEXANONA Y
15. CICLOHEXANOL PUROS A PARTIR DE MEZCLAS DE OXIDACION"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1ª.-"Procedimiento para la obtención de ciclohexanona y ciclohexanol puros a partir de mezclas de oxidación", obtenidas por oxidación de ciclohexano con oxígeno o gases oxigenados y separación, por destilación, del ciclohexano excesivo, caracterizado porque se separan las impurezas de punto de ebullición inferior al de la ciclohexanona por rectificación a una presión comprendida entre
20. 300 mm Hg y 5 atmósferas, y se separa el ciclohexanol de la ciclohexanona por rectificación a una
25. presión comprendida entre 1 y 300 mm Hg abs., realizándose las operaciones de rectificación mencionadas a una diferencia de presiones de por lo menos
30. 300 mm Hg.



2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el ciclohexanol se deshidrogena y se recircula la ciclohexanona así obtenida al proceso de tratamiento de las mezclas de oxidación.

5.

3ª.- "Procedimiento para la obtención de ciclohexanona y ciclohexanol puros a partir de mezclas de oxidación"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en el dibujo adjunto.

10.

Esta Memoria consta de diecinueve hojas, escritas a máquina por una sola persona.

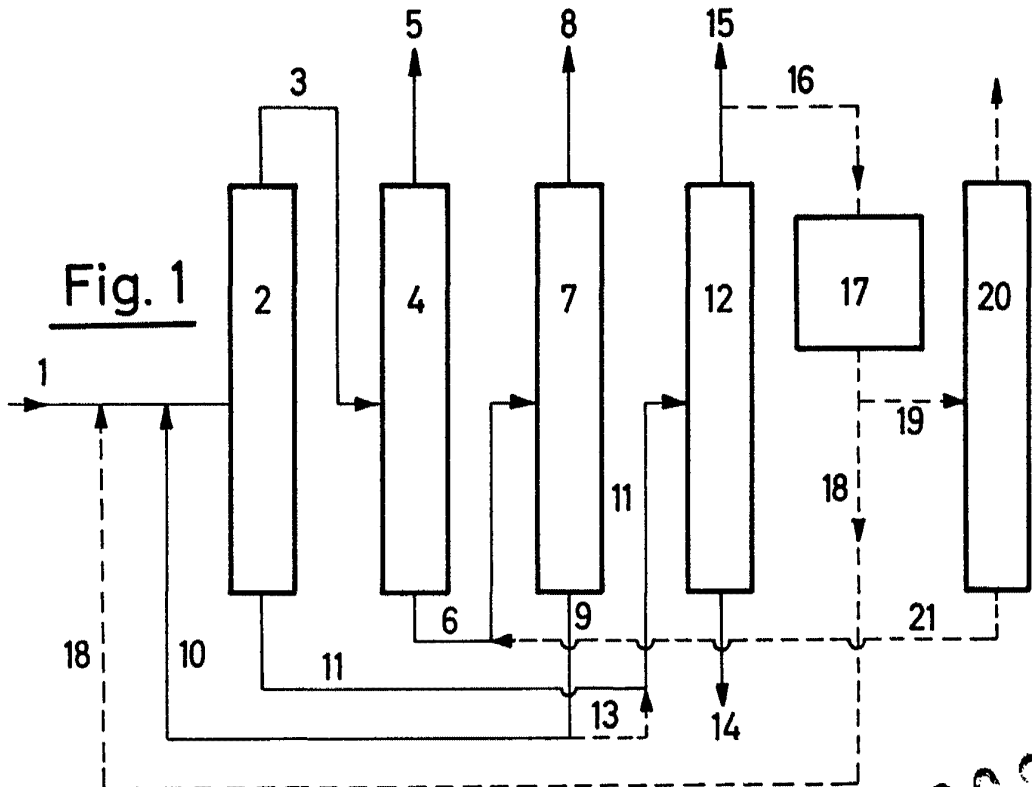
Madrid,

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AG.

MEZ ACEBO Y MODE
Almador: E. Pascual Ruiz

10.1965

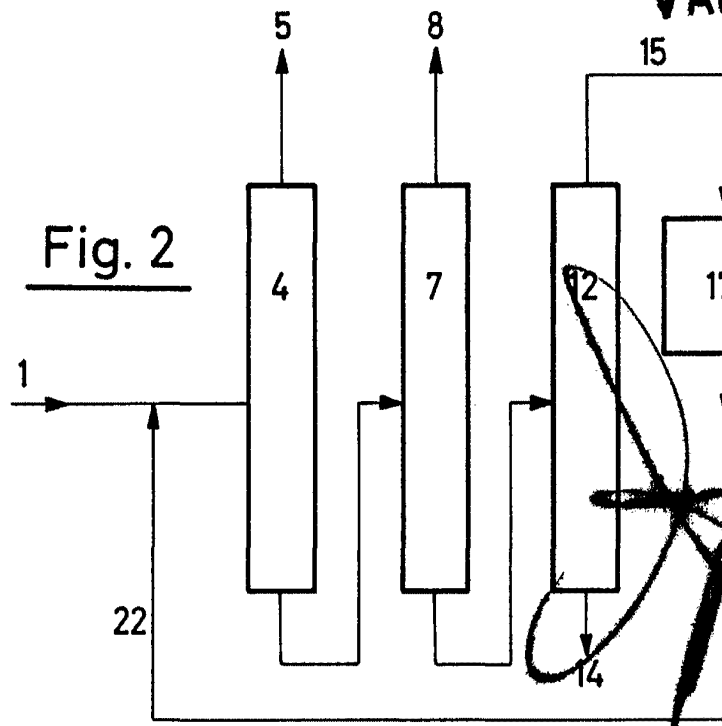
Fig. 1



320810

ESCALA VARIABLE

Fig. 2



ACEPTO