

4 1 9 2 9 2

22 NOV



P.- 55.549

GRD/54/JB Case CG.3335

Int. Cl.: <u>CO7C</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de BP CHEMICALS INTERNATIONAL LIMITED

entidad británica

establecida en Britannic House, Moor Lane, Londres,
EC2Y 9BU, Inglaterra

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE ACETONA
QUE CONTIENE ACETALDEHIDO"

(Clase Internacional CO7c)

419292



La presente invención se refiere a un procedimiento para la purificación de acetona, en particular la acetona producida como sub-producto en la descomposición del hidroperóxido de cumeno para formar fenol.

Es bien conocido que cuando el hidroperóxido de cumeno se somete a la descomposición ácida se produce acetona además de fenol. Esta acetona contiene cierto número de impurezas de punto de ebullición más alto y más bajo tales como cumeno, óxido de mesitilo y acetaldehído las cuales se deben eliminar antes de que la acetona sea comercialmente aceptable. Así, después de la separación del fenol, la acetona se puede purificar mediante destilación efectuada en dos columnas, en la primera de las cuales los contaminantes de bajo punto de ebullición se separan como destilados y se añade álcali para provocar la condensación del acetaldehído residual para formar aldol, de la cual la acetona liberada de las impurezas de más bajo punto de ebullición pero que todavía contiene aldol se separa como producto base. En la segunda columna la base alimentada desde la primera columna se destila para separar acetona pura como un destilado de cabezas. En esta última columna, sin embargo, se ha encontrado que si se separa demasiada acetona de cabezas se descompone suficiente

419292



aldol que permanece en el residuo para formar acetalde-
hido, el cual también destila en las cabezas y contami-
na el producto de acetona. Alternativamente la destila-
ción de solamente parte de la acetona para evitar la
5 descomposición del aldol es claramente no económica
aparte del hecho de que la acetona no recuperada cons-
tituye un problema para el desecho del efluente.

Es un objeto de la presente invención crear
un procedimiento para la destilación de acetona para
10 efectuar la purificación el cual supera sustancialmen-
te las desventajas anteriormente mencionadas.

De acuerdo con ello la presente invención es
un procedimiento para la purificación de acetona que
contiene acetaldehído producida mediante la descomposi-
15 ción catalizada por ácidos del hidroperóxido de cumeno
que comprende la destilación de una mezcla que contie-
ne acetona y acetaldehído en una primera columna para
separar el acetaldehído de las cabezas y en presencia
de álcali suficiente para efectuar la condensación del
20 acetaldehído residual para formar aldol y separar la
acetona que contiene aldol como producto base, la des-
tilación adicional del producto base en una segunda
columna para separar no más de aproximadamente el 99 %
de la acetona como un destilado de cabezas sustancial-
25 mente puro, la destilación del producto base de la
segunda columna en una tercera columna bajo condiciones

419292



tales que el destilado contenga la acetona residual y cualquier acetaldehído que proceda de la descomposición del aldol.

5 Se prefiere recircular el destilado de la tercera columna o bien a la primera columna donde se separa el acetaldehído de las cabezas o bien a la descomposición catalizada por ácidos del hidroperóxido de cumeno o a los productos de dicha descomposición catalizada por ácidos del hidroperóxido de cumeno.

10 En la primera columna, la cual puede operar bajo presión sustancialmente atmosférica y a una temperatura de aproximadamente 50°C en la parte superior, se añade un álcali, por ejemplo hidróxido de sodio, para provocar una condensación en aldol del acetaldehído residual. La alimentación a la columna de acetona y
15 acetaldehído se introduce en un punto intermedio en la columna y de acuerdo con un aspecto adicional del procedimiento de la presente invención, una parte principal del álcali se alimenta a la columna en un punto por
20 debajo del punto de alimentación de la mezcla de acetona/acetaldehído mientras la pequeña parte que queda se alimenta por encima del punto de alimentación. Se ha
25 encontrado que con este método de operación se controla la corrosión en la parte superior de la columna y

419292



se separa más del contenido de acetaldehído de la mezcla en las cabezas.

5 La segunda columna puede funcionar convenientemente bajo presión reducida, por ejemplo con una temperatura en la parte superior de aproximadamente 40°C. El destilado que contiene sustancialmente acetona pura se encuentra que es de superior calidad al obtenido hasta ahora en términos de tiempos de permanganato. El producto base de la columna debe contener por lo menos
10 0,1 % de acetona, preferiblemente aproximadamente 1 %. Contendrá también aldol y puede contener además cumeno, óxido de mesitilo y agua.

15 En la tercera columna el producto base de la segunda columna se destila para recuperar y recircular la acetona residual como destilado. Bajo estas condiciones parte del aldol se descompone en acetaldehído el cual destila junto con la acetona y se recircula con ella.

20 El producto base de la tercera columna que puede contener cumeno, óxido de mesitilo y agua se descarga para un tratamiento adicional. La tercera columna se puede hacer funcionar a cualquier presión conveniente. Las condiciones típicas del funcionamiento son una presión y temperatura de 950 mm de Hg absolutos y
25 85°C respectivamente en la parte más alta de la columna.

15-11-73

419292



Los siguientes Ejemplos se pretende que ilustren pero de ningún modo limiten el procedimiento de la presente invención.

5 Ejemplo 1

La acetona cruda que contiene acetaldehído producida mediante la descomposición catalizada por ácidos del hidroperóxido de cumeno se sometió a destilación en una primera columna en presencia de hidróxido de sodio para eliminar colas ligeras y en particular el acetaldehído en las cabezas. El producto base se sometió luego a una segunda destilación, bajo presión reducida, bajo condiciones tales que el 1,8% de acetona permaneció en el producto base. La acetona pura de la parte superior tuvo un tiempo de permanganato de más de 24 horas, medidas mediante un método tipo (BS 509-1971).

El producto base consistió en 2 fases. La fase acuosa, que contenía 1,8% de acetona se sometió a un arrastre con vapor continuo en una columna de laboratorio sin relleno que medía 50 cm de largo y 5 cm de diámetro. Con una temperatura de alimentación de 27°C y una velocidad de alimentación de 20 ml/min la temperatura de la base se mantuvo a 99°C dando 2,3 ml/min

419292



de destilado que contenía 89% de la acetona alimentada.

Ejemplo 2

5

La acetona cruda que contenía acetaldehído producida mediante la descomposición catalizada por ácidos del hidroperóxido de cumeno se sometió a destilación en una primera columna en presencia de hidróxido de sodio para eliminar las colas ligeras y en particular el acetaldehído en las cabezas. El producto base se sometió luego a una segunda destilación bajo presión reducida, bajo condiciones tales que el 1,7% de la acetona permaneció en el producto base. La acetona pura de las cabezas tenía un tiempo de permanganato de más de 24 horas medidas mediante un método tipo (BS 509-1971).

10

15

20

25

La fase orgánica del producto base que contenía 1,7% de acetona se alimentó a 20 ml/min y 38°C en una columna de laboratorio que medía 50 cm de largo y 5 cm de diámetro y rellena con anillos Raschig. La temperatura de la base se mantuvo a 82°C mediante arrastre con vapor continuo y el destilado ascendió a 2,0 ml/min. El destilado contenía el 99% de la acetona alimentada.



419292

Ensayo de Comparación

5 Acetona cruda como la usada en los Ejemplos
1 y 2 se sometió al mismo procedimiento de destilación
usado en los Ejemplos excepto que más del 99% de la
acetona alimentada a la segunda columna de destilación
se condujo a las cabezas, dejando solamente 0,3% de
acetona en la corriente de la base. La calidad de la
10 acetona medida según la BS 509-1971 se había deteriora-
do hasta el extremo que el tiempo de permanganato fue
menor de 24 horas.

15 La presente solicitud, que corresponde a la
presentada en Gran Bretaña, el 4 de Octubre de 1972,
bajo el Nº 45682/72, se acoge a los beneficios del Ar-
tículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Indus-
trial.

20

REIVINDICACIONES

25

Los puntos de invención propia y nueva que

15-11-73

- 8 -

Ag

419292



se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

5 1ª.- Un procedimiento para la purificación de acetona que contiene acetaldehído producida mediante la descomposición catalizada por ácidos del hidropéroxido de cumeno que comprende destilar una mezcla que contiene acetona y acetaldehído en una primera
10 columna para eliminar el acetaldehído en las cabezas y en presencia de álcali suficiente para efectuar la condensación del acetaldehído residual para formar aldol y eliminar la acetona que contiene aldol como
15 producto base, destilar adicionalmente el producto base en una segunda columna para separar no más de aproximadamente el 99% de la acetona como un destilado de cabezas sustancialmente puro, destilar el producto
20 base de la segunda columna en una tercera columna bajo condiciones tales que el destilado contiene la acetona residual y cualquier acetaldehído que proceda de la descomposición del aldol.

25 2ª.- Un procedimiento de acuerdo a la reivindicación 1ª, en el que el destilado de la tercera columna se recircula o bien a la primera columna donde se elimina el acetaldehído en las cabezas o bien a la

Dez

419292



descomposición catalizada por ácidos del hidroperóxido de cumeno o de los productos de dicha descomposición catalizada por ácidos del hidroperóxido de cumeno.

5 3ª.- Un procedimiento de acuerdo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la primera columna se hace funcionar bajo presión sustancialmente atmosférica y a una temperatura de aproximadamente 50°C en la parte superior.

10 4ª.- Un procedimiento de acuerdo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que el álcali usado para efectuar la condensación del acetaldehído residual para formar aldol es hidróxido de sodio.

15 5ª.- Un procedimiento de acuerdo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes donde la acetona que contiene acetaldehído producida mediante la descomposición catalizada por ácidos del hidroperóxido de cumeno se alimenta en un punto intermedio en
20 la primera columna y una parte principal del álcali se alimenta a dicha columna en un punto por debajo del punto de alimentación de dicha mezcla de acetona que contiene acetaldehído mientras que la pequeña parte restante del álcali se alimenta por encima del punto
25 de alimentación de la mezcla de acetona que contiene

419292



acetaldehído.

5 6ª.- Un procedimiento de acuerdo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la segunda columna se hace funcionar a presión reducida.

7ª.- Un procedimiento de acuerdo a la reivindicación 6ª en el que la temperatura en la parte superior de la segunda columna es aproximadamente 40°C.

10 8ª.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que el producto base de la segunda columna contiene por lo menos 0,1% de acetona.

15 9ª.- Un procedimiento de acuerdo a la reivindicación 8ª en el que el producto base contiene aproximadamente 1% de acetona.

20 10ª.- Un procedimiento de acuerdo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la tercera columna se hace funcionar a una presión de aproximadamente 950 mm de Hg absolutos y a una temperatura de aproximadamente 85°C en la parte superior de la columna.

11ª.- Un procedimiento para la purificación de acetona que contiene acetaldehído.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

15-11-73

- 11 -

Reg

419292



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

22 NOV. 1973

Madrid,

P.A.

Alberto de Elizaburu
Per Foddy

15-11-73

MFM

- 12 -