

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA



(19) ES	(11) NÚMERO <b>447340</b>	(10) A1
(21)	(22) FECHA DE PRESENTACION 26.4.76	

P.- 62.696  
K 179 SPA

**PATENTE DE INVENCION**

(30) PRIORIDADES: (31) NÚMERO 17533/75	(32) FECHA 28.4.75	(33) PAIS Gran Bretaña
----------------------------------------------	-----------------------	---------------------------

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C07C	(52) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
--------------------------	------------------------------------------	----------------------------------------

(54) TITULO DE LA INVENCION "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE 3,5-XILENOL"
--------------------------------------------------------------------------------------

(71) SOLICITANTE (S) SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ B.V.
-------------------------------------------------------------------------

DOMICILIO DEL SOLICITANTE Carel van Bylandtlaan 30, La Haya, Holanda
-------------------------------------------------------------------------

(72) INVENTOR (ES) Freddy Wattimena
----------------------------------------

(73) TITULAR (ES)
-------------------

(74) REPRESENTANTE D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ
-------------------------------------------------------



1 Esta invención se refiere a un procedimiento para la preparación de 3,5-xilenol a partir de 3,5,5-trimetilciclohexen-2-ona (isoforona).

5 Se conoce según la Memoria Descriptiva de la Patente Británica 584.256, que la isoforona puede ser convertida en 3,5-xilenol calentando isoforona a temperaturas comprendidas entre 668 y 676°C. Sin embargo, los rendimientos de producto son relativamente bajos (39%). También es conocido usar una diversidad de catalizadores sólidos para mejorar el rendimiento. Son ejemplos de tales catalizadores, 10 alúmina activada que se conoce según la Memoria Descriptiva de la Patente Británica 588.099 y una mezcla de óxido de cromo (III)-óxido de cobre (I) que se conoce según la Memoria Descriptiva de la Patente Británica 1.197.803. Una des- 15 ventaja de tales catalizadores sólidos es que durante la reacción de conversión se forma sobre el catalizador un depósito de carbono. Esto conduce a una disminución de la actividad del catalizador y hace necesario detener la reacción a intervalos con objeto de regenerar el catalizador.

20 Se ha encontrado ahora que puede convertirse isoforona en 3,5-xilenol con buen rendimiento usando ciertos catalizadores homogéneos.

25 Por consiguiente, la presente invención proporciona un procedimiento para la preparación de 3,5-xilenol que comprende calentar isoforona a una temperatura comprendida entre 450 y 650°C en presencia de un halógeno de número atómico por lo menos 17, o un compuesto orgánico que contenga tal halógeno.

30 El halógeno puede ser cloro, bromo o yodo. El compuesto orgánico puede contener cualquiera de estos tres ha-



1 lógenos, pero es de preferencia un compuesto que contenga  
yodo. El compuesto puede ser un compuesto alifático satura-  
do o insaturado o un compuesto aromático. El compuesto ali-  
fático contiene preferiblemente de 1 a 6 átomos de carbono,  
5 y puede ser por ejemplo, un haloalcano tal como yoduro de  
metilo, bromuro de n-butilo o tetracloruro de carbono, o un  
haluro de alilo tal como bromuro de alilo. El compuesto aro-  
mático puede ser un haluro de fenilo tal como yoduro de fe-  
nilo. La cantidad de catalizador puede estar comprendida en-  
10 tre 0,01 y 20 % en peso, y preferiblemente está comprendida  
entre 0,1 y 5,0 % en peso, basada en el peso de isoforona.

El procedimiento se lleva a cabo preferiblemente  
a una temperatura de 550 a 650°C. La presión es convenientemente  
la presión atmosférica, aun cuando el procedimiento  
15 puede ser llevado a cabo también a presiones inferiores a  
la atmosférica o superiores a la atmosférica.

En una realización el procedimiento se lleva a ca-  
bo continuamente haciendo pasar la isoforona y el cataliza-  
dor a través de un reactor tubular calentado. La isoforona  
20 y el catalizador pueden ser mezclados también con un dilu-  
yente inerte, por ejemplo nitrógeno o un alcano, con objeto  
de mejorar la selectividad del procedimiento y/o la transfe-  
rencia de calor en el reactor. En algunas circunstancias  
puede ser ventajoso también irradiar la mezcla reaccionan-  
25 te con radiación ultravioleta.

El 3,5-xilenol puede ser recuperado de la mezcla  
de reacción y purificado mediante cualquier método adecua-  
do, por ejemplo por destilación. Desde el punto de vista  
económico también puede ser deseable incluir en el procedi-  
30 miento una etapa de recuperación separada para el halógeno



1 o el compuesto orgánico que contiene el halógeno.

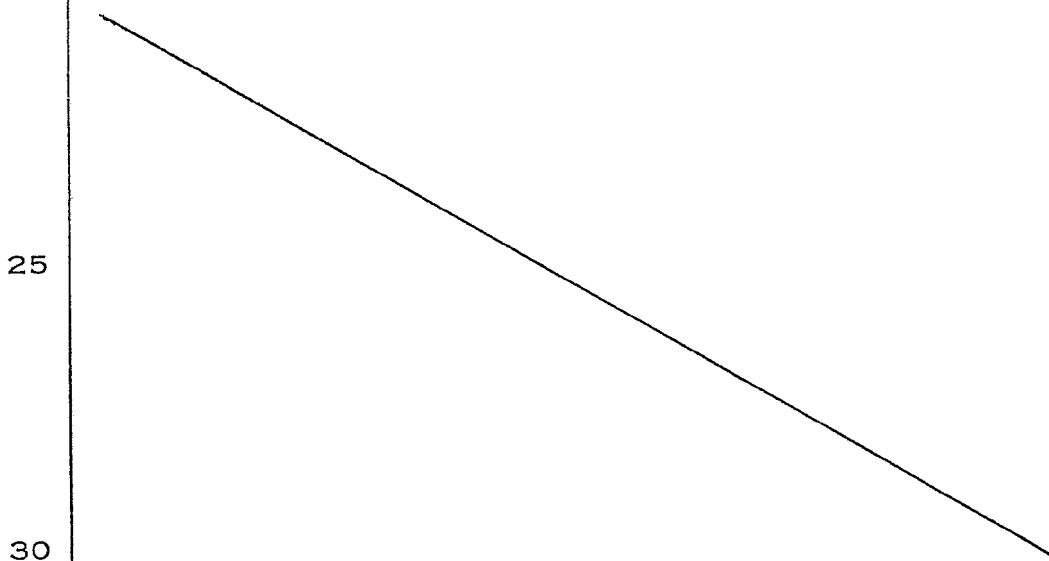
La invención se ilustra además en los Ejemplos siguientes.

5 EJEMPLOS 1 a 12

El reactor consistía en un tubo de acero inoxidable de 320 mm de longitud y 10 mm de diámetro equipado con un par termoeléctrico de 5 mm de diámetro a lo largo de toda su longitud. El tubo estaba rodeado por un horno calentado eléctricamente. El catalizador se disolvió en isoforona y la mezcla se hizo pasar a una velocidad espacial constante a través del tubo calentado. El producto se disolvió en acetona y se analizó por CGL.

15 Los resultados de los diversos ejemplos se indican en la Tabla que figura a continuación.

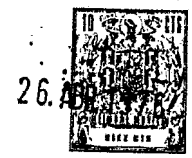
Las cantidades de producto procedentes de un número de experimentos fueron reunidas (548,6 g en total) y se destiló a presión reducida. Se obtuvo 3,5-xilenol que tenía una pureza de más de 99% con un rendimiento de 85,4%; punto de ebullición 90-95°C a 1 mm de Hg.



TABLA

Ejemplo	Catalizador	Concentración del catalizador (% en peso basado en iso-forona)	Temperatura (°C)	Velocidad espacial (ml. ml de reactor.hr)	Conversión de iso-forona (%)	Selectividad a 3,5-xilenol (%)
1	Yoduro de metilo	0,1	600	0,33	93,9	79,9
2	"	0,5	600	0,33	97,6	83,2
3	"	1,0	475	0,33	30	94
4	"	1,0	570	0,5	100	85
5	"	1,5	570	0,5	100	93
6	"	5,0 <sup>##</sup>	570	0,5	100	95
7	"	10,0	550	0,66	100	85
8	Bromuro de n-butilo	1,0	600	0,33	94,8	80,4
9	Tetracloruro de carbono	1,0	600	0,33	96	65
10	Bromuro de alilo	1,2	570	0,8	75	81
11	Yoduro de fenilo	1,3	570	0,3	99	86
12	Bromo <sup>###</sup>	2,4	570	0,6	76	84
Comparativo	Ninguno	-	600	0,023	70	50

<sup>##</sup> La mezcla reaccionante se diluyó con nitrógeno; proporción molar de N<sub>2</sub>:iso-forona = 1 : 4.  
<sup>###</sup> Usado como solución en benceno (9,3 g de Br<sub>2</sub> por 100 ml de C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>).





1

REIVINDICACIONES

5

10

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15

1ª.- Un procedimiento para la preparación de 3,5-xilenol que comprende calentar isoforona a una temperatura comprendida entre 450° y 650°C en presencia de un halógeno de número atómico por lo menos 17, o un compuesto orgánico que contiene tal halógeno.

20

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que el compuesto orgánico que contiene halógeno es un compuesto alifático saturado o insaturado o un compuesto aromático.

25

3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 2ª, en el que el compuesto alifático contiene de 1 a 6 átomos de carbono.

4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª, en el que el compuesto alifático es un haloalcano o un haluro de alilo.

5ª.- Un procedimiento según la reivindicación 2ª, en el que el compuesto aromático es un haluro de fenilo.

30

6ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, en el que el compuesto orgánico es



1 un compuesto que contiene yodo.

7ª.- Un procedimiento según la reivindicación 6ª, en el que el compuesto orgánico es yoduro de metilo o yoduro de fenilo.

5 8ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 7ª, en el que la cantidad de catalizador usado está comprendida entre 0,1 y 5% en peso, basada en el peso de isoforona.

10 9ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 8ª, en el que la temperatura está comprendida entre 550º y 650ºC.

10ª.- Un procedimiento para la preparación de 3,5-xilenol.

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

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

Madrid,

26. ABR. 1975

20

P.A.

Fernando de Eizaburu  
Por Poder.

25