



ESPAÑA

19 ES	11 NUMERO	10 A1
21	448618	
22	FECHA DE PRESENTACION	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
24100 A/75	6 Junio 1.975	Italia.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07F; C07B	

64 TITULO DE LA INVENCION
"PROCESO PARA LA PRODUCCION EN CONTINUO DE HALURO DE CICLO- HEXIL MAGNESIO"

71 SOLICITANTE (S)
OXON ITALIA, S.p.A.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
20016 PERO (Milano) (Italia) Strada Sempione, 21

72 INVENTOR (ES)
D. Raimondo MOTTA,

73 TITULAR (ES)
OXON ITALIA, S.p.A.

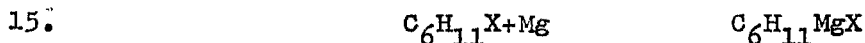
74 REPRESENTANTE
DON JAIME ISERN CUYAS, Abogado y Agente Oficial de la Propie- dad Industrial.

MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente invento se refiere a un proceso para la producción en continuo de haluro de ciclohexil magnesio.

5. Según es sabido, los haluros de ciclohexil magnesio son productos que han adquirido recientemente una gran importancia, para la producción por ejemplo de derivados del triciclohexil estaño, tales como los haluros de triciclohexil estaño y los hidróxidos de triciclohexil estaño, los cuales poseen una gran aplicación como herbicidas.

10. Los haluros de ciclohexil magnesio son en la actualidad producidos por medio de un proceso discontinuo. Tal proceso posee desventajas, como por ejemplo el hecho de que siempre existe la posibilidad de que se produzcan explosiones (mientras que se está llevando a cabo la reacción de acuerdo con:



en la que X es un halógeno, especialmente Cl), en el caso de que sea suministrada una cantidad excesiva de haluro cuando la reacción no ha comenzado todavía. Además, la reacción no se desarrolla siempre de una forma completa, y a veces es necesario para su desarrollo que se lleve a cabo en una atmósfera inerte.

20. Todos estos inconvenientes han sido eliminados por medio del proceso continuo de acuerdo con la presente invención, la cual incluye además, en comparación con el proceso conocido, todas las ventajas de la producción continua.

25. El proceso de acuerdo con la invención se ha caracterizado porque el haluro de ciclohexil es alimentado desde la base inferior, en una proporción constante, hacia una columna termotatizada que contiene virutas del magnesio que han sido alimentadas desde la parte superior de la propia columna, y el haluro de ciclohexil magnesio deseado es recuperado en la parte supe-

30.

rior de la columna. Preferiblemente, la temperatura de la columna es mantenida entre alrededor de 58-60 °C y el haluro de ciclohexilo es alimentado en una solución de tetrahidrofurano, siendo también obtenido el haluro de ciclohexil magnesio, en una solución de tetrahidrofurano.

5.

La invención también se refiere al aparato para llevar a cabo dicho proceso, el cual consiste en una columna termostaticada, que posee en su pié o base inferior una pluralidad de anillos de Rasching y la cual se ha dotado en su parte superior con un derramadero, que posee un tubo de descarga y un tanque, así como con una boquilla superior de alimentación, mientras que la parte inferior de dicha columna se ha conectado a través de un conducto de alimentación, a una bomba que termina en un tanque.

10.

La invención se va a describir ahora con más detalle, con referencia al dibujo que se acompaña, el cual muestra esquemáticamente la síntesis del aparato utilizado, para llevar a cabo la reacción entre el cloruro de ciclohexilo y el magnesio.

15.

Con referencia a dicho dibujo, se hace uso de una columna 1 (para el proceso de acuerdo con la invención), que posee un diámetro de 5 cm. y un volumen de 2000 ml., conteniendo en su parte inferior 2 una pluralidad de anillos de Rasching de alrededor de 3 cm., y siendo termostaticada entre 58-60 °C por medio de la circulación desde la parte inferior hacia arriba, de agua hacia una cubierta 3. Dicha columna comprende en su parte superior una boquilla de alimentación 4 y en su parte superior igualmente un derramadero 5, conectado a través de una descarga 5' a un tanque 6, mientras que en la parte inferior de la columna, la cual comprende también un grifo de drenaje 7, se encuentra un conducto de alimentación 8, hacia el cual es dirigido el producto contenido en un tanque 9, para que fluya a través de una bomba 10 de

20.

25.

30.

gasto constante.

- De acuerdo con el proceso de la invención, la columna 1 es llenada a través de la boquilla de alimentación 4, con virutas (alrededor de 420 grs.) por encima de la altura de la descarga 5". Después, son introducidos en la columna alrededor de 200 ml. de una solución del 34-35% de reactivo de Grignard en tetrahidrofurano; después se espera a que la temperatura de entrada alcance los 58-60 °C y después se empieza a alimentar a través del conducto 8, una solución anhidro de cloruro de ciclohexilo en tetrahidrofurano, en la proporción de 650 gr. de tetrahidrofurano y 290 gr. de cloruro de ciclohexilo, en una cantidad de 1 Kg. por hora. Puesto que continua la alimentación de dicha solución desde el conducto 8, el producto de reacción consistente en una solución del 34-35% de reactivo de Grignard en tetrahidrofurano, comienza a fluir desde el derramadero 5. Dicha solución es recogida en un tanque apropiado 6.

- El rendimiento de la reacción, calculado sobre el cloruro de ciclohexilo, es del 96-98%. La alimentación de magnesio principalmente hacia el pié de la columna 1, se lleva a cabo de modo que desciendan despacio a lo largo de la propia columna; esta última es mantenida constantemente llena mediante la adición frecuente de virutas a través de la boquilla de alimentación.

Con esta técnica, no aparece en ningun momento la formación de residuos, con lo cual no se hace necesaria la limpieza periódica de la columna.

Para interrumpir la producción, es suficiente con parar la alimentación desde el conducto 8, para que se enfrie el aparato y para que se mantenga la columna 1 llena en condiciones anhidro. Para comenzar de nuevo la producción, la temperatura de en

trada se hace alcanzar de nuevo los 58-60 °C y la solución de cloruro de ciclohexilo es alimentada de nuevo desde el conducto 8.

5. En comparación con las técnicas discontinuas conocidas, el proceso continuo de acuerdo con la presente invención, para la preparación de haluros de ciclohexil magnesio, tiene como primera ventaja, la de ser menos peligroso, debido a las cantidades reducidas de productos que intervienen en el ciclo y debido a la eliminación de los riesgos que llevaban consigo el comienzo de la reacción. De hecho, la columna de reacción puede ser mantenida completamente llena de reactivo de Grignard y de Mg, y quedar en estas condiciones a temperatura ambiente, incluso durante periodos de tiempo prolongados, y después puede ser puesta en marcha de nuevo, en condiciones de rendimiento normal, después de que ha sido llevada a su punto la temperatura de reacción. (Por otra parte, esto hace indispensable la utilización de un solvente, el cual mantendrá el reactivo de Grignard a temperatura ambiente, de modo que no haya precipitaciones en la columna).

10. Otra ventaja más del proceso de acuerdo con la invención reside en el hecho de que el camino seguido por el magnesio, de acuerdo con el tipo de alimentación adoptada, permite que el mismo alcance el área de reacción en condiciones de máxima reactividad. Es posible por lo tanto, obtener una reacción completa con un paso único para el haluro hacia la columna, sin tener que ser reciclado.

15. No debe olvidarse además el hecho de que los ensayos llevados a cabo han revelado que no es necesario llevar a cabo la reacción en atmósfera de gas inerte, como se requiere siempre en el caso de los procesos discontinuos conocidos, esto se debe pro-

bablemente al hecho de que, en el proceso que se utiliza el aparato de acuerdo con la invención, la invención tiene lugar en un área que queda definida fuera del contacto con el aire.

N O T A

- Hecha la descripción del presente invento se hace constar
5. que esta solicitud se acoge a la prioridad de la solicitud italiana nº 24100 A/75, depositada el 6 de Junio de 1.975, y que se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:
10. 1.- Proceso continuo para la producción de haluro de ciclohexil magnesio (reactivo de Grignard), caracterizado porque el haluro de ciclohexilo es alimentado en una proporción constante, desde la base, hacia una columna termostatzada que contiene virutas de magnesio alimentadas desde la parte superior de la propia columna, y siendo recuperado el haluro de ciclohexil magnesio
15. deseado en la parte superior de la citada columna.
20. 2.- Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la temperatura de la columna es mantenida entre alrededor de 58-60 °C y el haluro de ciclohexilo es alimentado en una solución de tetrahidrofurano, obteniéndose también el haluro de ciclohexil magnesio en una solución de tetrahidrofurano.
25. 3.- Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que en su comienzo, una solución de haluro de ciclohexil magnesio en tetrahidrofurano es introducida en la columna, antes de que comience la alimentación de haluro de ciclohexil magnesio.
- 4.- Proceso, según las reivindicaciones 1 a 3, en el que se ha previsto una columna termostatzada, la cual posee en su base

*me*

5. una pluralidad de anillos de Rasching y habiéndose previsto en la parte superior un derramadero, que posee un tubo de descarga y un tanque, y una boquilla superior de alimentación, mientras que la parte de la base de dicha columna se ha conectado a través de un conducto de alimentación a una bomba que termina en un tanque.

5.- Proceso para la producción en continuo de haluro de ciclohexil magnesio.

10. Según se describe y reivindica en la presente Memoria que consta de 7 hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara y de 1 lámina de dibujos.

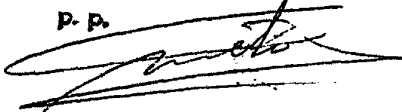
Madrid, a 5 de Junio de 1.976

OXON ITALIA, S.p.A.

p.a.

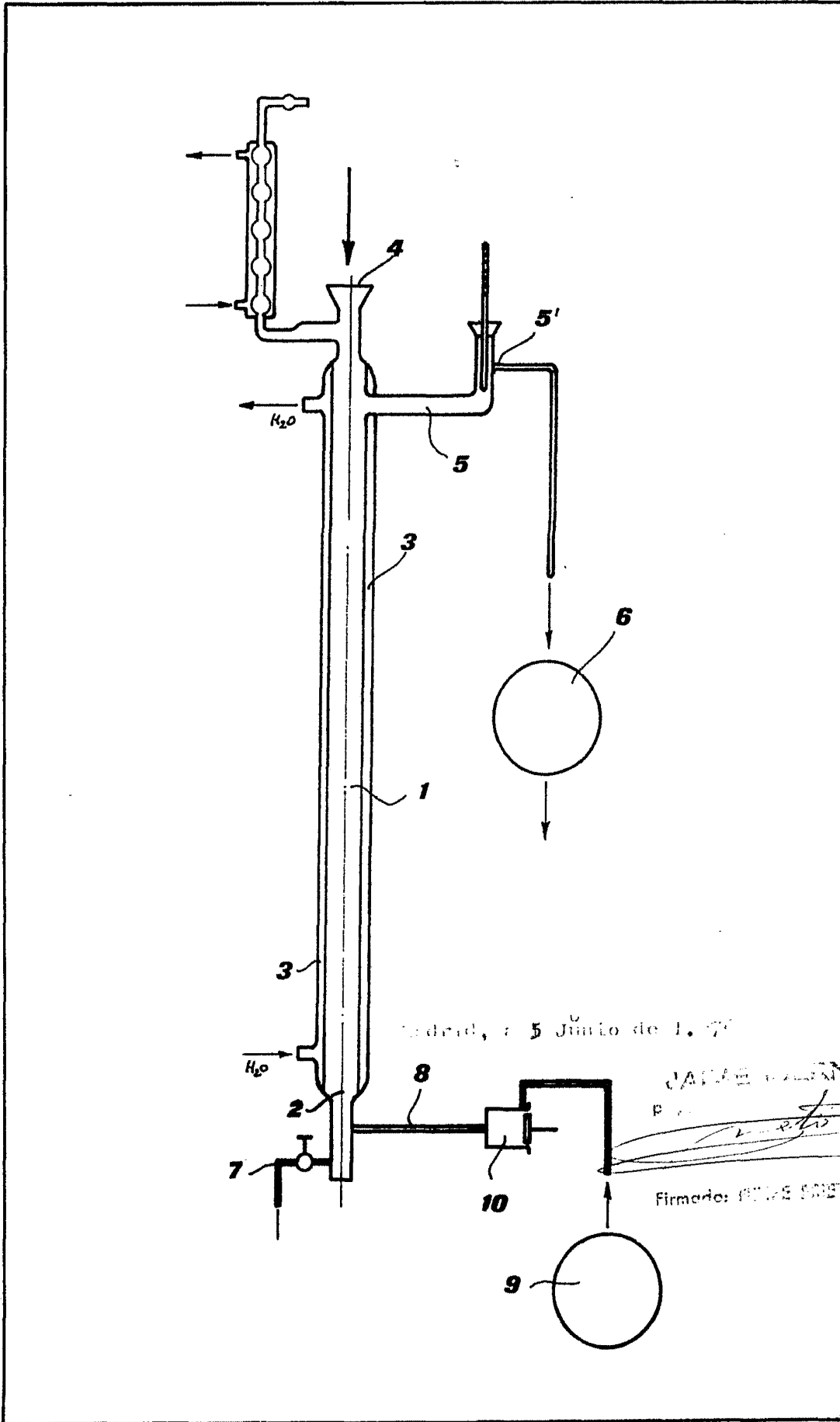
JAIME ISERN

P. P.



Firmado: FELIPE PRIETO

*mpc*



Madrid, a 5 Junio de 1.970

JUAN DE SUZAR

P. n.

Firmado: JUAN DE SUZAR