



20 SET. 1978

Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la pre-
sente descripción y según el con-
tenido de la Memoria adjunta.

NUMERO	466470
FECHA DE PRESENTACION	

ES (11) (21) (10) A 1

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO			32 FECHA	33 PAIS
Int. Cl. 4 <u>C07 29/38, 45/45</u>				
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07C	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA		
64 TITULO DE LA INVENCION *PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE DIACETONA-ALCOHOL*.				
71 SOLICITANTE (ES) UNION EXPLOSIVOS RIO TINTO, S.A.				
DOMICILIO DEL SOLICITANTE Pº de la Castellana, 20 - MADRID-1				
72 INVENTOR (ES) 1.- Eloy Nizo Martinez. 2.- José Antonio Lafraja. 3.- Isaac González Blanco. 4.- Antonio Gusman.				
73 TITULAR (ES)				
74 REPRESENTANTE D. Francisco GARCIA CABRERIZO. N/Ref.: O.G. 33-448/AV.				

POOR
QUALITY

El proceso a que se refiere esta patente, basado en la reacción de condensación aldólica de la acetona, introduce una serie de innovaciones fundamentales en cuanto a los dos tipos de catalizadores utilizados y en cuanto al di
5. seño del reactor donde transcurre la reacción.

Con la presente invención, fruto de los trabajos de investigación realizados mediante un programa de Acción Concertada con la Administración, se ha conseguido esencialmente aumentar la conversión en el reactor, al permitir el
10. diseño del mismo un contacto más íntimo entre los reactivos y el catalizador, sin pérdida por difusión, reduciendo además el tiempo de "residencia" de éstos, necesario para que tenga lugar la reacción.

Para complementar la descripción que seguidamente se va a realizar y con objeto de ayudar a una mejor compren
15. sión de las características de la invención, se acompaña a la presente memoria descriptiva, a título de ejemplo orientativo, un esquema en el que se representen las fases o pasos a seguir para la preparación de la diacetona-alcohol.

Una vez introducidas las materias primas en el re
20. actor, la operación se realiza entre unos márgenes de temperatura óptimos de entrada y salida en el mismo, desde 10-20°C. hasta 24-30°C. fijados estos valores en función de las curvas de conversión de acetona en diacetona.

Cuando se utilizan soluciones de alcali como cata
25. lizador, el tiempo de permanencia en el reactor de los productos de partida oscila entre 2,5 a 3,5 horas, para alcanzar una conversión entre el 9 y el 11%, si bien en los primeros minutos se puede obtener una conversión del 3-6%.

El circuito completo de reacción consta de una se
30.

rie de depósitos o de una columna de relleno o "reactor tubular" (3), en el que se introduce la mezcla de acetona (1) y catalizador (2) por la parte superior, y el producto de reacción sale por la base después de un tiempo de residencia igual al existente en los depósitos de reacción.

Como catalizadores del proceso pueden utilizarse:

1) Soluciones acuosas o alcoholico-acuosas de hidróxidos de metales alcalinos o alcalinotérreos.

2) Resinas cambiadoras de iones de tipo básico.

10. Se presentan aquí unos ejemplos de los resultados obtenidos; en primer lugar con diferentes tipos de soluciones y en segundo lugar con resinas.

EJEMPLO 1º.

15. Utilización de soluciones acuosas de hidróxido de sodio, litio o potasio.

a) En los ensayos realizados con soluciones acuosas en concentraciones desde el 0,1% hasta 1-5%, y una proporción de álcali total del orden de 0,02% a 0,35% con relación a la cantidad de acetona alimentada, con un tiempo de 20. residencia de 3 horas se han obtenido conversiones de 9 a 10,5%.

b) En los casos en que se han utilizado soluciones acuosas de potasa, en concentraciones similares a las del apartado a) se ha observado una reducción en el tiempo 25. de residencia, siendo ahora del orden de 2,5 horas para alcanzar el mismo porcentaje de conversión.

El intervalo de concentración de estas soluciones se ha seleccionado en base a que concentraciones inferiores a las señaladas disminuyen la conversión en un 40-50% y en 30. el límite superior, concentraciones más elevadas dan lugar

a problemas de tipo físico y a la formación de reacciones secundarias no deseables.

EJEMPLO 29.

5. Cuando se han empleado mezclas binarias de hidróxi-
do sódico e hidróxido potásico, 50/50, con una concentra-
ción del 0,6% en peso y una proporción total del orden de -
0,015% a 0,25% en peso con relación a la cantidad de acetona
alimentada, se obtienen conversiones del 9 al 10%, para
unos tiempos de residencia de 2,5 a 3 horas.

10. EJEMPLO 30.

Empleo de resinas.

- En un reactor convencional de lecho fijo se han
realizado los ensayos, utilizando una resina básica como ca-
talizador lo que ha permitido obtener con un tiempo de resi-
15. dencia de 1 minuto, un porcentaje de conversión del 9%.

Se ha observado que si se eleva ligeramente el
tiempo de residencia, la conversión aumenta un 10% aproxima-
damente, y a partir de este momento el grado de conversión
permanece casi constante.

20. Las corrientes de salida de producto de reacción
formado después del contacto de la acetona (1) con el cata-
lizador (2), tanto de los depósitos de reacción como en la
columna de relleno o reactor tubular (3), se hacen pasar a
unos cambiadores (4) de resinas catiónicas donde se separa
25. el álcali del producto de reacción, por intercambio iónico,
o bien se neutraliza con un ácido o anhídrido. Las resinas
de estos cambiadores (4) se regeneran cuando pierden su ac-
tividad con una solución de ácido sulfúrico, de modo que la
columna de concentración del catalizador es la referenciada
30. con el número (5).

El paso siguiente a la neutralización es la separación de ligeros de la corriente de producto bruto, lo que se realiza en una columna de separación a presión atmosférica, sacando por cabeza acetona con algo de agua, la cual se reciela a través de un intercambiador de calor a un tanque de alimentación, de donde es conducido de nuevo al circuito de proceso.

Por la base de la columna se separa la diacetona bruta, con una riqueza del 90% aproximadamente, que se envía a unos depósitos de almacenaje, de donde pasa a la fase de purificación que se realiza en dos columnas de vacío (6) y (7), con objeto de evitar su descomposición ya que la diacetona es inestable a temperaturas superiores a los 140°C.

En la primera de estas dos columnas (6) se separa por cabeza una fracción de ligeros que contiene acetona, óxido de mesitilo, agua, y algo de diacetona. El producto de fondo es diacetona casi pura, se lleva a la segunda columna de vacío (7) o de separación de "pesados" de donde sale la diacetona (9) por cabeza a una temperatura de 72°C., aproximadamente, y con una riqueza del 98,5 a 99,6%.

Los pesados obtenidos en la base de la segunda columna (7) pasan también al depósito de recuperación (8) de acetona, y a la columna de recuperación (10), de la que se obtiene el correspondiente residuo (11).

El proceso en su conjunto se opera con una recuperación máxima de acetona, lo que permite alcanzar rendimientos muy elevados.

El Solicitante se reserva el derecho de extender esta demanda a los países extranjeros, reivindicando la misma prioridad de la presente solicitud al amparo del Convenio

Internacional para la protección de la Propiedad Industrial.

Igualmente el solicitante se reserva el derecho de introducir en la presente invención cuantos perfeccionamientos sobre la misma puedan derivarse, mediante la solicitud de los correspondientes Certificados de Adición en la forma señalada por la Ley.

N O T A

La Patente de Invención que se solicita por veinte años, para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE DIACETONA-ALCOHOL", según las características esenciales de las siguientes:

15.

20.

25.

30.

.../...

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento de preparación de diacetona-alcohol, que estando basado en la reacción de condensación aldólica de la acetona, esencialmente se caracteriza por—
5. que se utiliza un reactor tubular o una columna de relleno en el que se introduce la mezcla de acetona y catalizador correspondiente, de tal forma que las corrientes de salida de producto de reacción formado después del contacto de la acetona con el aludido catalizador, se hacen pasar a unos
10. cambiadores de resinas catiónicas donde se separa el álcali del producto de reacción, por intercambio iónico, pudiéndose realizar una neutralización a base de un ácido o anhídrido; de tal modo que inmediatamente después de la neutralización se realiza la separación de ligeros de corriente de producto bruto, obteniéndose acetona con algo
15. de agua, la cual se recicla a través de un intercambiador de calor a un tanque de alimentación, de donde es conducido de nuevo al circuito de proceso; habiéndose previsto que por la base de la columna de separación se obtenga di-
20. acetona bruta, con una riqueza del 90% aproximadamente, siendo enviada a unos depósitos de almacenaje, desde donde pasa a la fase de purificación que se realiza en dos columnas de vacío; de modo que en la primera de estas columnas se separa por cabeza una fracción de ligeros que contiene
25. acetona, óxido de mesitilo, agua y algo de diacetona, siendo el producto de fondo diacetona casi pura, la cual es llevada a la segunda columna de vacío o de separación de pesados, de donde sale la diacetona a una temperatura aproximada de 72°C., y con una riqueza del 98,5 al 99,6%, cuyos
30. pesados pasan asimismo al depósito de recuperación de

acetona.

2*.- Procedimiento de preparación de diacetona-alcohol, según reivindicación 1ª, caracterizado porque el catalizador está formado por disoluciones acuosas o alcohólicas-acuosas, de hidróxido de metales alcalinos o alcalinos-térreos, preferentemente litio, sodio y potasio, así como de mezclas binarias y ternarias en diferente proporción de estos mismos hidróxidos; pudiéndose utilizar asimismo como catalizador, resinas intercambiadoras de iones, de tipo básico preferentemente, de gran superficie de contacto y alta porosidad, permitiendo una reducción de tiempo de residencia en el reactor, con un margen comprendido entre 0,5 y 2 minutos.

3a.- "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE DIACETONA-ALCOHOL".

Según queda sustancialmente descrito en la presente memoria que consta de siete hojas escritas a máquina, - por una sola cara, y acompañada de dibujos.

Madrid,

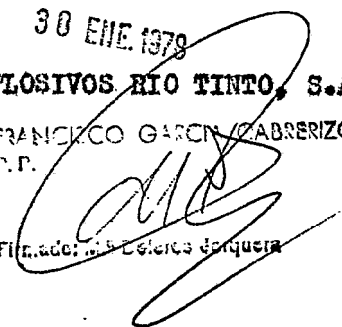
30 ENE. 1979

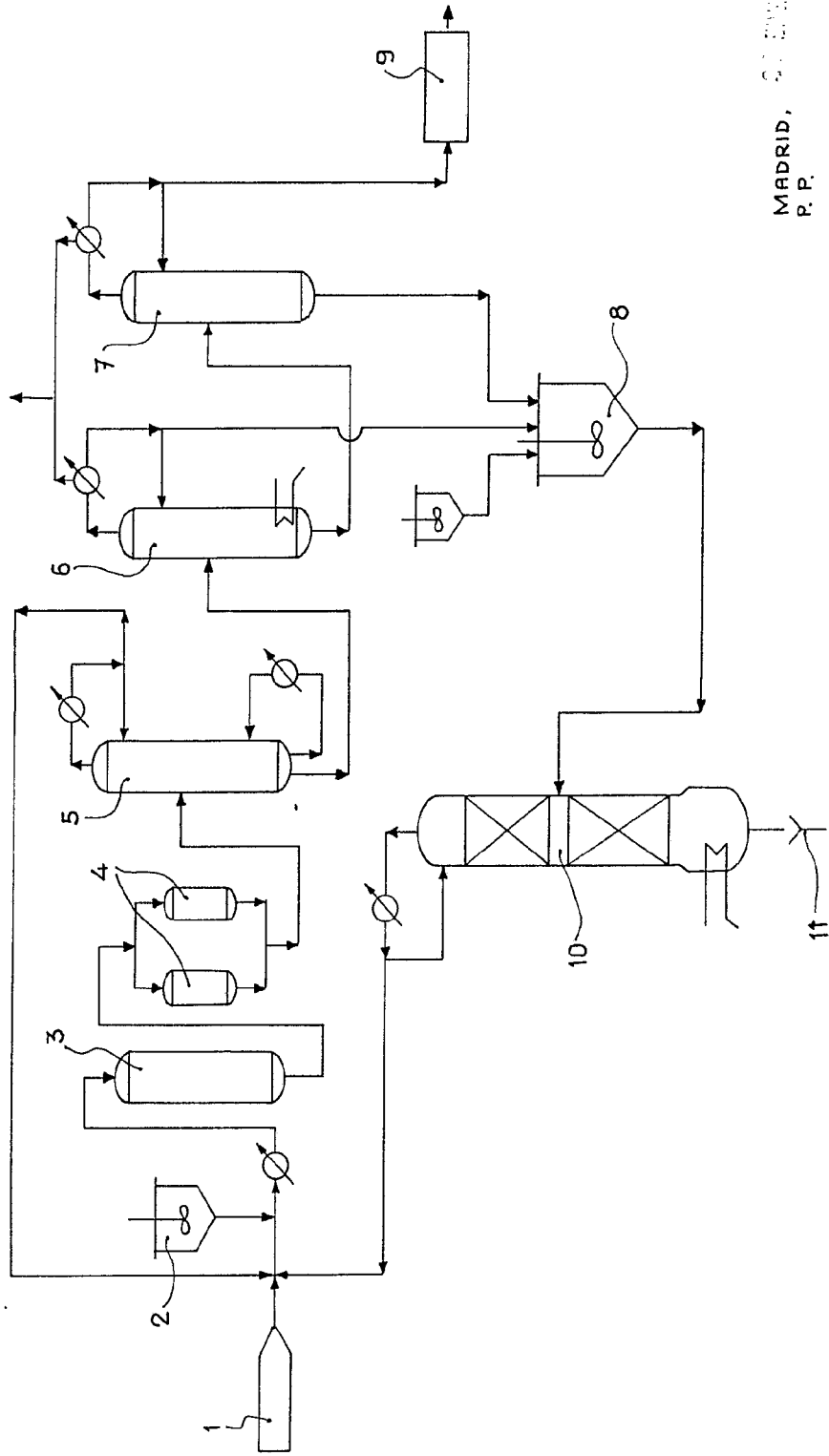
20.

UNION EXPLOSIVOS RIO TINTO, S.A.

P.P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO
P.P.

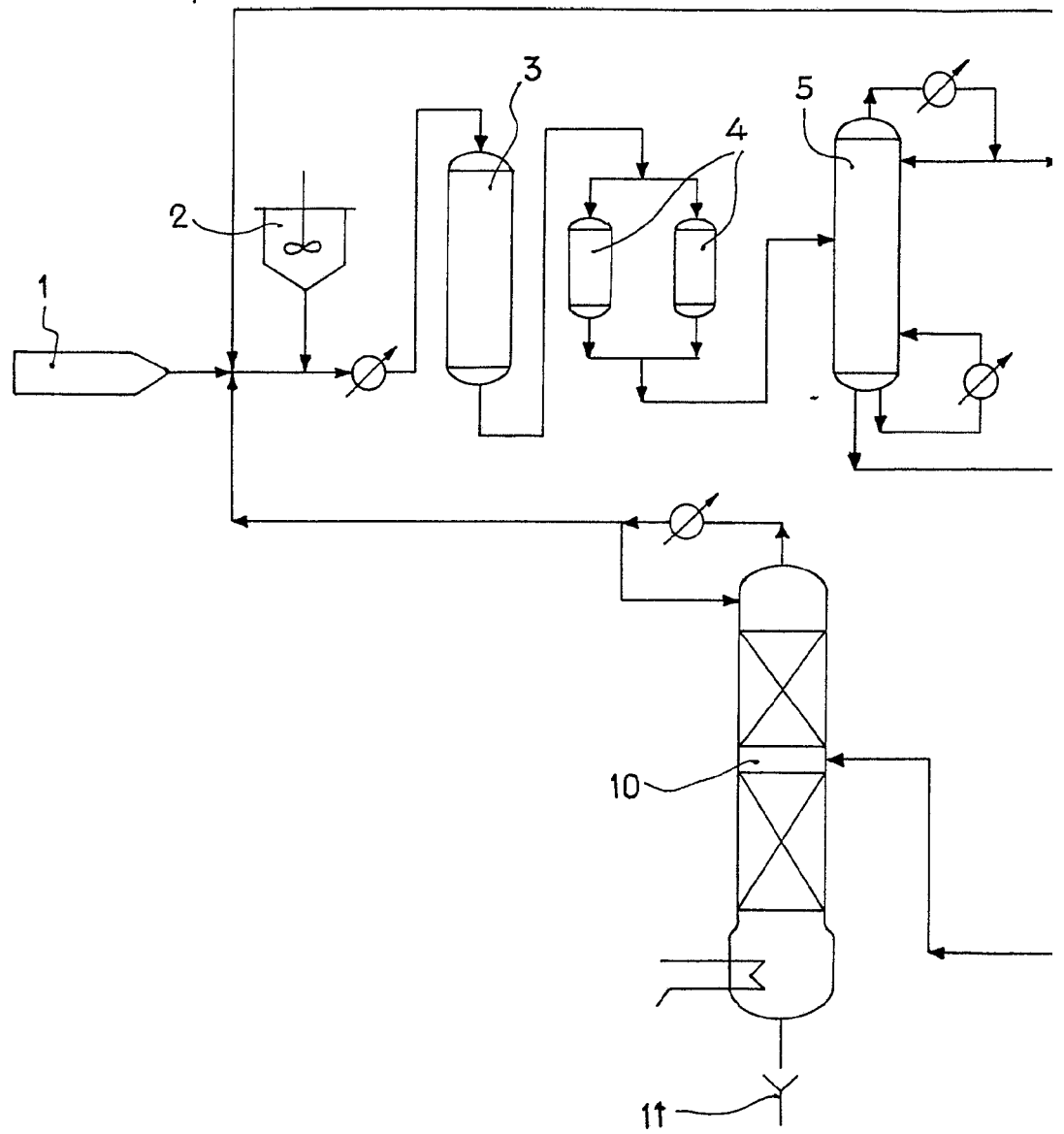
Firmado:  Celeros de guerra



MADRID, S. DE ESPAÑA.
P. P.

FRANCISCO GUERRA
P.P.
Firma: [Signature]

Escala variable



Escala variable

