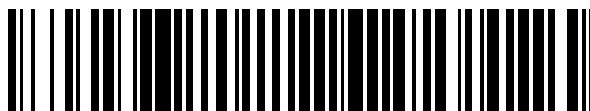


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 502 485**

51 Int. Cl.:

C07C 45/28 (2006.01)

C07C 49/395 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.09.2005** **E 05794143 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.07.2014** **EP 1794111**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de ciclopentanona**

30 Prioridad:

23.09.2004 DE 102004046171

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.10.2014

73 Titular/es:

BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es:

TELES, JOAQUIM;
RÖSSLER, BEATRICE;
GENGER, THOMAS y
GLASS, ANDREAS

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 502 485 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de ciclopentanona

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de ciclopentanona partiendo de una mezcla que contiene ciclopenteno en hasta como mucho el 95 % de peso. Además de ciclopenteno, la mezcla puede
 5 contener otros disolventes, prefiriéndose por ejemplo otros hidrocarburos como constituyentes de la mezcla. A este respecto se obtiene, de acuerdo con la invención, ciclopentanona mediante reacción con N_2O , empleándose N_2O puro o una mezcla de gases que contiene N_2O en forma líquida o supercrítica.

A gran escala, actualmente se prepara ciclopentanona esencialmente de forma exclusiva mediante ciclación catalítica de ácido adípico a alta temperatura. Ciertamente, esta reacción proporciona un buen rendimiento de
 10 ciclopentanona, pero aproximadamente el 42 % del ácido adípico empleado se pierde en forma de dióxido de carbono y agua. Esta reducida eficiencia atómica grava, entre otras cosas, la rentabilidad del procedimiento. Ciertamente es posible la preparación también partiendo de éster de ácido adípico, pero la eficiencia atómica en este caso es aún menor.

En la bibliografía se ofrece como alternativa a escala de laboratorio la oxidación de ciclopenteno con N_2O . De este
 15 modo, el documento GB 649.680 desvela la reacción de alquenos tales como, por ejemplo, ciclohexeno o ciclopenteno, con N_2O . No obstante, en los ejemplos de ese documento no se describe explícitamente la reacción de ciclopenteno con N_2O . Otras olefinas reaccionadas en los ejemplos con N_2O y no sustituidas se emplean como compuestos puros o junto con el disolvente dietilnilina.

El documento US 2.636.898, equivalente al documento GB 649.680, tampoco desvela en los ejemplos la reacción de
 20 ciclopenteno con N_2O . También en estos ejemplos se hacen reaccionar las olefinas no sustituidas exclusivamente en forma pura sin adición de un disolvente con N_2O .

F. S. Bridson-Jones y col. describen en J. Chem. Soc., pág. 2999-3008 (1951) la reacción de olefinas con N_2O , haciéndose reaccionar, por ejemplo, ciclohexeno hasta dar ciclohexanona. También en este caso se emplea el
 25 ciclohexeno como tal sin adición, por ejemplo, de un disolvente adicional. Asimismo está descrita, por ejemplo, la reacción de etileno, acenaftileno y metilenciclobutano, empleándose ciclohexano o decalina como disolvente.

También K. A. Dubkov y col., React. Kinet. Catal. Lett., Vol. 77, Nº 1, pág. 197-205 (2002) describen la reacción de
 ciclopenteno puro al 99 % con N_2O puro (puro, calidad médica). Al igual que en todos los otros documentos citados, en la reacción no se emplea ningún disolvente. En la reacción además de ciclopenteno tampoco está presente ningún otro hidrocarburo.

En los artículos científicos más recientes de G. L. Panov y col., "Non-Catalytic Liquid Phase Oxidation of Alkenes
 30 with Nitrous Oxide. 1. Oxidation of Cyclohexene to Cyclohexanone", React. Kinet. Catal. Lett. Vol. 76, Nº 2 (2002) pág. 401-405 y K. A. Dubkov y col., "Non-Catalytic Liquid Phase Oxidation of Alkenes with Nitrous Oxide. 2. Oxidation of Cyclopentene to Cyclopentanone", React. Kinet. Catal. Lett. Vol. 77, Nº 1 (2002) pág. 197-205 se describen asimismo oxidaciones de compuestos olefínicos con monóxido de dinitrógeno. También un artículo científico "Liquid Phase Oxidation of Alkenes with Nitrous Oxide to Carbonyl Compounds" de E. V. Starokon y col. en
 35 Adv. Synth. Catal. 2004, 346, 268 - 274 incluye un estudio mecanístico de la oxidación de alquenos con monóxido de dinitrógeno en fase líquida.

La síntesis de compuestos de carbonilo a partir de alquenos con monóxido de dinitrógeno se describe también en
 40 distintas solicitudes internacionales de patente. De este modo, el documento WO 03/078370 desvela un procedimiento para la preparación de compuestos de carbonilo a partir de alquenos alifáticos con monóxido de dinitrógeno. La reacción se lleva a cabo a temperaturas en el intervalo de 20 a 350 °C y presiones de 1,01325 a 10132,5 kPa (0,01 a 100 atm). El documento WO 03/078374 desvela un procedimiento correspondiente para la preparación de ciclohexanona. De acuerdo con el documento WO 03/078372 se preparan cetonas cíclicas con 4 a 5 átomos de C. De acuerdo con el documento WO 03/078375 se preparan, en estas condiciones del procedimiento, cetonas cíclicas a partir de alquenos cíclicos con 7 a 20 átomos. El documento WO03/078371 desvela un
 45 procedimiento para la preparación de cetonas sustituidas a partir de alquenos sustituidos. El documento WO 04/000777 desvela un procedimiento para la reacción de di- y polialquenos con monóxido de dinitrógeno hasta dar los correspondientes compuestos de carbonilo. No se menciona en estos documentos la purificación de monóxido de dinitrógeno.

El uso de reactantes puros, tal como se describe en los trabajos científicos anteriormente citados, ciertamente puede
 50 ser de gran valor para aclarar los mecanismos de reacción, pero en la práctica está asociado a algunas desventajas. De este modo, por ejemplo, el ciclopenteno con la pureza elevada que se ha descrito anteriormente solo se puede obtener con una dificultad técnica muy elevada. En procedimientos técnicos en los que se produce ciclopenteno en las cantidades requeridas a gran escala, el mismo está presente en mezclas con otros hidrocarburos tales como, por
 55 ejemplo, ciclopentano. Debido a los similares puntos de ebullición, la separación, por ejemplo, a través de procedimientos de destilación está asociada a una considerable complejidad.

Uno de los objetivos en los que basa la presente invención era, por tanto, facilitar un procedimiento que permitiese emplear, durante la preparación de ciclopentanona, ciclopenteno como reactante que está presente en una mezcla que presenta como mucho el 95 % en peso de ciclopenteno, tal como se produce, por ejemplo, en procedimientos a gran escala.

- 5 Por consiguiente, la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de ciclopentanona que comprende al menos las siguientes etapas (i) a (iii):

(i) facilitación de una mezcla G(i) que contiene ciclopenteno;

(ii) facilitación de N₂O líquido o supercrítico o de una mezcla de gases G(ii) licuada o supercrítica que contiene al menos el 20 % en volumen de N₂O en relación con el volumen total de la mezcla G(ii);

- 10 (iii) puesta en contacto de la mezcla G(i) con el N₂O líquido o supercrítico o con la mezcla G(ii) licuada o supercrítica con obtención de una mezcla G(iii), que contiene ciclopentanona,

que está caracterizado por que la mezcla G(i) contiene al menos el 25 % en peso y como mucho el 95 % en peso de ciclopenteno, en relación con el peso total de la mezcla G(i), y poniéndose en contacto en la etapa (iii) las mezclas G(i) y G(ii) en un reactor continuo a temperaturas en el intervalo de 200 a 290 °C y presiones en el intervalo de 1 a 40 MPa (10 a 400 bar), encontrándose el tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en el reactor continuo en el intervalo de 0,3 a 2,5 h.

Preferentemente se emplea N₂O líquido o una mezcla licuada G(ii).

- 20 El documento DE 103 19 489.4 desvela un procedimiento para la preparación de ciclopentanona mediante el uso de monóxido de dinitrógeno como oxidante. El uso de monóxido de dinitrógeno líquido o supercrítico, sin embargo, allí no se menciona.

- Básicamente, la mezcla G(i) puede contener, adicionalmente al ciclopenteno, cualquier otro compuesto. Entre otros también son adecuados compuestos que pueden reaccionar asimismo con N₂O con la puesta en contacto de acuerdo con (iii). En este caso se prefieren aquellos compuestos que, ciertamente, en principio pueden reaccionar con N₂O, que, sin embargo, en las condiciones de reacción seleccionadas de acuerdo con (iii) son inertes frente a N₂O. El término "inerte" como se usa en el marco de la presente invención indica compuestos que en las condiciones de reacción seleccionadas de acuerdo con (iii) con N₂O no reaccionan o, en comparación con la reacción de ciclopenteno con N₂O, reaccionan de forma tan limitada que su producto de reacción con N₂O en la mezcla resultante de (iii) está contenido como mucho en el 15 % en peso, preferentemente como mucho en el 10 % en peso y de forma particularmente preferente como mucho en el 5 % en peso, respectivamente, con respecto al peso total de la mezcla resultante a partir de (iii).

Por consiguiente, la presente invención también se refiere a un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que la mezcla G(i), adicionalmente a ciclopenteno, contiene al menos un compuesto inerte frente a N₂O durante la puesta en contacto de acuerdo con (iii).

- 35 Como compuestos inertes en el marco de la presente invención son adecuados alcanos tales como, por ejemplo, ciclopentano, hexano, octano, decano, dodecano o benceno o alquilbencenos tales como, por ejemplo, tolueno, xilenos, etilbenceno o éteres tales como, por ejemplo, *tert*-butiléter de metilo, tetrahidrofurano, éter de dietilo o ésteres tales como, por ejemplo, acetato de metilo, acetato de etilo, benzoato de metilo o nitrilos tales como, por ejemplo, acetonitrilo, benzonitrilo o alcoholes tales como, por ejemplo, butanol, 2-etilhexanol, etanol o fenoles tales como, por ejemplo, fenol, cresoles o aminas tales como, por ejemplo, anilina, trietilamina, *N,N*-dimetilanilina o mezclas de dos o más de los compuestos mencionados o dos o más compuestos de las clases mencionadas.

Son muy particularmente preferentes aquellos compuestos que no reaccionan con N₂O en las condiciones de reacción seleccionadas de acuerdo con (iii).

- En el marco de una forma de realización preferente a este respecto del procedimiento de acuerdo con la invención, se emplea como mezcla de reactantes G(i) una mezcla que se obtiene a partir de la escisión e hidrogenación parcial de dicitropentadieno en presencia de un disolvente y que contiene ciclopenteno, seleccionándose el disolvente de los compuestos inertes que se han mencionado anteriormente. Preferentemente, para esto se emplea para la hidrogenación parcial una mezcla 2:1 de dicitropentadieno y tolueno. Este procedimiento está descrito, por ejemplo, en el documento JP 2000053597 A que, a este respecto, se incluye en su totalidad por referencia en el contexto de la presente solicitud. De acuerdo con el documento JP 2000053597 se obtiene ciclopentadieno mediante termolisis de dicitropentadieno en presencia de un hidrocarburo aromático, preferentemente tolueno, ascendiendo el índice de conversión al 98 %. El gas obtenido se conduce a un tubo de reacción de acero inoxidable que está lleno de catalizador de paladio/óxido de aluminio. El gas en la salida de tubo de reacción se condensa con un refrigerador.

- De acuerdo con otra forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención, la mezcla G(i) está compuesta en al menos el 99 % en peso, en relación con el peso total de la mezcla G(i), de hidrocarburos. Por consiguiente, además de los hidrocarburos, la mezcla G(i) puede contener todavía como mucho el 1 % en peso de al

menos otro compuesto, pudiendo estar contenido, entre otros, al menos uno de los compuestos inertes preferentes que se han mencionado anteriormente, distintos de los hidrocarburos, en como mucho el 1 % en peso. También pueden estar contenidos otros compuestos en como mucho el 1 % en peso, a condición de que no alteren la conversión de ciclopenteno de acuerdo con (iii).

5 La expresión "mezcla de hidrocarburos" como se usa en el marco de la presente invención indica una mezcla de compuestos, de los cuales cada uno es un hidrocarburo no sustituido y, por tanto, está compuesto solo de los átomos C y H. Las mezclas de hidrocarburos empleadas en el marco de la presente invención, a este respecto, contienen como mucho el 1 % en peso, en relación con el peso total de la respectiva mezcla G(i), de otros compuestos. Más preferentemente, la mezcla contiene como mucho el 0,5 % en peso, más preferentemente como mucho el 0,1 % en peso, más preferentemente como mucho el 0,01 % en peso y de forma muy particularmente preferente como mucho el 0,001 % en peso de otros compuestos. Son particularmente preferentes mezclas G(i) que, en el marco de la precisión de medición de los procedimientos de examen respectivamente empleados, no contengan otros compuestos.

15 De acuerdo con una forma de realización preferente, la mezcla G(i) en las condiciones de reacción seleccionadas de acuerdo con (iii) es líquida o supercrítica. En este caso se prefieren, entre otras, mezclas G(i) que sean líquidas a temperatura ambiente o presión ambiente. En este caso se han de mencionar, por ejemplo, mezclas en las cuales cada compuesto contenido es líquido a temperatura ambiente y presión ambiente. Asimismo son concebibles mezclas que son líquidas a temperatura ambiente y presión ambiente y contienen, a este respecto, al menos un compuesto que, por ejemplo, es sólido o gaseoso a temperatura ambiente y presión ambiente, sin embargo, se encuentra de forma disuelta a temperatura ambiente y presión ambiente en la mezcla G(i).

25 En el marco de una forma de realización asimismo preferente del procedimiento de acuerdo con la invención se emplea una mezcla G(i) que está compuesta en hasta al menos el 99 % en peso de hidrocarburos C₅ e hidrocarburos con más de 5 átomos de carbono. Por consiguiente, además de ciclopenteno puede estar contenido al menos otro hidrocarburo C₅ o al menos un hidrocarburo con más de 5 átomos de carbono o una mezcla de al menos otro hidrocarburo C₅ y al menos un hidrocarburo con más de 5 átomos de carbono en G(i).

Por consiguiente, la presente invención también describe un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que la mezcla G(i) contiene al menos el 99 % en peso de hidrocarburos C₅ e hidrocarburos con más de 5 átomos de carbono.

30 Como hidrocarburos particularmente preferentes entre otros con más de 5 átomos de carbono se emplean los correspondientes hidrocarburos que ya se han mencionado anteriormente en el marco de los compuestos inertes.

Como se ya ha mencionado anteriormente, como mezclas de reactantes G(i) preferentemente se emplean las mezclas tal y como se producen en procedimientos a gran escala. En el marco de la presente invención en este caso se prefieren mezclas que están compuestas en al menos el 95 % en peso, más preferentemente al menos el 97 % en peso y de forma particularmente preferente al menos el 99 % en peso de hidrocarburos C₅, C₆ y C₇.

35 Por consiguiente, la presente invención también se refiere a un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que la mezcla G(i) contiene al menos el 99 % en peso de hidrocarburos C₅ y C₆ o C₅ y C₇ o C₅ y C₆ y C₇.

40 En el marco de la presente invención, a este respecto, la mezcla G(i) además de ciclopenteno puede contener al menos otro hidrocarburo C₅ o al menos un hidrocarburo C₆ o al menos un hidrocarburo C₇ o una mezcla de al menos otro hidrocarburo C₅ y al menos un hidrocarburo C₆ o una mezcla de al menos otro hidrocarburo C₅ y al menos un hidrocarburo C₇.

45 En el marco de una forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención se emplea como mezcla de reactantes G(i) una mezcla de hidrocarburos que se obtiene de un craqueador por vapor o de una refinería y que contiene ciclopenteno. En este contexto se prefieren, por ejemplo, cortes de C₅ de instalaciones de craqueador por vapor que contienen esencialmente solo hidrocarburos C₅ y C₆. Los hidrocarburos con más de 6 átomos de carbono no están contenidos en los cortes de C₅ que se producen a gran escala que comprenden, además de ciclopenteno, por ejemplo, 2-buteno, isopentano, 1-penteno, 2-metilbuteno-1, *trans*-2-penteno, *n*-pentano, *cis*-2-penteno, 2-metilbuteno-2, ciclopentano, 2,2-dimetilbutano, 2-metilpentano, 3-metilpentano, *n*-hexano y benceno. En general, un corte de C₅ de una instalación de craqueador por vapor contiene ciclopenteno en el intervalo del 5 al 60 % en peso y, preferentemente, en el intervalo del 15 al 50 % en peso.

Por lo tanto, la presente invención también describe un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que la mezcla G(i) contiene al menos el 99 % en peso de una mezcla de hidrocarburos C₅ y C₆.

55 De acuerdo con la invención, esta mezcla de hidrocarburos esencialmente C₅ y C₆, que se obtiene preferentemente como corte de C₅ de una instalación de craqueador por vapor, se puede emplear como tal. Preferentemente, la mezcla de hidrocarburos esencialmente C₅ y C₆ antes de la conversión de acuerdo con la invención de acuerdo con

la etapa (iii) se somete a una purificación en la que, a su vez, se separan preferentemente compuestos de menor punto de ebullición en comparación con ciclopenteno. Mientras que en este caso se pueden emplear todos los procedimientos concebibles, se prefiere en particular la separación mediante destilación de la mezcla.

En el marco de la presente invención, en este caso se obtienen preferentemente mezclas G(i) que contienen como mucho el 10 % en peso de hidrocarburos C₅ y/o C₆ que tienen un menor punto de ebullición que el ciclopenteno. Si en la mezcla G(i) a purificar ha de estar contenido eventualmente, de forma adicional, al menos un hidrocarburo C₄, entonces mediante la destilación empleada preferentemente se obtienen preferentemente mezclas G(i) que contienen como mucho el 10 % en peso de hidrocarburos C₄ y/o C₅ y/o C₆ que tienen un menor punto de ebullición que el ciclopenteno. En el marco de la presente invención, en este caso se obtienen, de forma particularmente preferente, mezclas G(i) que contienen como mucho el 5 % en peso, más preferentemente como mucho el 3 % en peso y de forma particularmente preferente como mucho el 2 % en peso de hidrocarburos C₅ y/o C₆ que tienen un menor punto de ebullición que el ciclopenteno. Si en la mezcla G(i) a purificar ha de estar contenido eventualmente, de forma adicional, al menos un hidrocarburo C₄, entonces mediante la destilación empleada preferentemente se obtienen preferentemente mezclas G(i) que contienen como mucho el 5 % en peso, más preferentemente como mucho el 3 % en peso y de forma particularmente preferente como mucho el 2 % en peso de hidrocarburos C₄ y/o C₅ y/o C₆ que tienen un menor punto de ebullición que el ciclopenteno.

Por consiguiente, la presente invención describe también un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que la mezcla G(i) contiene al menos el 99 % en peso, en relación con el peso total de la mezcla G(i), de hidrocarburos C₅ y C₆ y como mucho el 2 % en peso, en relación con el peso total de la mezcla G(i), de hidrocarburos de menor punto de ebullición en comparación con el ciclopenteno.

En el marco de una forma de realización asimismo preferente del procedimiento de acuerdo con la invención se emplea una mezcla G(i) que está compuesta en al menos el 99 % en peso de hidrocarburos C₅ y C₇. Por consiguiente, además de ciclopenteno puede estar contenido al menos otro hidrocarburo C₅ o al menos un hidrocarburo C₇ o una mezcla de al menos otro hidrocarburo C₅ y al menos un hidrocarburo C₇ en G(i).

Por consiguiente, la presente invención también describe un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que la mezcla G(i) contiene al menos el 99 % en peso de hidrocarburos C₅ y C₇.

Como hidrocarburo C₇ se menciona a modo de ejemplo de forma particularmente preferente tolueno.

En el marco de una forma de realización preferente a este respecto del procedimiento de acuerdo con la invención se emplea como mezcla de reactantes G(i) una mezcla de hidrocarburos que se obtiene por escisión e hidrogenación parcial de dicitopentadieno en presencia de tolueno como disolvente y que contiene ciclopenteno. En este caso se emplea preferentemente para la hidrogenación parcial una mezcla 2:1 de dicitopentadieno y tolueno. Este procedimiento está descrito, por ejemplo, en el documento JP 2000053597 A.

Las mezclas obtenidas de este modo contienen, generalmente, ciclopenteno en un intervalo del 25 al 75 % en peso, preferentemente en un intervalo de 35 al 65 % en peso y de forma particularmente preferente en un intervalo del 40 al 60 % en peso. Además de ciclopenteno, las mezclas de reacción contienen principalmente ciclopentano y tolueno. En general, la mezcla obtenida a partir de la escisión e hidrogenación parcial de una mezcla de dicitopentadieno y tolueno, que se puede emplear como mezcla G(i) en el marco del procedimiento de acuerdo con la invención, está compuesta en al menos el 99 % en peso de ciclopenteno, tolueno y ciclopentano.

La mezcla obtenida de acuerdo con esta forma de realización preferente, que está compuesta en al menos el 99 % en peso de ciclopenteno, tolueno y ciclopentano, se pueden emplear como tal.

De acuerdo con otra forma de realización preferente, la mezcla obtenida a partir de la escisión e hidrogenación parcial de una mezcla de dicitopentadieno y tolueno se somete, antes del empleo como mezcla G(i) en el procedimiento de acuerdo con la invención, al menos a una separación mediante destilación en la que se obtiene una mezcla de compuestos de bajo punto de ebullición que contiene ciclopenteno, en general, en el intervalo del 60 al 95 % en peso, preferentemente en el intervalo del 70 al 90 % en peso y de forma particularmente preferente en el intervalo del 75 al 85 % en peso. Además, esta mezcla de compuestos de bajo punto de ebullición contiene tolueno, en general, en el intervalo de como mucho el 20 % en peso, preferentemente como mucho el 10 % en peso y de forma particularmente preferente como mucho el 5 % en peso y ciclopentano, en general, en el intervalo del 5 al 25 % en peso, preferentemente en el intervalo del 7 al 22 % en peso y de forma particularmente preferente en el intervalo del 10 al 20 % en peso. Entonces, esta mezcla de compuestos de bajo punto de ebullición se emplea en el procedimiento de acuerdo con la invención como mezcla G(i).

Más preferentemente, la mezcla G(i) empleada en el marco del procedimiento de acuerdo con la invención contiene ciclopenteno en un intervalo del 30 al 90 % en peso, de forma particularmente preferente en un intervalo del 40 al 90 % en peso, más preferentemente en un intervalo del 45 al 90 % en peso y de forma especialmente preferente en un intervalo del 50 al 85 % en peso, respectivamente en relación con el peso total de la mezcla G(i).

De acuerdo con la invención, para la conversión de acuerdo con la etapa (iii) se emplea una mezcla de gases G(ii) que contiene al menos el 20 % en volumen de N₂O, pudiéndose emplear en general también N₂O puro,

empleándose la mezcla de gases G(ii) o el N_2O en forma líquida o supercrítica, preferentemente en forma líquida. A este respecto, la presión y la temperatura preferentemente se seleccionan de tal manera que la mezcla de gases está presente en forma líquida o supercrítica, de forma particularmente preferente en forma líquida. A este respecto, de acuerdo con la invención también es posible que la mezcla de gases G(ii) o el N_2O se absorban en un disolvente.

5 La expresión "mezcla de gases", tal como se usa en el marco de la presente invención, indica una mezcla de dos o más compuestos que se encuentran a presión ambiente y temperatura ambiente en el estado gaseoso. Con temperatura cambiada o presión cambiada, la mezcla de gases puede estar presente también en otro estado de agregación, por ejemplo en forma líquida, y en el marco de la presente invención se continúa denominando mezcla de gases.

10 De acuerdo con la invención, esta mezcla de gases se licúa y entonces se emplea de forma líquida. A este respecto, el monóxido de dinitrógeno o la mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno se puede licuar con todos los procedimientos conocidos por el experto, en particular mediante selección adecuada de la presión y de la temperatura.

15 De acuerdo con una forma de realización preferente se emplea una mezcla de gases G(ii) que contiene al menos el 20 % en volumen de N_2O , empleándose a su vez preferentemente mezclas G(ii) con un contenido de N_2O en el intervalo del 20 al 97 % en volumen, más preferentemente en el intervalo del 30 al 95 % en volumen, más preferentemente en el intervalo del 40 al 94 % en volumen y de forma particularmente preferente en el intervalo del 50 al 93 % en volumen.

20 En el marco de la presente invención se indica la composición de las mezclas de gases o de las mezclas de gases licuadas en % en volumen. A este respecto, las indicaciones se refieren a la composición de las mezclas de gases a presión ambiente y temperatura ambiente.

Por consiguiente, la presente invención también se refiere a un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que la mezcla G(ii) contiene como mucho el 93 % en volumen de N_2O .

25 Si emplea una mezcla de gases G(ii), entonces la misma puede contener, además de N_2O , también al menos otro gas. En este caso se pueden concebir esencialmente todos los gases, siempre que quede garantizado que sea posible la conversión de ciclopenteno con N_2O de acuerdo con la etapa (iii). Por consiguiente, se prefieren en particular mezclas G(ii) que contengan, además de N_2O , al menos un gas inerte. El término "gas inerte", tal como se usa en el marco de la presente invención, indica un gas que se comporta de forma inerte en relación con la conversión de N_2O con ciclopenteno. Como gases inertes se han de mencionar, por ejemplo, nitrógeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono, argón, metano, etano y propano. Asimismo, en la mezcla G(ii) pueden estar contenidos también gases que durante la reacción de N_2O con ciclopenteno no se comportan como gases inertes. Como tales gases se han de mencionar, entre otros, NO_x o, por ejemplo, oxígeno. El término " NO_x ", tal como se entiende en el marco de la presente invención, indica todos los compuestos N_aO_b a excepción de N_2O , siendo a 1 o 2 y b un número de 1 a 6. En lugar del término " NO_x " se usa en el marco de la presente invención también la expresión "óxidos de nitrógeno". En un caso de este tipo se prefiere emplear aquellas mezclas G(ii) cuyo contenido en estos gases ascienda como mucho al 0,5 % en volumen, en relación con el peso total de la mezcla G(ii).

30 Por consiguiente, la presente invención también se refiere a un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que la mezcla G(ii) contiene como mucho el 0,5 % en volumen de oxígeno o como mucho el 0,5 % en volumen de óxidos de nitrógeno o como mucho tanto el 0,5 % en volumen de oxígeno como el 0,5 % en volumen de óxidos de nitrógeno, respectivamente en relación con el volumen total de la mezcla G(ii). En este caso, un valor de, por ejemplo, el 0,5 % en volumen indica un contenido total de todos los posibles óxidos de nitrógeno a excepción de N_2O del 0,5 % en volumen.

35 Básicamente, la composición de las mezclas en el marco de la presente invención se puede determinar de cualquier modo conocido por el experto. La composición de las mezclas de gases G(ii) se determina mediante cromatografía de gases en el marco de la presente invención. Sin embargo, se puede determinar también mediante espectroscopía UV, espectroscopía IR o mediante química húmeda.

40 De acuerdo con la invención, la mezcla de gases G(ii) se emplea en forma líquida o supercrítica, preferentemente en forma líquida. A este respecto, de acuerdo con la invención es posible que la mezcla de gases (ii) se someta antes de la licuefacción a un tratamiento para reducir la concentración de compuestos inertes y perjudiciales en la mezcla de gases G(ii).

Este tratamiento puede comprender de acuerdo con la invención, por ejemplo, una absorción de la mezcla de gases en un disolvente adecuado y la desorción posterior para retirar compuestos inertes de la mezcla de gases. Un disolvente adecuado es, por ejemplo, agua, tal como se describe en el documento DT 20 40 219.

45 De acuerdo con la invención, el tratamiento de la mezcla de gases puede comprender también una etapa de purificación para la separación de NO_x de la mezcla de gases. Tales procedimientos para la separación de NO_x básicamente son conocidos por el estado de la técnica. De acuerdo con la invención se pueden emplear todos los procedimientos conocidos por el experto para la separación de NO_x .

En particular, en el marco de la presente invención es posible emplear mezclas de gases G(ii) que se obtienen a partir de procedimientos a gran escala. Por consiguiente, si estas mezclas G(ii) han de contener más del 0,5 % en volumen de oxígeno y/u óxidos de nitrógeno, entonces las mismas se pueden emplear, en general, en el procedimiento de acuerdo con la invención. Preferentemente, estas mezclas G(ii), al igual que las mezclas G(ii) de composición similar, que no se obtienen a partir de procedimientos a gran escala, se someten antes del empleo en el procedimiento de acuerdo con la invención al menos a una etapa de purificación en la que se ajusta el contenido de oxígeno y/u óxidos de nitrógeno a como mucho el 0,5 % en volumen.

De acuerdo con una forma de realización preferente de la presente invención se emplea como mezcla de gases G(ii) al menos un gas de escape que contiene N_2O de un procedimiento químico.

De acuerdo con una forma de realización preferente de la presente invención, la fuente de monóxido de dinitrógeno es al menos un gas de escape que contiene monóxido de dinitrógeno de un procedimiento químico. En el marco de la presente invención están comprendidas también formas de realización en las que al menos dos gases de escape que contienen monóxido de nitrógeno de una única instalación sirven como fuente de monóxido de dinitrógeno. Asimismo están comprendidas formas de realización en las que al menos un gas de escape que contienen monóxido de dinitrógeno de una instalación y al menos otro gas de escape que contiene monóxido de dinitrógeno de al menos otra instalación sirven como fuente de monóxido de dinitrógeno.

Por consiguiente, la presente invención se refiere también a un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que como fuente de monóxido de dinitrógeno sirve al menos un gas de escape que contiene monóxido de dinitrógeno de al menos un procedimiento industrial.

Asimismo, en el marco del procedimiento de acuerdo con la invención se puede preparar de forma dirigida monóxido de dinitrógeno para el empleo en el procedimiento. A este respecto, entre otras cosas, se prefiere la preparación a través de la descomposición térmica de NH_4NO_3 , tal como está descrito, por ejemplo, en el documento US 3.656.899, cuyo contenido a este respecto se incluye en su totalidad por referencia en el contexto de la presente solicitud. Asimismo se prefiere además la preparación a través de la oxidación catalítica de amoníaco, tal como está descrito, por ejemplo, en el documento US 5.849.257 o en el documento WO 98/25698.

La expresión "fuente de monóxido de dinitrógeno" indica en el marco de la presente invención tanto formas de realización en las que el gas de escape mencionado se emplea en forma no modificada en la reacción de acuerdo con la invención de ciclopenteno como formas de realización en las que al menos uno de los gases de escape mencionados se somete a una modificación.

El término "modificación", tal como se usa en este contexto en el marco de la presente invención, indica cualquier procedimiento adecuado con el que se cambia la composición química de un gas de escape. Por consiguiente, el término "modificación" comprende, entre otras cosas, formas de realización en las que un gas de escape que contiene monóxido de dinitrógeno se concentra en relación con el contenido de monóxido de dinitrógeno de acuerdo con al menos un procedimiento adecuado. Tales procedimientos están descritos, por ejemplo, en los documentos DE-OS 27 32 267, EP 1 076 217 A2 o WO 00/73202 A1.

A este respecto se prefiere de acuerdo con la invención que el gas de escape se someta a un tratamiento que comprende una absorción en un disolvente adecuado y una desorción posterior para retirar compuestos inertes. Un disolvente adecuado es, por ejemplo, agua, tal como se describe en el documento DT 20 40 219.

De acuerdo con una forma de realización preferente a modo de ejemplo del procedimiento de acuerdo con la invención, para la concentración es posible suministrar el gas de escape que contiene monóxido de dinitrógeno, que se ha mencionado anteriormente, al menos a una columna de adsorción y disolver el monóxido de dinitrógeno en al menos un disolvente orgánico. Como disolvente para esto es adecuado, por ejemplo, ciclopenteno. Esta variante del procedimiento de acuerdo con la invención ofrece la ventaja de que la solución resultante de monóxido de dinitrógeno en ciclopenteno se puede suministrar, sin procesamiento adicional, a la conversión de acuerdo con la invención. Esta solución de monóxido de dinitrógeno en ciclopenteno puede contener monóxido de dinitrógeno en todas las concentraciones concebibles hasta la saturación. De acuerdo con otras formas de realización se puede usar al menos otro disolvente o una mezcla de ciclopenteno y al menos otro disolvente para la adsorción. Tales otros disolventes son, por ejemplo, todos los disolventes orgánicos habituales adecuados. Son disolventes preferentes, entre otros, *N*-metil-pirrolidona, dimetilformamida, dimetilsulfóxido, carbonato de propileno, sulfolano o *N,N*-dimetilacetamida. Si se emplea al menos otro disolvente o una mezcla de ciclopenteno y al menos otro disolvente, entonces de acuerdo con otra forma de realización preferente de la solución enriquecida con monóxido de dinitrógeno en al menos una etapa de desorción adecuada se obtiene el monóxido de dinitrógeno al menos en parte, preferentemente en esencia por completo y se suministra a la conversión de acuerdo con la invención.

De acuerdo con otra forma de realización se puede cambiar la composición química de un gas de escape también mediante adición de monóxido de dinitrógeno puro al gas de escape.

De acuerdo con otra forma de realización preferente de la presente invención, el al menos un gas de escape que contiene monóxido de dinitrógeno procede de una instalación de ácido adípico, una instalación de diácido dodecanoico, una instalación de hidroxilamina y/o una instalación de ácido nítrico, haciéndose funcionar la última a

su vez, preferentemente, con al menos un gas de escape de una instalación de ácido adípico, una instalación de diácido dodecanoico o una instalación de hidroxilamina.

De acuerdo con una forma de realización muy particularmente preferente se emplea como mezcla de gases G(ii) la corriente de gas de escape de una instalación de ácido adípico, en la que, mediante oxidación de mezclas de ciclohexanol/ciclohexanona con ácido nítrico, por mol de ácido adípico formado generalmente se forman de 0,8 a 1,0 moles de N_2O . Tal como se describe, por ejemplo, en A. Uriate y col., Stud. Surf. Sci. Catal. 130, pág. 743-748 (2000), los gases de escape de instalaciones de ácido adípico, sin embargo, contienen en diferentes concentraciones todavía otros constituyentes tales como, entre otros, nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono, óxidos de nitrógeno, agua y compuestos orgánicos volátiles.

Tal como ya se ha descrito anteriormente, una corriente de gas de escape de este tipo de una instalación de ácido adípico se puede emplear directamente en el procedimiento de acuerdo con la invención. Preferentemente se purifica la corriente de gas de escape. Para esto son concebibles, por ejemplo, todos los procedimientos que posibilitan ajustar el contenido de la corriente de gas de escape en oxígeno y/u óxidos de nitrógeno a, respectivamente, como mucho el 0,5 % en volumen. En el documento que se ha citado anteriormente de A. Uriate y col. se desvelan distintas posibilidades de cómo se puede purificar una corriente de gas de escape de este tipo para el uso en la hidroxilación catalítica de benceno. Se describen procedimientos de absorción tales como, por ejemplo, absorción con cambio de presión, procedimientos de separación a través de membrana, destilación con baja temperatura o una combinación de reducción catalítica selectiva con amoníaco seguido de la eliminación catalítica de oxígeno. También son aplicables todos estos procedimientos de purificación para purificar la corriente de gas de escape de una instalación de ácido adípico que se emplea en el procedimiento de acuerdo con la invención.

De forma particularmente preferente, en el marco de la presente invención se purifica la corriente de gas de escape de una instalación de ácido adípico en el caso de que la misma contenga oxígeno y/u óxidos de nitrógeno en, respectivamente, más del 0,5 % en volumen. Preferentemente, esta purificación se realiza mediante destilación.

De acuerdo con una forma de realización asimismo preferente se emplea como mezcla de gases G(ii) la corriente de gas de escape de una instalación de diácido dodecanoico. En el caso de esta instalación de diácido dodecanoico se trata, en comparación con la instalación de ácido adípico, de un tipo de instalación esencialmente idéntico.

Una composición típica, por ejemplo, de un gas de escape de una instalación de diácido dodecanoico o una instalación de ácido adípico se reproduce la siguiente tabla:

Componente	Concentraciones / % en peso
NO_x	19 - 25
N_2O	20 - 28
N_2	30 - 40
O_2	7 - 10
CO_2	2 - 3
H_2O	~7

La corriente de gas de escape de una instalación de diácido dodecanoico se puede emplear directamente en el procedimiento de acuerdo con la invención. Preferentemente se purifica la corriente de gas de escape de la instalación de diácido dodecanoico antes del empleo en el procedimiento de acuerdo con la invención. A este respecto, por ejemplo, ventajosamente se ajusta el contenido de la corriente de gas de escape en oxígeno y/u óxidos de nitrógeno a contenidos en el intervalo de, respectivamente, como mucho el 0,5 % en volumen, es decir, del 0 al 0,5 % en volumen. En el documento que se ha citado anteriormente de A. K. Uriarte y col. se desvelan distintas posibilidades de cómo se puede purificar una corriente de gas de escape de ese tipo para el uso en la hidroxilación catalítica de benceno. Se describen procedimientos de absorción tales como, por ejemplo, absorción con cambio de presión, procedimientos de separación a través de membrana, destilación con baja temperatura o una combinación de reducción catalítica selectiva con amoníaco seguido de la eliminación catalítica de oxígeno. También son aplicables todos estos procedimientos de purificación para purificar la corriente de gas de escape que contiene monóxido de dinitrógeno de una instalación industrial tal como, por ejemplo, de una instalación de diácido dodecanoico o una instalación de ácido adípico o una instalación de ácido nítrico. Es muy particularmente preferente la purificación mediante destilación y, por tanto, la concentración mediante destilación de la corriente de gas de escape de una instalación de diácido dodecanoico o una instalación de ácido adípico o una instalación de ácido nítrico.

De forma particularmente preferente, en el marco de la presente invención se purifica la corriente de gas de escape de una instalación de diácido dodecanoico en el caso de que la misma contenga oxígeno y/u óxidos de nitrógeno en, respectivamente, más del 0,5 % en volumen.

De acuerdo con una forma de realización asimismo preferente se emplea como mezcla de gases G(ii) la corriente de gas de escape de una instalación de ácido nítrico que se alimenta completa o parcialmente con gases de escape que contienen monóxido de dinitrógeno y óxidos de nitrógeno de otros procedimientos. En tales instalaciones de ácido nítrico se adsorben los óxidos de nitrógeno y se hacen reaccionar en su mayor parte hasta dar ácido nítrico, mientras que el monóxido de dinitrógeno no reacciona. Por ejemplo, una instalación de ácido nítrico de este tipo se puede alimentar con óxidos de nitrógeno, que se preparan mediante la combustión dirigida de amoníaco, y con gases de escape de una instalación de ácido adípico y/o con gases de escape de una instalación de diácido dodecanoico. Asimismo es posible alimentar una instalación de ácido nítrico de este tipo únicamente con gases de escape de una instalación de ácido adípico y/o con gases de escape de una instalación de diácido dodecanoico.

Los gases de escape de tales instalaciones de ácido nítrico contienen, básicamente, en distintas concentraciones también otros constituyentes tales como, entre otros, nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono, óxidos de nitrógeno, agua y compuestos orgánicos volátiles.

Una composición típica por ejemplo de un gas de escape de una instalación de ácido nítrico de este tipo está reproducida en la siguiente tabla:

Componente	Concentraciones / % en peso
NO _x	< 0,1
N ₂ O	8 - 36
N ₂	57 - 86
O ₂	3 - 9
CO ₂	1 - 4
H ₂ O	~0,6

La corriente de gas de escape de una instalación de ácido nítrico se puede emplear directamente en el procedimiento de acuerdo con la invención. Preferentemente se purifica la corriente de gas de escape de la instalación de ácido nítrico antes del empleo en el procedimiento de acuerdo con la invención. A este respecto, por ejemplo, ventajosamente se ajusta el contenido de la corriente de gas de escape en nitrógeno y/u óxidos de nitrógeno a contenidos en el intervalo de como mucho el 0,5 % en volumen, es decir, de respectivamente el 0 al 0,5 % en volumen. Se han descrito anteriormente procedimientos adecuados con los cuales se pueden ajustar estos valores en el marco de la instalación de ácido adípico y de la instalación de diácido dodecanoico. Son muy particularmente preferentes también en el marco de los gases de escape de la instalación de ácido nítrico la purificación mediante destilación y, por tanto, la concentración mediante destilación.

En el marco de la presente invención, de forma particularmente preferente la corriente de gas de escape de una instalación de ácido nítrico se purifica en el caso de que la misma contenga oxígeno y/u óxidos de nitrógeno en, respectivamente, más del 0,5 % en volumen.

De acuerdo con una forma de realización asimismo preferente del procedimiento de acuerdo con la invención se emplea como mezcla de gases G(ii) la corriente de gas de escape de una instalación de hidroxilamina en la que, por ejemplo, en primer lugar se oxida amoníaco con aire u oxígeno para dar NO, formándose pequeñas cantidades de monóxido de dinitrógeno como producto secundario. A continuación se hidrogena el NO con hidrógeno hasta dar hidroxilamina. Ya que el monóxido de dinitrógeno es inerte en las condiciones de hidrogenación, se acumula en el circuito de hidrógeno. En conducciones preferentes del procedimiento, la corriente de purga de una instalación de hidroxilamina contiene monóxido de dinitrógeno en el intervalo del 9 al 13 % en volumen en hidrógeno. Preferentemente, se concentra de forma adecuada esta corriente antes del empleo en el procedimiento de acuerdo con la invención en relación con el contenido de monóxido de dinitrógeno.

Por consiguiente, la presente invención también describe un procedimiento tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que como mezcla de gases G(ii) se emplea el gas de escape de una instalación de ácido adípico y/o una instalación de diácido dodecanoico y/o una instalación de hidroxilamina y/o una instalación de ácido nítrico que se hace funcionar con el gas de escape de una instalación de ácido adípico y/o una instalación de diácido dodecanoico y/o una instalación de hidroxilamina.

El procedimiento de acuerdo con la invención se lleva a cabo en un reactor continuo. Asimismo es posible la combinación de dos o más reactores iguales o distintos. Entre otras cosas se puede llevar a cabo la conversión de acuerdo con (iii), por ejemplo, en al menos una columna de burbujeo. La conversión de acuerdo con (iii) se lleva a cabo en al menos un reactor continuo. Por ejemplo, se puede realizar la conversión de acuerdo con (iii) en un CSTR (reactor de tanque de agitación continua) o en una cascada de CSTR. Preferentemente, al menos uno de los reactores continuos es un reactor tubular continuo.

Por consiguiente, la presente invención se refiere a un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que de acuerdo con la etapa (iii), las mezclas G(i) y G(ii) se ponen en contacto en un reactor continuo, en particular en un reactor tubular continuo.

En otra forma de realización preferente, al menos uno de los reactores tubulares continuos empleados de acuerdo con la invención es un reactor de haz de tubos.

Preferentemente se seleccionan las condiciones de reacción en el al menos un reactor continuo de tal manera que la conversión de acuerdo con (iii) se realiza en fase líquida o supercrítica. Más preferentes son condiciones de reacción en las que todo el contenido del reactor es líquido. Por la expresión "contenido de reactor" a este respecto se entienden las mezclas G(i) y G(ii), después de que se hayan introducido en el reactor, así como la mezcla resultante a partir de estas mezclas. De forma particularmente preferente se introducen las mezclas G(i) y G(ii) de forma separada unas de otras en el reactor.

Por consiguiente, la presente invención también se refiere a un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que el reactor continuo, en particular, el reactor tubular continuo durante la conversión de acuerdo con (iii) está lleno esencialmente en exclusiva con líquido. Asimismo, la presente invención se refiere a un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que el contenido del reactor en el reactor continuo, en particular, en el reactor tubular continuo durante la conversión de acuerdo con (iii) se encuentra esencialmente en fase supercrítica.

De forma muy particularmente preferente se seleccionan las condiciones de reacción de tal manera que la mezcla que se encuentra en el reactor es homogénea y monofásica.

La mezcla G(i) se introduce en general a temperaturas en el intervalo de 0 a 320 °C, preferentemente en el intervalo de 180 a 300 °C y de forma particularmente preferente en el intervalo de 200 a 290 °C en el reactor continuo, encontrándose las presiones en general en el intervalo de 0,1 a 50 MPa (1 a 500 bar), preferentemente en el intervalo de 1 a 36,5 MPa (10 a 365 bar) y de forma particularmente preferente en el intervalo de 2,5 a 30 MPa (25 a 300 bar).

En general, la mezcla G(ii) se introduce a temperaturas en el intervalo de 0 a 320 °C, preferentemente en el intervalo de 180 a 300 °C y de forma particularmente preferente en el intervalo de 200 a 290 °C en el reactor continuo, encontrándose las presiones en general en el intervalo de 0,5 a 50 MPa (5 a 500 bar), preferentemente en el intervalo de 1 a 36,5 MPa (10 a 365 bar) y de forma particularmente preferente en el intervalo de 2,5 a 30 MPa (25 a 300 bar).

En el reactor continuo se ponen en contacto las mezclas G(i) y G(ii). La mezcla G(i) y la mezcla G(ii) o el N₂O puro se emplean en proporciones a las que la proporción molar de ciclopenteno a N₂O generalmente se encuentra en el intervalo de 0,05 a 10, preferentemente en el intervalo de 0,5 a 7 y de forma particularmente preferente en el intervalo de 1 a 5.

Asimismo, en el marco de la presente invención sin embargo es posible mezclar la mezcla G(ii) y la mezcla G(i) o una parte de la mezcla G(i) e introducir esta mezcla en el reactor. De acuerdo con la invención se mezcla la mezcla G(ii) y la mezcla G(i) o una parte de la mezcla G(i) a temperaturas a las que no tiene lugar ninguna reacción. Preferentemente se realiza la mezcla a una temperatura en el intervalo de 80 a 200 °C, preferentemente en el intervalo de 90 a 150 °C, en particular en el intervalo de 100 a 120 °C.

La conversión del ciclopenteno contenido en la mezcla G(i) con el N₂O contenido en la mezcla G(ii) en el al menos un reactor continuo se realiza a temperaturas en el intervalo de 200 a 290 °C. A este respecto, las presiones en el reactor continuo se encuentran en el intervalo de 1 a 40 MPa (10 a 400 bar).

El tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en el reactor continuo se encuentra en el intervalo de 0,3 a 2,5 h. A este respecto es concebible no mantener constante la temperatura o la presión o ambas en el reactor, sino variar las mismas de forma adecuada dentro de los límites que se han indicado anteriormente.

Gracias al procedimiento de acuerdo con la invención de acuerdo con las conducciones que se han descrito anteriormente del procedimiento, con el uso de las mezclas G(i) y G(ii) se consiguen conversiones de ciclopenteno que, en general, se encuentran en al menos el 10 %, preferentemente al menos 20 %, en particular al menos el 30 % y más preferentemente al menos el 50 %. El límite superior de las conversiones se encuentra en general en el 90 %, en particular en el 98 %, de forma preferente en el 99 % y de forma particularmente preferente en el 99,9 %.

Las selectividades de ciclopentanona de la conversión frente a ciclopenteno se encuentran, en este caso, en general en el intervalo del 92 al 99,5 %.

5 Por consiguiente, la presente invención también describe un procedimiento, tal como se ha descrito anteriormente, que está caracterizado por que el ciclopenteno empleado se hace reaccionar en el intervalo del 10 al 99,9 %, en relación con la cantidad total empleada de ciclopenteno, con una selectividad de ciclopentanona frente a ciclopenteno en el intervalo del 92 al 99,5 %.

La mezcla obtenida de acuerdo con la etapa (iii) y que contiene ciclopentanona puede tratarse además de acuerdo con todos los procedimientos adecuados para la obtención de la ciclopentanona. En este caso cabe mencionar de forma particularmente preferente procedimientos de destilación.

10 En los siguientes ejemplos se explica con más detalle la invención.

Ejemplos

Ejemplo 1: oxidación de ciclopenteno/ciclopentano hasta dar ciclopentanona

15 Desde recipientes de disposición correspondientes se bombean 2000 g/h de una mezcla aproximadamente 1:1 de ciclopenteno/ciclopentano (de esto, 400 g/h recientes y 1600 g/h de reactante devuelto, ciclopenteno/ciclopentano 1:1) y 140 g/h de una mezcla líquida con el 93,5 % en peso de N_2O a través de una mezcladora estática a un reactor tubular (reactor de doble camisa, enrollado, diámetro interno 6 mm, longitud 85 m). El tubo se ajustó con un termostato a 280 °C mediante circulación por bombeo de aceite caloportador en la camisa. La presión interna del reactor se regula a 30 MPa (300 bar). Después de atravesar la zona de reacción, la mezcla de reacción se expande en dos recipientes de evaporación parcial en primer lugar a 1,6 MPa (16 bar) y a continuación a 0,5 MPa (5 bar) para evacuar el N_2 formado, el N_2O no reaccionado y los compuestos inertes contenidos en el N_2O (principalmente N_2 y CO_2).

20 Entonces, el producto líquido se destila en una columna con al menos 27 niveles de separación teóricos a 0,1 MPa (1 bar) ($T_{\text{fondo}} = 79\text{ °C}$, $T_{\text{cabeza}} = 46\text{ °C}$). Como producto de cabeza se obtienen, como media, 1600 g/h de ciclopenteno no reaccionado mezclados (aproximadamente 1:1) con ciclopentano, que se devuelven de nuevo a la reacción. La descarga de fondo, que contiene aproximadamente el 50 % de ciclopentanona (ciclopentanona en bruto) y aproximadamente el 50 % de ciclopentano, se transfiere a un barril de producto.

25 Como media se obtienen 237 g/h de ciclopentanona en bruto que se tienen que separar todavía del ciclopentano en otra destilación. La selectividad con respecto a ciclopentanona asciende al 96 % (en relación con el ciclopenteno reaccionado).

30

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de ciclopentanona que comprende al menos las siguientes etapas (i) a (iii):

(i) facilitación de una mezcla G(i) que contiene ciclopenteno;

5 (ii) facilitación de N₂O líquido o supercrítico o de una mezcla de gases G(ii) licuada o supercrítica que contiene al menos el 20 % en volumen de N₂O en relación con el volumen total de la mezcla G(ii);

(iii) puesta en contacto de la mezcla G(i) con el N₂O líquido o supercrítico o con la mezcla G(ii) licuada o supercrítica con obtención de una mezcla G(iii), que contiene ciclopentanona,

10 **caracterizado por que** la mezcla G(i) contiene al menos el 25 % en peso y como mucho el 95 % en peso de ciclopenteno, en relación con el peso total de la mezcla G(i), y poniéndose en contacto en la etapa (iii) las mezclas G(i) y G(ii) en un reactor continuo a temperaturas en el intervalo de 200 a 290 °C y presiones en el intervalo de 1 a 40 MPa (10 a 400 bar), encontrándose el tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en el reactor continuo en el intervalo de 0,3 a 2,5 h.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** la mezcla G(i) contiene adicionalmente al ciclopenteno al menos un compuesto inerte frente a N₂O durante la puesta en contacto de acuerdo con (iii).

15 3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado por que** la mezcla G(i) contiene hidrocarburos en al menos el 99 % en peso en relación con el peso total de la mezcla.

4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** la mezcla G(i) contiene en al menos el 99 % en peso hidrocarburos C₅ y C₆ o C₅ y C₇ o C₅ y C₆ y C₇.

20 5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** la mezcla G(ii) contiene como mucho el 93 % en volumen de N₂O.

6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** la mezcla G(ii) contiene como mucho el 0,5 % en volumen de oxígeno o como mucho el 0,5 % en volumen de óxidos de nitrógeno o como mucho tanto el 0,5 % en volumen de oxígeno como el 0,5 % en volumen de óxidos de nitrógeno, en cada caso en relación con el volumen total de la mezcla G(ii).

25 7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que** la mezcla de gases G(ii) antes del empleo en el procedimiento se somete al menos a una etapa de purificación, en la que se ajusta el contenido de oxígeno y/u óxidos de nitrógeno en como mucho el 0,5 % en volumen.

8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado por que** el reactor continuo durante la conversión de acuerdo con (iii) está lleno exclusivamente en esencia con líquido.

30 9. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 7 u 8, **caracterizado por que** el contenido del reactor en el reactor continuo durante la conversión de acuerdo con (iii) se encuentra esencialmente en fase supercrítica.