

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 557 118**

51 Int. Cl.:

**C07C 45/74** (2006.01)

**C07C 49/603** (2006.01)

**C07C 45/82** (2006.01)

**C07C 45/85** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.04.2012 E 12718179 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.10.2015 EP 2707352**

54 Título: **Procedimiento para la obtención de isoforona en presencia de al menos un antiespumante en la columna de aguas residuales en la pieza de elaboración**

30 Prioridad:

**13.05.2011 DE 102011075777**

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

**22.01.2016**

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)  
Rellinghauser Strasse 1-11  
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**ORSCHER, MATTHIAS;  
JANSEN, ROBERT;  
MAIER, MARTIN;  
NITZ, JÖRG-JOACHIM y  
SCHWARZ, MARKUS**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 557 118 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 obtención de isoforona en presencia de al menos un antiespumante en la columna de aguas residuales en la pieza de elaboración

5 La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de isoforona (3,5,5-trimetil-2-ciclohexen-1-ona) en presencia de al menos un antiespumante en la columna de aguas residuales en la pieza de elaboración.

La isoforona se emplea, entre otras cosas, como disolvente de punto de ebullición elevado en la industria de esmaltes, tintas de imprenta, pegamentos y agentes fitosanitarios. Según el estado de la técnica conocido, la isoforona se puede elaborar adicionalmente, a modo de ejemplo para dar isoforon-nitrilo, isoforondiamina, diisocianato de isoforona o ceto-isoforona.

10 En el caso de isoforona se trata del producto de condensación trímero de acetona. La obtención de isoforona se efectúa a través de una condensación aldólica de acetona catalizada.

Estado de la técnica

15 Tanto la literatura de patentes existente, como también las publicaciones científicas para la obtención de isoforona, se pueden clasificar esencialmente en dos sectores. Se diferencia entre procesos en fase líquida y en fase gaseosa. En el documento CN 101633610A se describe también la reacción de condensación para la obtención de isoforona con acetona supercrítica.

Mientras que en los procesos en fase gaseosa descritos se trabaja en su mayor parte con catalizadores heterogéneos, sólidos, en procesos en fase líquida se emplean sistemas catalizadores tanto homogéneos, como también heterogéneos.

20 a) Procedimiento para la obtención de isoforona en la fase líquida

La reacción en la fase líquida se describe en la literatura de patentes casi exclusivamente bajo condiciones alcalinas a temperaturas elevadas y altas presiones.

25 En el campo de la química de isoforonas son conocidas varias patentes de Shell Development Company (US 2,351,352, US 2,344,226, US 2,399,976, US 2,419,051). Entre otros, en el documento US 2 399 976 se describe un procedimiento de condensación para la obtención de isoforona en el reactor de circulación por medio de catálisis alcalina. La lejía empleada se devuelve de nuevo al reactor tras separación de fases, mientras que el agua de reacción producida se elimina del circuito de reactor con la fase orgánica.

30 Por lo demás, en el documento US 2 419 051 se describe un procedimiento en el que se puede redissociar una parte de sobrecondensados mediante hidrólisis de los productos de condensación superiores. La hidrólisis se lleva a cabo en un reactor de presión a temperaturas entre 130-235°C con una concentración de lejía elevada.

35 Para impedir una separación de fases en la síntesis y, por consiguiente, para conseguir un control de reacción monofásico, en las solicitudes de la Societe Industrielle Des Derivatives De L'Acetylene (DE 10 58 047, GB733650) se describen alcoholes como solubilizadores. Este procedimiento conduce a un tiempo de reacción más reducido. Por lo demás, en éste se describe que la recirculación de productos secundarios separados en la zona de reacción del reactor aumenta la selectividad de formación de isoforona.

40 En los documentos de patente de Hibernia Chemie (DE 10 95 818, DE 11 44 269, DE 12 05 525, DE 11 65 018) de los años 60, además del empleo de una mezcla de educto monofásico/catalizador, con bajas concentraciones de lejía, también se describe la elaboración por medio de columnas de hidrólisis. En este caso se obtiene isoforona en un reactor de presión mediante condensación de acetona en fase líquida por medio de cantidades de álcalis (NaOH o KOH) de menos de un 1 % como catalizador, y bajo aplicación de cantidades de agua de menos de un 20 % a temperaturas de 150-250°C. Las dos fases que se forman en la reacción se emulsionan tanto mediante un control de reacción apropiado (construcción de reactor, generador de impulsos), como también mediante el empleo de un emulsionante, para garantizar un buen contacto entre catalizador y los reactivos (DE 10 95 818).

45 Además, en el documento DE 12 05 525 se describe la elaboración de productos secundarios, los denominados sobrecondensados. A 120-300°C tiene lugar la hidrólisis de los sobrecondensados con una disolución acuosa alcalina en una denominada columna de destilación de presión, bajo eliminación continua de la acetona formada.

La obtención de isoforona pura a partir de productos de condensación que contienen isoforona se consigue mediante una separación de productos de bajo punto de ebullición mediante destilación bajo la misma presión a la que se lleva a cabo la condensación, y mediante una elaboración subsiguiente de los sobrecondensados aún existentes mediante destilación a presión reducida (DE 11 44 269).

- 5 Según la solicitud de BP Chemicals, mediante empleo de hidróxido potásico (KOH) en lugar del catalizador hidróxido sódico (NaOH), habitual en caso contrario, se puede aumentar el rendimiento en isoforona hasta un 7 % con selectividad constante (DE 25 20 681).

Además se describe que la calidad de producto de isoforona se puede aumentar excluyéndose de la columna de reacción sustancias colorantes en una corriente lateral, y purificándose esta corriente mediante destilación y  
10 reacción ácida (DE 26 45 281).

Además existen solicitudes para la obtención de isoforona de Daicel Chemical Industries (JP 8245485, JP 8245486) de los años 90. Estos describen que, mediante reducción de la concentración de agua en la corriente de eductos, como también mediante recirculación de la fase de lejía acuosa tras la separación de fases, se puede aumentar el rendimiento en isoforona en la pieza de hidrólisis de la destilación de reactivos.

- 15 Además de los procesos en fase líquida por medio de sistemas catalizadores homogéneos citados hasta la fecha, también existe una solicitud de patente con sistemas catalizadores heterogéneos en la fase líquida.

De este modo, Elf Atochem S. A. describe en la patente 5 849 957 el empleo de hidrotalcitas ( $Mg_{1-x}Al_xO_{1+x}$ ) como sistema catalizador heterogéneo para la obtención de isoforona. En ensayos de caldera de agitación discontinuos con tal catalizador se pudo alcanzar una conversión de acetona de un 38 % y una selectividad a isoforona de un 51  
20 %.

b) Procedimiento para la obtención de isoforona en la fase gaseosa

También se puede obtener isoforona por medio de catalizadores heterogéneos en la fase gaseosa.

En los documentos de Union Carbide (US 4,086,188, US 4,165,339, EP 095 783) se describe la obtención de isoforona por medio de catalizadores de precipitación de tipo hidrotalcita dopados con litio, o bien cinc. Con estos  
25 catalizadores se puede alcanzar una selectividad de un 47 % respecto a isoforona con una conversión de acetona de un 24 % (US 4 086 188), y el catalizador se puede regenerar completamente mediante combustión de los residuos de coquefacción (US 4 165 339). Mediante optimización de las condiciones de preparación se puede aumentar el período de aplicación de tal catalizador a hasta aproximadamente 1000 horas (EP 095 783).

En las patentes de Aristech Chemical Corporation (WO9012645, WO9507255 se describen diversos catalizadores  
30 oxídicos de magnesio/aluminio, que se obtienen mediante suspensión de pseudoboehmita y óxido de magnesio (WO 9012645). En el caso de una conversión de acetona de un 30 %, la selectividad respecto a isoforona se sitúa en un 76 %. Además de los catalizadores, la Aristech Chemical Company describe también un procedimiento para la obtención de isoforona en la fase gaseosa, en un reactor de lecho sólido (WO 95072559). La conversión de acetona se limita en este caso a un 10-35 %, para minimizar la formación de residuos de coquefacción.

Además existe una serie de solicitudes (JP 9059204, JP 9151152, JP 9151153, JP 9157207, JP 9157208, JP  
35 9169687, JP 9169688) de Mitsui Toatsu Chemicals, que reivindican diversos catalizadores de zeolita y magnesio/metal alcalino para la obtención de isoforona.

En publicaciones científicas, además de los sistemas catalizadores ya citados en las patentes, se describe  
40 igualmente el empleo de nanotubos de carbono como catalizador para la síntesis de isoforona. M. G. Stevens (Chem. Commun.3, 1999) alcanza una conversión de acetona de un 11,9 % con una selectividad de isoforona de un 61 % con nanotubos de carbono dopados con cesio.

En la solicitud de patente DE 102010062587.6 (CN 201010625116.6) se describe un procedimiento para la obtención de isoforona como sigue.

Procedimiento para la obtención de isoforona mediante condensación aldólica catalizada de acetona como educto,

45 elaboración del producto de reacción,

hidrólisis de la corriente de sustancias de valor y separación en una fase orgánica y una fase acuosa, obtención de isoforona a partir de la fase orgánica,

elaboración por destilación de la fracción acuosa y conducción subsiguiente de los vapores de la cabeza de la instalación de elaboración por destilación a la instalación de hidrólisis.

- 5 No obstante, bajo estas condiciones de producción, debido a las propiedades de las mezclas de sustancias presentes, se puede llegar a formaciones de espuma, en especial en la zona de la columna de aguas residuales, en la que tiene lugar la elaboración de la fracción acuosa. Esto puede tener por consecuencia que se presenten medidas erróneas en las instalaciones electrónicas de medición y de técnica de regulación y, por consiguiente, que se dificulte la regulación del proceso. En especial la transferencia de calor y/o el procedimiento de separación en la columna de aguas residuales se pueden controlar difícilmente por este motivo. La consecuencia de ello es que no se puede trabajar de manera permanente en el óptimo económico, ni tampoco ecológico.

15 En la síntesis de isoforona se produce toda una serie de productos secundarios indeseables. Estos son, a modo de ejemplo, alcohol diacetónico, óxido de mesitilo, forona, mesitileno, así como una serie de productos de condensación superiores (sobrecondensados) de acetona (por ejemplo Xylitone e Isoxylitone). Por este motivo es difícil de alcanzar la consecución de altos rendimientos y selectividades en isoforona.

Por lo tanto, la tarea técnica de esta invención era encontrar un procedimiento que posibilitara aumentar la rentabilidad de la obtención de isoforona evitando la formación de espuma, en especial en la zona de la columna de aguas residuales. En este caso se debían considerar también aspectos ecológicos.

20 Sorprendentemente se descubrió que, mediante la adición de una sustancia tensioactiva – a continuación llamada antiespumante – se impide la formación de espuma en la pieza de elaboración, y se destruye la espuma ya formada, y por consiguiente se posibilita un régimen eficiente y seguro para la obtención de isoforona.

Es objeto de la invención un procedimiento para la obtención de isoforona mediante

1. condensaciones aldólicas catalizadas con acetona como educto,
2. elaboración del producto de reacción,
- 25 3. hidrólisis de la corriente de sustancias de valor y separación en una fase orgánica y una fase acuosa, obtención de isoforona a partir de la fracción orgánica,
4. elaboración por destilación de la fracción acuosa en presencia de al menos un antiespumante y conducción subsiguiente de los vapores de la cabeza de la instalación de elaboración por destilación a la instalación de hidrólisis,
- 30 caracterizado porque como antiespumantes se emplean polieterpolioles.

Además es objeto de la invención un procedimiento para la obtención de isoforona, 5. sometándose el agua de la cola de la elaboración por destilación de la fracción acuosa a una evaporación por expansión, y devolviéndose el agua purificada producida al proceso para la obtención de isoforona.

35 Se descubrió que, mediante la adición de un antiespumante en la etapa 4, en especial en la alimentación de la columna de aguas residuales, se puede impedir casi completamente la formación de espuma en la cola de esta columna de aguas residuales, y por consiguiente se puede conseguir una muy buena separación entre el componente principal agua y los componentes orgánicos aún disueltos, como por ejemplo isoforona, acetona y otros productos de bajo punto de ebullición, así como productos de punto de ebullición más elevado. Por consiguiente, el nivel de carga de la columna de aguas residuales se puede además determinar exactamente, y se puede impedir tanto un rebose, como también una marcha en seco de la columna de aguas residuales.

40 El procedimiento inventivo se puede llevar a cabo de manera continua, discontinua o semicontinua. No obstante, de modo preferente se lleva a cabo continuamente.

Etapas 1

La obtención de isoforona se efectúa a través de condensaciones aldólicas catalizadas con acetona como educto. En este caso, en el primer paso reaccionan dos moléculas de acetona a través del producto intermedio alcohol diacetónico, bajo disociación de agua, para dar óxido de mesitilo. En una reacción subsiguiente, el óxido de mesitilo reacciona con una acetona adicional, a su vez bajo eliminación de agua para dar isoforona.

- 5 Por lo tanto, en el caso de isoforona se trata del producto de reacción de una condensación de tres moléculas de acetona bajo la eliminación de dos moléculas de agua.

10 Como consecuencia de la similitud química del educto empleado (acetona) y de los productos (intermedios) formados, la síntesis de isoforona no se desarrolla de modo suficientemente selectivo. Debido a la pluralidad de reacciones de condensación aldólica concurrentes, bajo condiciones de reacción, además de la molécula objetivo deseada isoforona, se obtiene toda una serie de productos de condensación no deseados (superiores) (por ejemplo Xylitone e Isoxylitone), como también otros componentes secundarios (por ejemplo mesitileno).

15 Por lo tanto, la síntesis de isoforona está caracterizada por una red de reacciones compleja, la selectividad es dependiente de la conversión en medida elevada. Para minimizar la formación de productos de condensación no deseados (superiores), se debe limitar la conversión de acetona. En especial en la reacción en fase gaseosa, el catalizador empleado se puede desactivar mediante los residuos de coquefacción que se forman.

Se descubrió que la mezcla de reacción producida se puede elaborar de modo especialmente económico y ecológico para dar isoforona mediante el procedimiento inventivo.

20 La reacción de condensación de acetona para dar isoforona (reacción) se lleva a cabo preferentemente en una reacción en fase líquida catalizada. Alternativamente se puede obtener isoforona también por medio de una reacción en fase gaseosa, o también mediante reacción en acetona supercrítica.

25 Para la puesta en práctica de la reacción conforme al procedimiento según la invención en la fase líquida se hace reaccionar la acetona dentro del reactor empleado, mediante reacción catalítica, a temperaturas en el intervalo de 100 a 250°C, preferentemente 150 a 250°C, de modo especialmente preferente 180 a 250°C, y en un intervalo de presión de 5 a 50 bar, preferentemente 10 a 50 bar, de modo especialmente preferente de 20 a 50 bar, para dar isoforona, pudiéndose combinar entre sí los valores indicados a voluntad.

Para la puesta en práctica de la reacción conforme al procedimiento según la invención en la fase gaseosa se hace reaccionar la acetona dentro del reactor empleado, mediante reacción catalítica, a temperaturas en el intervalo de 100 a 400°C, preferentemente 200 a 400°C.

30 Para la puesta en práctica de la reacción conforme al procedimiento según la invención en el intervalo supercrítico se hace reaccionar la acetona dentro del reactor empleado, mediante reacción catalítica, a temperaturas en el intervalo de 250 a 350°C, y en un intervalo de presión de 50 a 200 bar, para dar isoforona.

35 La reacción catalítica se puede llevar a cabo con los catalizadores citados en el estado de la técnica, en este caso se puede tratar de un catalizador homogéneo o heterogéneo. En la fase líquida se emplea preferentemente un catalizador homogéneo, en la fase gaseosa se emplea preferentemente un catalizador heterogéneo. Para la reacción en el intervalo supercrítico se pueden emplear catalizadores tanto homogéneos, como también heterogéneos.

40 En la reacción preferente en la fase líquida se puede obtener isoforona por medio de catalizador homogéneo con cantidades de álcali (NaOH o KOH) de < 1 % en peso, preferentemente de < 0,5 % en peso, de modo especialmente preferente < 0,2 % en peso. De modo especialmente preferente se emplea como catalizador NaOH en cantidades de un 0,015 a un 0,05 % en peso. La concentración de agua empleada resulta, entre otras cosas, de las corrientes de recirculación del proceso de elaboración, ésta se debía presentar por debajo de < 40 %, preferentemente < 30 %, referido a la cantidad de líquido total.

45 La reacción se puede llevar a cabo en cualquier reactor según el estado de la técnica, como por ejemplo reactores tubulares, calderas de agitación, reactores de lecho fijo, reactores de destilación a presión, o bien destilaciones reactivas, reactores microestructurados, columnas de destilación con circulación en bucles, etc, o en combinaciones de cualquier reactor. En este caso, la selección de reactores no se limita a la elección citada.

El concepto reactor de destilación a presión se puede equiparar en este caso a instalaciones en las que se lleva a cabo una destilación reactiva. La destilación reactiva se describe suficientemente en la literatura especializada, por ejemplo en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry (M. Sakuth, D. Reusch, R. Janowsky: Reactive Distillation © 2008 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co KGaA, Weinheim, DOI: 10.1002/14356007.c22\_c01.pub2). En este caso y en la literatura citada se describen todos los procesos y aparatos de destilación reactiva comunes. Si a continuación se emplea el concepto de columna de destilación reactiva en el siguiente texto de la solicitud de patente, se alude a todas las formas de ejecución de destilación reactiva, como se describen en la literatura.

En una ejecución preferente, la puesta en práctica de la reacción se efectúa en columnas de destilación reactiva, reactores tubulares o reactores de lecho fijo. Son especialmente preferentes reactores tubulares.

## 10 Etapa 2

Tras puesta en práctica de la reacción se elabora la mezcla de reacción (elaboración) y se separa en los componentes aislados. Estos son, además de isoforona, los denominados productos de bajo punto de ebullición, como por ejemplo acetona, alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, así como una serie de productos de condensación superiores (supercondensados) de acetona (por ejemplo Xylitone e Isoxylitone), agua, y en caso dado catalizador. En este caso, la separación se lleva a cabo completa o parcialmente.

La separación de las fracciones aisladas se puede llevar a cabo con todos los métodos de separación, como por ejemplo destilación, evaporación por expansión, cristalización, extracción, sorción, permeación, separación de fases, o combinaciones de los citados, continuamente o por cargas, en una o varias etapas. La separación se consigue preferentemente mediante destilación en una o varias instalaciones. En este caso, la destilación se puede llevar a cabo por separado de la síntesis de isoforona (reacción), o puede tener lugar en una instalación. La separación de las fracciones aisladas se efectúa preferentemente mediante una destilación reactiva, preferentemente en una columna de destilación reactiva.

De modo especialmente preferente, la separación se lleva a cabo por separado de la síntesis de isoforona (reacción), en una columna de destilación reactiva con una extracción de corriente lateral.

La corriente de sustancias de valor obtenida de este modo, en especial isoforona, productos más altamente condensados y agua, y en caso dado catalizador, se elabora de modo subsiguiente en una 3ª etapa, como se describe a continuación.

La separación en la etapa 2 se efectúa preferentemente en tres fracciones:

a) una fracción constituida por acetona no transformada, agua y productos de bajo punto de ebullición, como por ejemplo alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, que se condensa y se devuelve a la reacción en el reactor a continuación.

b) Una fracción en la que se concentran en especial sustancias colorantes. Esta fracción se purifica adicionalmente, y las sustancias de valor contenidas se devuelven al proceso.

c) Una fracción constituida en especial por isoforona, productos más altamente condensados y agua, y en caso dado catalizador, llamada corriente de sustancias de valor. Esta fracción se somete a continuación a una hidrólisis.

En la forma de ejecución preferente, la fracción a) se extrae como corriente de vapores, que contiene esencialmente acetona, agua y productos de bajo punto de ebullición, esencialmente alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, se condensa y se añade de nuevo al reactor con las sustancias de empleo acetona, agua, y en caso dado catalizador. En la forma de ejecución preferente, la fracción b) se extrae como corriente lateral de la columna de destilación, preferentemente una columna de destilación reactiva, en caso dado se neutraliza y se elabora adicionalmente. En este caso, en la elaboración se pueden emplear todos los métodos de separación comunes, como por ejemplo destilación, evaporación por expansión, cristalización, extracción, sorción, permeación, separación de fases, o combinaciones de los citados. La purificación se puede llevar a cabo continuamente o por cargas, en una o varias etapas. La purificación se consigue preferentemente mediante destilación. La purificación se consigue de modo especialmente preferente mediante una combinación de neutralización o extracción, y subsiguiente destilación, preferentemente en una columna de destilación reactiva. La fase elaborada con los productos de valor constituidos por isoforona, productos de punto de ebullición elevado, y en caso dado catalizador, se conduce preferentemente a la hidrólisis. Otra fase de productos de valor obtenida, que contiene esencialmente acetona, alcohol diacetónico y

óxido de mesitilo, se devuelve preferentemente a la reacción. Los residuos producidos en caso dado se alimentan al empleo térmico.

### Etapa 3

5 La corriente de sustancias de valor de la etapa 2, preferentemente la fracción c), se somete a una hidrólisis. El objetivo de la hidrólisis es transformar parcial o completamente productos secundarios en isoforona, acetona y otros productos de valor. La hidrólisis se puede llevar a cabo en todos los reactores comunes, que se describieron ya anteriormente, o en columnas de destilación, o combinaciones de ambos. La hidrólisis se lleva a cabo preferentemente mediante una destilación reactiva, en la que los productos de bajo punto de ebullición formados, que contienen esencialmente acetona, alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, se eliminan directamente de la zona de hidrólisis, y se devuelven a la reacción, y por consiguiente ya no se encuentran disponibles para reacciones secundarias en la hidrólisis.

15 De modo muy especialmente preferente, la hidrólisis de la fracción c) en una instalación se lleva a cabo a través de una destilación reactiva, preferentemente una columna de destilación reactiva, efectuándose simultáneamente la separación de la mezcla de reacción en las fracciones a) a c), de modo que los productos formados se separan simultáneamente de modo correspondiente, y la fracción c) se hidroliza.

En caso dado, la hidrólisis de la etapa 3 y la separación por destilación de la etapa 2 pueden tener lugar también en una instalación con la síntesis de isoforona (reacción).

20 La hidrólisis se puede llevar a cabo en todas las proporciones de mezcla de componentes orgánicos con agua con o sin catalizador. La concentración de agua en la hidrólisis asciende en este caso a un 0,1 – 99,9 % en peso, preferentemente un 30 – 90 % en peso. En el caso de catálisis homogénea se emplea como catalizador preferentemente aquel catalizador que se emplea también en la parte de reacción. Son preferentes concentraciones de catalizador de un 0,001 – 10 % en peso, de modo especialmente preferente de un 0,05 a un 1 % en peso. La presión en el reactor de hidrólisis asciende a 1 – 200 bar, preferentemente 20 – 60 bar, de modo especialmente preferente se lleva a cabo la hidrólisis al menos a la presión que domina también en el paso de síntesis de isoforona (reacción). La temperatura de la hidrólisis asciende a 100 – 300 °C, preferentemente 210 – 260°C. En el caso de empleo de una columna de destilación reactiva se ajusta de modo especialmente preferente una temperatura, o bien un gradiente de temperatura, que corresponde a las temperaturas de ebullición en la cola y en las etapas de separación o reacción aisladas.

La hidrólisis se puede llevar a cabo en una o varias instalaciones, en una etapa o en varias etapas.

30 La fracción de corriente de producto de valor elaborada de este modo, preferentemente la fracción c), se separa a continuación del reactor de hidrólisis, o bien de la columna de destilación reactiva, se enfría, y se somete a una separación de fases (separación).

35 La separación de fases en la etapa 3 se efectúa en una fracción esencialmente orgánica, preferentemente la fracción d), y una fracción esencialmente acuosa, preferentemente la fracción e), que contiene, en caso de catálisis homogénea, también el catalizador. En este caso se pueden emplear depósitos de separación de fases habituales, con y sin elementos de inserción. La separación de fases se efectúa a una temperatura entre 0 – 200°C, preferentemente a 0 – 100°C, de modo especialmente preferente a 20 – 70°C, y a una presión de 1 – 150 bar, preferentemente 20 – 60 bar, de modo especialmente preferente a la presión que domina también en la hidrólisis.

40 La fracción esencialmente orgánica de la etapa 3, preferentemente la fracción d), con el producto objetivo isoforona, se neutraliza en caso dado, y se purifica con métodos habituales, de modo que se obtiene una isoforona con la pureza y estabilidad de color deseadas (obtención). En este caso se pueden emplear todos los métodos de separación comunes, como por ejemplo destilación, evaporación por expansión, cristalización, extracción, sorción, permeación, separación de fases, o combinaciones de los citados. La purificación se puede llevar a cabo continuamente o por cargas, en una o varias etapas, bajo presión o en vacío. La purificación se consigue preferentemente mediante destilación. La purificación se consigue de modo especialmente preferente mediante una combinación de neutralización o extracción y siguiente destilación.

### Etapa 4

50 En este punto se describe más detalladamente la elaboración por destilación de la fracción acuosa de la etapa 3, preferentemente la fracción e) (purificación de aguas residuales) y conducción subsiguiente de los vapores de la cabeza de la instalación de elaboración por destilación a la instalación de hidrólisis.

La fracción esencialmente acuosa de la etapa 3, preferentemente la fracción e), se alimenta a una purificación de aguas residuales. En este caso se efectúa la separación del agua de reacción como componente principal, y en caso dado del catalizador de componentes orgánicos, aún disueltos en caso dado, como por ejemplo isoforona, acetona y productos más altamente condensados.

- 5 La elaboración de aguas residuales se lleva a cabo preferentemente en una o varias columnas de destilación, también denominadas en este caso columnas de aguas residuales.

10 Según la invención, esta etapa 4 se lleva a cabo en presencia de al menos un antiespumante, mediante lo cual se impide casi completamente la formación de espuma en la cola de esta columna de aguas residuales, y por consiguiente se consigue una muy buena separación entre el componente principal agua y los componentes orgánicos aún disueltos, como por ejemplo isoforona, acetona y otros productos de bajo punto de ebullición, así como productos de punto de ebullición más elevado. Por consiguiente, el nivel de carga de la columna de aguas residuales se puede además determinar exactamente, y se impide tanto un rebose, como también una marcha en seco de la columna de aguas residuales.

La adición de antiespumante se efectúa en especial en la alimentación de la columna de aguas residuales.

- 15 En el caso de los antiespumantes empleados según la invención se trata de sustancias químicas para el combate de la espuma, seleccionadas a partir de polieterpolioles. De modo especialmente preferente, en este caso se trata de una mezcla acuosa de al menos un polieterpoliol.

20 En general está contenido un 0,00005 a un 0,5 % en peso de antiespumante, referido a la sustancia química, es decir, al antiespumante, en la columna de aguas residuales. La cantidad total de antiespumante en la columna de aguas residuales asciende preferentemente a < 0,1 % en peso, de modo especialmente preferente < 0,01 % en peso, referido a la sustancia química, es decir, al antiespumante.

25 El antiespumante se introduce preferentemente en la alimentación de la columna de aguas residuales, de modo que la cantidad total de antiespumante asciende a < 0,5 % en peso, preferentemente < 0,1 % en peso, de modo especialmente preferente < 0,01 % en peso en la columna de aguas residuales, referido a la sustancia química, es decir, al antiespumante.

Mediante la adición de antiespumante se resuelven varios problemas del actual estado de la técnica:

- 1) mediante la adición de un antiespumante, preferentemente en la alimentación de la columna de aguas residuales, se impide casi completamente la formación de espuma en la cola de la columna de aguas residuales.
- 30 2) Se puede conseguir una mejor separación entre el componente principal agua y los componentes orgánicos aún presentes, por ejemplo isoforona, acetona, así como otros compuestos de bajo punto de ebullición, y productos más altamente condensados, y por consiguiente un rendimiento de producto más elevado.
- 3) Se aumenta la controlabilidad de la instalación, en especial de la columna de aguas residuales, ya que mediante el empleo del antiespumante se da un régimen constante.

35 La purificación de aguas residuales se lleva a cabo preferentemente en una o varias columnas de destilación (columnas de aguas residuales). Los vapores de la columna de aguas residuales se conducen directamente a la instalación en la que tiene lugar la hidrólisis. Por consiguiente, ya que los vapores están constituidos esencialmente por agua, en la pieza de hidrólisis se ajusta una concentración de agua necesaria, suficientemente elevada, de modo que no se debe introducir agua fresca adicional en la hidrólisis. Además, las fracciones orgánicas disueltas en la fracción e) se conducen parcial o completamente al proceso a través de los vapores de la columna de aguas residuales. Esto minimiza la carga orgánica en el agua residual y, ya que se trata esencialmente de isoforona, aumenta el rendimiento total en el proceso. Por consiguiente, esta conexión de la columna de aguas residuales aporta una contribución esencial al control ecológico y económico del proceso. Por lo demás se pone a disposición el calor necesario para la hidrólisis, o bien la separación por destilación de la mezcla de reacción a través de los vapores, no se requiere una calefacción separada.

45 La presión en la columna de aguas residuales asciende a 1 – 200 bar, preferentemente 20 – 60 bar. De modo especialmente preferente se trabaja en el sistema de presión que se ajusta en el sistema total columna de hidrólisis/aguas residuales, si los vapores de la columna de aguas residuales se conducen directamente a la pieza de hidrólisis de la destilación reactiva. La temperatura en la columna de aguas residuales corresponde a la

temperatura de ebullición de la fracción e) bajo las condiciones de presión. La temperatura preferente de los vapores asciende a 200 – 300°C.

Etapa 5

5 A continuación se describe más detalladamente como el agua de la cola de elaboración por destilación de la fracción acuosa se somete a una evaporación por expansión, y el agua purificada producida se devuelve al proceso para la obtención de isoforona.

10 El agua residual producida en la cola de la columna de aguas residuales (corriente f) se puede enfriar y desechar. No obstante, el agua residual f) se alimenta a una evaporación por expansión, y por consiguiente se separa adicionalmente. Los vapores g) de la etapa de evaporación por expansión, que están constituidos esencialmente por agua pura, se pueden condensar y devolver como agua al proceso, preferentemente a la reacción, por ejemplo, para la dilución del catalizador empleado (en el caso de catálisis homogénea). De este modo, la cantidad de agua residual se reduce de nuevo. La evaporación por expansión se puede llevar a cabo en una o varias etapas, continua o discontinuamente. La presión en la evaporación por expansión se sitúa en cualquier caso por debajo de la presión en la columna de aguas residuales. En el procedimiento según la invención es preferente la aplicación de una  
15 evaporación por expansión.

Todos los pasos de destilación y reacción en el proceso se pueden llevar a cabo en reactores o instalaciones con o sin elementos de inserción, como por ejemplo desflectores, elementos de inserción desordenados o cargas, elementos de inserción ordenados o empaquetaduras, platos con o sin circulación forzosa.

20 Todos los materiales metálicos en contacto con el producto, empleados para la reacción, y las instalaciones obtenidas a partir de los materiales metálicos, así como sus elementos de inserción, deben ser estables frente a lejías. En este caso, en dependencia del riesgo existen diversos requisitos de estabilidad. Para las estabildades son significativas no solo las propiedades químicas y/o mecánicas, sino también los métodos de producción que se aplican y las medidas de valoración durante el ensayo.

25 Para los materiales metálicos se hace referencia en parte a la hoja informativa AD 2000 HP 0 edición 11.2008 (fundamentos generales para diseño, obtención, y ensayos vinculados a los mismos) y DIN EN 10020 edición 07.2000 (determinación de concepto para clasificación de aceros). Los grupos de materiales aquí citados se mencionan para precisar las denominaciones (por ejemplo „acero austenítico inoxidable“). En tanto sea razonable técnicamente, son válidas las informaciones para todas las variantes de materiales disponibles técnicamente (por ejemplo variantes de forjadura, variantes de laminado y variantes de colada) con estabilidad comparable frente a  
30 corrosión por lejía.

a) Para componentes que soportan presión y en contacto con el producto se puede aplicar cualquier material apropiado según el estado de la técnica, como por ejemplo:

\* aceros estables al calor (por ejemplo subgrupo de materiales 5.1 a 5.4 y 6.1 a 6.4 según AD 2000 HP 0),

\* aceros austeníticos inoxidables (por ejemplo subgrupo de materiales 8.1 a 8.2 según AD 2000 HP 0),

35 \* aceros austeníticos inoxidables exentos de ferrita (por ejemplo subgrupo de materiales 8.1 a 8.2 según AD 2000 HP 0),

\* aceros ferríticos-austeníticos inoxidables (por ejemplo subgrupo de materiales 10.1 a 10.2 según AD 2000 HP 0),

\* níquel y aleaciones de níquel (por ejemplo subgrupo de materiales 41 a 46 según AD 2000 HP 0).

40 También se pueden aplicar combinaciones de los materiales citados anteriormente. En este caso, la selección de materiales no está limitada a la elección citada, y comprende también variantes equivalentes o de valor superior desde el punto de vista técnico de corrosión. Son preferentes materiales que se distinguen por una estabilidad técnica frente a lejías según el estado de la técnica, bajo consideración de condiciones de empleo y riesgos. No es posible prescindir de tratamientos térmicos si de este modo se modifica la estabilidad técnica frente a lejías de  
45 manera inadmisibile.

b) Para componentes que no soportan presión y no en contacto con el producto se puede aplicar cualquier material apropiado según el estado de la técnica, como por ejemplo:

\* todos los materiales citados en a),

\* aceros sin aleación (por ejemplo subgrupo de materiales 1.1 a 1.2 según AD 2000 HP 0),

5 \* aceros sin aleación y otros aceros aleados (por ejemplo según DIN EN 10020).

También se pueden aplicar combinaciones de los materiales citados anteriormente. En este caso, la selección de materiales no está limitada a la elección citada, y comprende también variantes equivalentes o de valor superior desde el punto de vista técnico de corrosión. Son preferentes materiales que se distinguen por una estabilidad suficiente frente a lejías según el estado de la técnica, bajo consideración de condiciones de empleo y riesgos. Para componentes que no soportan presión se pueden aceptar, en caso dado, estabilidades temporales en dependencia del riesgo. No es posible prescindir de tratamientos térmicos si de este modo se modifica la estabilidad técnica frente a lejías de manera inadmisiblemente.

10 c) Las propiedades de los materiales se modifican mediante procedimientos de producción apropiados, que se describen a continuación según las denominaciones citadas en DIN 8580 edición 09.2003 (procedimiento de producción – conceptos, clasificación). Los siguientes procedimientos de producción se pueden aplicar, por ejemplo, para la elaboración de materiales metálicos:

\* conformado primario (por ejemplo moldeo),

\* remodelación (por ejemplo remodelación en frío y remodelación en caliente),

20 \* separación (por ejemplo mecanización con arranque de virutas con corte de geometría determinada y mecanización con arranque de virutas con corte de geometría indeterminada),

\* ensamblaje (soldadura por fusión),

\* revestimiento (por ejemplo revestimiento a partir de estado líquido, inmersión en fusión, plaqueado, inyección térmica, sinterizado, revestimiento galvánico, revestimiento químico y revestimiento a partir de estado gaseoso y de vapor),

25 \* procedimientos de producción que modifican las propiedades materiales (solidificación mediante remodelación, como por ejemplo forjatura, laminado, radiación; tratamientos térmicos, como por ejemplo endurecimiento, recocido de recristalización, recocido de eliminación de tensiones, recocido de normalización; tratamientos termomecánicos, como por ejemplo la combinación de tratamiento térmico y tratamiento de remodelación; sinterizado y cochura).

30 También se pueden aplicar combinaciones de los procedimientos de producción citados anteriormente. En este caso, la selección de los procedimientos de producción no está limitada a la citada selección. Son preferentes procedimientos que garantizan, según el estado de la técnica, la estabilidad en lejía de los respectivos materiales e instalaciones.

35 d) A modo de ejemplo, se pueden aplicar los siguientes ensayos en instalaciones y elementos de inserción, así como especialmente en sus uniones por soldadura:

\* ensayo de polvo magnético MT,

\* ensayo de penetración PT,

\* ensayo de irradiación RT,

\* ensayo ultrasónico UT,

40 \* ensayo de separación VT,

\* ensayo de dureza HT,

\* análisis de aleación.

5 También son posibles combinaciones de los procedimientos de ensayo citados anteriormente. En este caso, la elección de procedimientos de ensayo no está limitada a la selección citada. Son preferentes procedimientos de ensayo y bases de valoración que, según el estado de la técnica, contribuyen a garantizar la estabilidad en lejía necesaria de los respectivos componentes

#### **Ejemplo comparativo, no según la invención:**

10 Se elabora por destilación una disolución esencialmente acuosa con una fracción orgánica (isoforona, acetona, así como otros productos de bajo punto de ebullición y productos de condensación superiores) de < 5 % en peso para separar la fracción orgánica de la fase acuosa. La temperatura de los vapores se sitúa en este caso entre 200 y 300°C, y la presión en la columna de aguas residuales se sitúa en el intervalo de 20-60 bar. Los vapores de la cabeza de la columna de aguas residuales se alimentan en este caso a una columna de hidrólisis. En este caso, en el intervalo de aproximadamente 5 horas se llega a una fuerte formación de espuma en la columna de aguas residuales, que impide una medida reproducible del nivel de carga, y por consiguiente imposibilita también un régimen constante. Solo mediante intervención manual permanente con ayuda de magnitudes auxiliares (1. Medida de temperatura en la cola de la columna y 2. Medida de presión diferencial), y por consiguiente con un gasto de regulación elevado, es posible accionar la columna adicionalmente. La consecuencia de ello consiste en que la separación no se puede efectuar de manera óptima. En un caso extremo se puede llegar a que la columna de aguas residuales funcione en seco ( => impedimento de transferencia de calor), o bien que la columna rebose y, por consiguiente, no se pueda llevar a cabo la hidrólisis en la columna de hidrólisis de manera óptima. Por lo tanto, con tal régimen no se consigue el rendimiento máximo, y no se puede trabajar en el óptimo económico y ecológico de manera permanente.

#### **Ejemplo, según la invención:**

25 Se elabora por destilación una disolución esencialmente acuosa con una fracción orgánica (isoforona, acetona, así como otros productos de bajo punto de ebullición y productos de condensación superiores) de < 5 % en peso para separar la fracción orgánica de la fase acuosa. La temperatura de los vapores se sitúa en este caso entre 200 y 300°C, y la presión en la columna (columna de de aguas residuales) se sitúa en el intervalo de 20-60 bar. Los vapores de la cabeza de la columna de aguas residuales se alimentan en este caso a una columna de hidrólisis. A la columna de aguas residuales se añade una disolución acuosa de un polieterpoliol como antiespumante, de modo que la cantidad total de polieterpoliol en la columna de aguas residuales asciende a un 0,01 % en peso. Mediante la adición de polieterpoliol se impide casi completamente la formación de espuma, y por consiguiente la columna de aguas residuales se puede accionar automáticamente por medio de la medida de nivel, no es necesaria una intervención manual. Por lo tanto, el procedimiento de separación en la columna de aguas residuales es opcional, y se puede trabajar en el óptimo económico y ecológico de manera permanente.

35 Comparación con el procedimiento no correspondiente a la invención según el ejemplo comparativo: aproximadamente un 1-2 % en peso menos de pérdida sobre las aguas residuales. Referido a 1 tonelada de producción de isoforona, esto significa aproximadamente 10-20 kg de aumento de producción de isoforona y una minimización de la carga orgánica de las aguas residuales.

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Procedimiento para la obtención de isoforona mediante
1. condensaciones aldólicas catalizadas con acetona como educto,
  2. elaboración del producto de reacción,
- 5 3. hidrólisis de la corriente de sustancias de valor y separación en una fracción orgánica y una fracción acuosa, obtención de isoforona a partir de la fracción orgánica,
4. elaboración por destilación de la fracción acuosa en presencia de al menos un antiespumante y conducción subsiguiente de los vapores de la cabeza de la instalación de elaboración por destilación a la instalación de hidrólisis,
- 10 caracterizado porque como antiespumante se emplean polieterpolioles.
- 2.- Procedimiento para la obtención de isoforona según la reivindicación 1, caracterizado porque
5. el agua de la cola de elaboración por destilación de la fracción acuosa se somete a una evaporación por expansión, y el agua purificada producida se devuelve al proceso para la obtención de isoforona.
- 15 3.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque como antiespumante se emplean aceites minerales, aceites naturales, alcoholes superiores, polioles, polieterpolioles, siliconas, o cualquier mezcla de los citados componentes.
- 4.- Procedimiento para la obtención de isoforona, caracterizado porque se emplea una mezcla acuosa de al menos un antiespumante.
- 20 5.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se emplea una mezcla acuosa de al menos un polieterpoliol.
- 6.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque está contenido un 0,00005 a un 0,5 % en peso de antiespumante, referido a la sustancia química, es decir, al antiespumante, en la columna de aguas residuales de la etapa 4, preferentemente < 0,1 % en peso, de modo especialmente preferente < 0,01 % en peso.
- 25 7.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se efectúa la adición de al menos un antiespumante a la alimentación de una columna de aguas residuales de elaboración por destilación de la fracción acuosa.
- 30 8.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el antiespumante se añade a la alimentación de la columna de aguas residuales, de modo que la cantidad total de antiespumante asciende a < 0,5 % en peso, preferentemente < 0,1 % en peso, de modo especialmente preferente < 0,01 % en peso en la columna de aguas residuales, referido a la sustancia química, es decir, al antiespumante.
- 35 9.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes 1-8, caracterizado porque la puesta en práctica de la reacción en la etapa 1 se efectúa en la fase líquida, haciéndose reaccionar la acetona mediante reacción catalítica a temperaturas en el intervalo de 100 a 250°C, preferentemente 150 a 250°C, de modo especialmente preferente 180 a 250°C, y un intervalo de presión de 5 a 50 bar, preferentemente 10 a 50 bar, de modo especialmente preferente de 20 a 50 bar, para dar isoforona, pudiéndose combinar entre sí a voluntad los valores indicados.
- 40 10.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la puesta en práctica de la reacción en la etapa 1 se efectúa en la fase gaseosa, haciéndose reaccionar la acetona mediante reacción catalítica a temperaturas en el intervalo de 100 a 400°C, preferentemente 200 a 400°C, para dar isoforona.
- 11.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes 1-8, caracterizado porque la puesta en práctica de la reacción en la etapa 1 se efectúa en el intervalo supercrítico,

haciéndose reaccionar la acetona mediante reacción catalítica a temperaturas en el intervalo de 250 a 350°C, y un intervalo de presión de 50 a 200 bar, para dar isoforona.

5 12.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 1 se emplea un catalizador homogéneo o heterogéneo, preferentemente un catalizador homogéneo.

13.- Procedimiento para la obtención de isoforona según la reivindicación 9, caracterizado porque la reacción se efectúa en la fase líquida con un catalizador homogéneo.

10 14.- Procedimiento para la obtención de isoforona según la reivindicación 13, caracterizado porque se emplean cantidades de álcali de < 1 % en peso, preferentemente de < 0,2 % en peso como catalizador, preferentemente NaOH en cantidades de un 0,015 a un 0,05 % en peso.

15 15.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la reacción en la etapa 1 se lleva a cabo en reactores seleccionados a partir de reactores tubulares, calderas de agitación, cascadas de calderas de agitación, reactores de lecho fijo, columnas de destilación reactivas, reactores microestructurados, columnas de burbujas con circulación en bucles, o en combinaciones de estos reactores.

16.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la reacción en la etapa 1 se lleva a cabo en columnas de destilación reactivas, reactores tubulares o reactores de lecho fijo, de modo especialmente preferente en un reactor tubular.

20 17.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque tras puesta en práctica de la reacción se elabora la mezcla de reacción en la etapa 2, y se separa los componentes aislados, llevándose a cabo la separación completa o parcialmente.

25 18.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 2 se lleva a cabo la separación de fracciones aisladas mediante métodos de separación, como destilación, evaporación por expansión, cristalización, extracción, sorción, permeación, separación de fases o combinaciones de los citados, continuamente o por cargas, en una o varias etapas, preferentemente mediante destilación en una o varias instalaciones.

30 19.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 2 la destilación se lleva a cabo por separado de la síntesis de isoforona, o tiene lugar en una instalación de reacción, preferentemente mediante una destilación reactiva, preferentemente en una columna de destilación reactiva.

20.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 2 se lleva a cabo la separación por separado de la síntesis de isoforona, mediante una destilación reactiva, preferentemente en una columna de destilación reactiva con una extracción de corriente lateral.

35 21.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 2 se efectúa la separación en tres fracciones:

a) una fracción constituida por acetona no transformada, agua y productos de bajo punto de ebullición, que se condensa y se devuelve a la reacción en el reactor a continuación;

40 b) una fracción en la que se concentran en especial sustancias colorantes, purificándose adicionalmente esta fracción, y devolviéndose al proceso las sustancias de valor contenidas;

c) una fracción constituida por isoforona, productos más altamente condensados, agua y catalizador, llamada corriente de sustancias de valor, sometiéndose esta fracción a una hidrólisis a continuación.

45 22.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la fracción a) se extrae como corriente de vapores, que contiene esencialmente acetona, agua y productos de bajo punto de ebullición, esencialmente alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, se condensa y se alimenta de nuevo al reactor con las sustancias de empleo acetona, agua y catalizador.

- 23.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la fracción b) se extrae como corriente lateral de una columna de destilación, preferentemente una columna de destilación reactiva.
- 5 24.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la purificación de la fracción b) se efectúa mediante una combinación de neutralización o extracción, y subsiguiente destilación en una columna de destilación reactiva.
- 25.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la fase elaborada de la fracción b) con los productos de valor de isoforona, productos de punto de ebullición elevado, y en caso dado catalizador, se conduce a la hidrólisis.
- 10 26.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se devuelve a la reacción otra fase de la fracción b) obtenida, constituida por productos de valor, que contiene esencialmente acetona, alcohol diacetónico y óxido de mesitilo.
- 15 27.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 3 se somete la corriente de sustancias de valor, preferentemente la fracción c), a una hidrólisis, en la que los productos secundarios se transforman parcial o completamente en isoforona, acetona, y otros productos de valor.
- 28.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la hidrólisis se lleva a cabo en una columna de destilación reactiva, en la que los productos de bajo punto de ebullición formados, que contienen esencialmente acetona, alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, se eliminan directamente de la zona de hidrólisis, y se devuelven a la reacción.
- 20 29.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la hidrólisis de la fracción c) se lleva a cabo en una instalación, mediante una destilación reactiva, preferentemente en una columna de destilación reactiva, efectuándose simultáneamente la separación de la mezcla de reacción en las fracciones a) a c), de modo que los productos formados se separan simultáneamente de modo correspondiente, y la fracción c) se hidroliza.
- 25 30.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 3 se efectúa la hidrólisis de la corriente de sustancias de valor, preferentemente la fracción c), a una concentración de agua en la hidrólisis de un 0,1 – 99,9 % en peso, preferentemente un 30 – 90 % en peso.
- 30 31.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 3 se efectúa la hidrólisis de la corriente de sustancias de valor, preferentemente la fracción c), a concentraciones de catalizador de un 0,001 – 10 % en peso, de modo especialmente preferente de un 0,05 – 1 % en peso.
- 35 32.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 3 se lleva a cabo la hidrólisis de la corriente de sustancias de valor, preferentemente la fracción c), a una presión en el reactor de hidrólisis de 1 – 200 bar, preferentemente 20 – 60 bar, de modo especialmente preferente a una presión que domina también en el paso de síntesis de isoforona (reacción).
- 40 33.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 3 se lleva a cabo la hidrólisis de la corriente de sustancias de valor, preferentemente la fracción c), a una temperatura de 100 – 300°C, preferentemente 210 – 260°C.
- 45 34.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 3 se lleva a cabo la hidrólisis de la corriente de sustancias de valor, preferentemente la fracción c), en una columna de destilación reactiva, ajustándose una temperatura o un gradiente de temperatura que corresponde a las temperaturas de ebullición en la cola y en las etapas de separación o reacción aisladas.
- 35.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 3 se somete la fracción elaborada de la corriente de sustancias de valor, preferentemente la fracción c), a una separación de fases, en una fracción esencialmente orgánica, preferentemente la fracción d), y una fracción esencialmente acuosa, preferentemente la fracción e).

- 36.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 3 se efectúa la purificación de la fracción orgánica, preferentemente la fracción d), mediante destilación, de modo especialmente preferente una combinación de neutralización o extracción, y siguiente destilación.
- 5 37.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 4 se alimenta la fracción acuosa, preferentemente la fracción e), a una purificación de aguas residuales, llevándose a cabo la purificación de aguas residuales preferentemente en una o varias columnas de destilación.
- 10 38.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la presión en la purificación de aguas residuales en la etapa 4 asciende a 1 – 200 bar, preferentemente 20 – 60 bar, en la columna de aguas residuales.
- 15 39.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 4 se trabaja en la columna de aguas residuales a la presión de sistema que se ajusta en el sistema total columna de hidrólisis/aguas residuales, preferentemente si los vapores de la columna de aguas residuales se conducen directamente a la pieza de hidrólisis de la columna de destilación reactiva.
- 40.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 5 la presión en la evaporación por expansión se sitúa por debajo de la presión en la columna de aguas residuales.
- 20 41.- Procedimiento para la obtención de isoforona según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la etapa 5 los vapores g) de la etapa de evaporación por expansión, que están constituidos esencialmente por agua pura, se condensan y se devuelven a la reacción como agua.