

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 620 578**

51 Int. Cl.:

**C07C 29/50** (2006.01)  
**C07C 45/00** (2006.01)  
**C07C 45/33** (2006.01)  
**C07C 45/82** (2006.01)  
**C07C 35/205** (2006.01)  
**C07C 49/413** (2006.01)  
**C07D 225/02** (2006.01)  
**C07C 29/80** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.11.2013 E 13194557 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.01.2017 EP 2743247**

54 Título: **Tratamiento de una mezcla de CDON y CDOL mediante una secuencia de columnas con descarga lateral**

30 Prioridad:  
**17.12.2012 DE 102012223370**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**29.06.2017**

73 Titular/es:  
**EVONIK INDUSTRIES AG (100.0%)  
Rellinghauser Strasse 1-11  
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:  
**CAMERETTI, LUCA;  
DEMICOLI, DANIEL y  
MEIER, RALF**

74 Agente/Representante:  
**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**Observaciones:**

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 620 578 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

Tratamiento de una mezcla de CDON y CDOL mediante una secuencia de columnas con descarga lateral

5 El invento se refiere a un procedimiento para la separación de una fracción rica en ciclododecanona desde una mezcla de deshidrogenación que contiene compuestos que hierven a baja temperatura, ciclododecanona, compuestos que hierven a mediana temperatura, ciclododecanol y compuestos que hierven a alta temperatura.

El nombre butadieno se utiliza seguidamente como abreviatura de la sustancia 1,3-butadieno N° de CAS 106-99-0.

10 El nombre CDT se utiliza seguidamente como abreviatura de la sustancia 1,5,9 ciclododecatrieno, N° de CAS 4904-61-4.

El nombre CDEN se utiliza seguidamente como abreviatura de la sustancia ciclododeceno, N° de CAS 1501-82-2.

15 El nombre CDAN se utiliza seguidamente como abreviatura de la sustancia ciclododecano, N° de CAS 294-62-2.

El nombre CDON se utiliza seguidamente como abreviatura de la sustancia ciclododecanona, N° de CAS 830-13-7.

El nombre CDOL se utiliza seguidamente como abreviatura de la sustancia ciclododecanol, N° de CAS 1724-39-6.

20 El nombre CDOL c.t. representa a un CDOL de calidad técnica y designa a una mezcla que contiene de 75 a 85 % en peso de CDOL y de 10 a 20 % en peso de CDON.

El nombre oxima se utiliza seguidamente como abreviatura de la oxima de la CDON, N° de CAS 9466-89-4.

Lauro lactama es el nombre trivial de la azaciclotridecan-2-ona, N° de CAS 947-04-6.

25 La lauro lactama es la sustancia de partida para la preparación del material sintético de alto rendimiento poliamida 12. La lauro lactama es obtenible a la escala industrial a través de la siguiente ruta: El butadieno que resulta al tratar un petróleo es convertido químicamente en el CDT mediante una ciclotrimerización catalítica. Por hidrogenación del CDT resulta el CDAN. La oxidación del CDAN con oxígeno (del aire) proporciona una mezcla de CDOL y CDON. Esta mezcla es sometida a una deshidrogenación, que convierte al CDOL contenido en la mezcla en CDON. Resulta una mezcla de deshidrogenación, que contiene principalmente CDON. Junto a esto, la mezcla de deshidrogenación comprende CDOL no convertido químicamente y otros componentes. Una CDON muy pura es separada a partir de la mezcla de deshidrogenación. La CDON muy pura es sometida a oximación para formar su oxima. La oxima es convertida químicamente a continuación, con ácido sulfúrico, en la lauro lactama.

30

35 Todo el proceso ha sido descrito con otras identificaciones en la cita de Oenbrink, G. y Schiffer, T. 2009. "Ciclododecanol, ciclododecanona y lauro lactama". Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. DOI: 10.1002/14356007.a08\_201.pub2.

El invento se ocupa del tratamiento de una mezcla de deshidrogenación que contiene CDON y CDOL, con la meta de obtener a partir de ella una CDON muy pura.

40 La mezcla de deshidrogenación, que resulta siguiendo la ruta más arriba descrita, contiene, junto a CDON y CDOL, otros componentes en forma de compuestos que hierven a baja temperatura, de compuestos que hierven a mediana temperatura y de compuestos que hierven a alta temperatura.

45 Los "compuestos que hierven a baja temperatura", en el sentido de este invento, son unas sustancias o mezclas de sustancias que tienen, en las mismas condiciones de presión, un punto de ebullición más bajo que el de la CDON y, por lo tanto, al realizar la separación por destilación de una mezcla de compuestos que hierven a baja temperatura y de CDON se enriquecerán en el material destilado. Los esenciales compuestos que hierven a baja temperatura son en este contexto: ciclododeceno (CDEN), ciclododecano (CDAN), dodecanal y epóxido de dodecano. El epóxido de dodecano está situado en el límite de la definición, dada más arriba, de los compuestos que hierven a baja temperatura, puesto que su punto de ebullición, de aproximadamente 150°C a 40 mbar, corresponde prácticamente al de la CDON y por lo tanto él no puede ser separado de una manera rentable desde la CDON. En unas cantidades más pequeñas (más pequeñas que 100 ppm) se presentan además los compuestos que hierven a baja temperatura, ácido acético y decano, pero éstos apenas son relevantes para las misiones de separación.

50

Los "compuestos que hierven a mediana temperatura", en el sentido de este invento, son unas sustancias o mezclas de sustancias que tienen, en las mismas condiciones de presión, un punto de ebullición más alto que el de la CDON y un punto de ebullición más bajo que el del CDOL y, por lo tanto, al realizar la separación por destilación de una mezcla de CDON, de compuestos que hierven a mediana temperatura y de CDOL, se enriquecen en el centro de la

columna. Un compuesto que hierve a mediana temperatura es en este contexto particularmente el dodecan-1-ol. Con la fracción de los compuestos que hierven a mediana temperatura se asocian otras sustancias orgánicas, que hasta ahora no pudieron ser caracterizadas con exactitud.

5 Los "compuestos que hierven a alta temperatura" en el sentido de este invento son unas sustancias o mezclas de sustancias que, en las mismas condiciones de presión, tienen un punto de ebullición más alto que el del CDOL y, por lo tanto, al realizar la separación por destilación de una mezcla de compuestos que hierven a alta temperatura y de CDOL, permanecen en el residuo. El límite para los compuestos que hierven a alta temperatura está situado en aproximadamente 180°C a una presión de 46 mbar. A los compuestos que hierven a alta temperatura pertenece particularmente el ciclododecanodiol. Además de ello, la fracción de los compuestos que hierven a alta temperatura  
10 contiene otras sustancias orgánicas, que hasta ahora no pudieron ser caracterizadas con mayor detalle.

15 La deshidrogenación de CDOL para formar CDON se ha descrito en los documentos de patentes alemanas DE1568317 así como DE1248650. En tales casos, se describen unas mezclas de deshidrogenación que contienen 74 a 89 % en peso de CDON y 25,9 a 21,8 % en peso de CDOL. La proporción restante de la mezcla de deshidrogenación producida corresponde a compuestos que hierven a baja temperatura y a compuestos que hierven a mediana temperatura. El tratamiento de la mezcla de deshidrogenación no se ha descrito adicionalmente.

A partir de la solicitud de patente japonesa JP05-000977A se conoce un procedimiento para la preparación de un CDOL muy puro a partir de una mezcla de CDON y CDOL. Durante el tratamiento de la mezcla por destilación se añade una pequeña proporción de componentes alcalinos a la mezcla que se ha de separar.

20 La oxidación del CDAN en una mezcla de oxidación que contiene CDAN y CDOL se ha descrito en el documento de patente británica GB930842. Las subsiguientes etapas de tratamiento no se reproducen.

En el documento DE2031782 se ha descrito un procedimiento para la preparación selectiva de CDON, en el que se oxida CDAN, con el fin de obtener una mezcla de CDON y CDOL. La mezcla es tratada por destilación, pero sin ninguna descripción más detallada del proceso de destilación.

25 El documento DE 102005048250 A1 describe un procedimiento para la purificación de una composición que contiene CDON. El procedimiento abarca, entre otras operaciones, la purificación por destilación.

La CDON utilizada para la preparación de lauro lactama debería presentarse en una forma lo más pura que sea posible, puesto que ciertos componentes acompañantes dañan persistentemente al polímero en la poliamida 12. Estos componentes secundarios se forman particularmente durante la oxidación del CDAN y también durante la deshidrogenación del CDOL.

30 En lo que respecta a este estado de la técnica, una misión del invento es indicar un procedimiento para el tratamiento de una mezcla que contiene compuestos que hierven a baja temperatura, CDON, compuestos que hierven a mediana temperatura, CDOL y compuestos que hierven a alta temperatura, en el que se obtenga una fracción diana que se componga de una CDON lo más pura que sea posible.

35 El problema planteado por esta misión se resuelve mediante un procedimiento con las características de la reivindicación 1.

Es objeto del invento por consiguiente un procedimiento para la separación de una fracción diana rica en ciclododecanona a partir de una mezcla de deshidrogenación que contiene compuestos que hierven a baja temperatura, ciclododecanona, compuestos que hierven a mediana temperatura, ciclododecanol y compuestos que hierven a alta temperatura, el cual tiene las siguientes etapas:

- 40 a) poner a disposición la mezcla de deshidrogenación;
- b) separar por destilación los compuestos que hierven a baja temperatura a partir de la mezcla de deshidrogenación mediando obtención de una primera mezcla que comprende ciclododecanona, compuestos que hierven a mediana temperatura, ciclododecanol y compuestos que hierven a alta temperatura;
- 45 c) alimentar la primera mezcla en una columna primaria con descarga lateral;
- d) descargar una primera fracción rica en ciclododecanona desde la cabeza de la columna primaria con descarga lateral;

- 5
- e) descargar una primera fracción que contiene ciclododecanol y compuestos que hierven a alta temperatura desde el sumidero de la columna primaria con descarga lateral;
  - f) descargar una segunda mezcla que comprende ciclododecanona, ciclododecanol y compuestos que hierven a mediana temperatura desde la salida lateral de la columna primaria con descarga lateral,
  - g) alimentar la segunda mezcla en una columna secundaria con descarga lateral;
  - h) descargar una segunda fracción rica en ciclododecanona desde la cabeza de la columna secundaria con descarga lateral;
  - 10 i) descargar una segunda fracción que contiene ciclododecanol y compuestos que hierven a alta temperatura desde el sumidero de la columna secundaria con descarga lateral;
  - j) descargar una tercera mezcla que contiene ciclododecanona, ciclododecanol y compuestos que hierven a mediana temperatura desde la salida lateral de la columna secundaria con descarga lateral,
  - 15 k) reunir la primera fracción rica en ciclododecanona y la segunda fracción rica en ciclododecanona mediando obtención de la fracción diana rica en ciclododecanona,

La idea fundamental del presente invento es la utilización de una secuencia de dos columnas con descarga lateral conectadas una tras de otra, siendo alimentada la corriente lateral de la columna primaria con descarga lateral en la columna secundaria con descarga lateral. Desde la cabeza de ambas columnas con descarga lateral es descargada en cada caso una fracción rica en CDON, cuyas fracciones se reúnen para formar una fracción diana, que esencialmente constituye CDON pura. Los perturbadores compuestos que hierven a mediana temperatura son descargados por la parte lateral. A través del sumidero son separados el CDOL y los compuestos que hierven a alta temperatura.

En una forma de realización preferida del invento, la segunda mezcla es descargada en estado líquido desde la columna primaria con descarga lateral, y es incorporada en estado líquido en la columna secundaria con descarga lateral.

Con el fin de asegurarse de que abandonen la salida lateral de la columna primaria con descarga lateral exclusivamente unas sustancias líquidas, la salida lateral debería estar dispuesta junto a un colector de líquidos en la columna primaria con descarga lateral. Los colectores de líquidos son conocidos comúnmente en la técnica de destilación y sirven en primer término para reunir el líquido que corre hacia abajo desde un lecho de empaquetadura o de material a granel y entregarlo a un distribuidor de líquido, que distribuye el líquido uniformemente sobre un lecho situado debajo. En la columna secundaria con descarga lateral, la segunda mezcla es alimentada en estado líquido como una fracción de alimentación (denominada Feed). Por consiguiente, se intercambia preferiblemente una corriente de sustancias exclusivamente líquidas entre las dos partes de la columna.

En una forma de realización muy especialmente preferida del invento, la conexión se coloca entre las dos columnas con descarga lateral de manera tal que la segunda mezcla es descargada en el plano de separación de la columna primaria con descarga lateral, en el que es máxima la concentración de líquido de los compuestos que hierven a mediana temperatura en la columna primaria con descarga lateral, y que la segunda mezcla es alimentada en un plano de separación de la columna secundaria con descarga lateral, en el que la composición de la segunda mezcla corresponde esencialmente a la composición de la fase líquida en este plano de separación de la columna primaria con descarga lateral.

Esto significa que en la columna primaria con descarga lateral, los compuestos que hierven a mediana temperatura se aumentan de concentración en unos pocos tantos por ciento, se derivan en el vientre de concentración y esta corriente es alimentada de nuevo en la columna secundaria. La columna secundaria se puede hacer funcionar entonces con una relación de reflujo aumentada, de manera tal que los compuestos que hierven a mediana temperatura se pueden aumentar de concentración a unos altos valores hasta de un 40 % y sacar en la corriente lateral secundaria.

Las dos fracciones de sumidero, que contienen ciclododecanol y compuestos que hierven a alta temperatura, de las columnas primaria y secundaria con descarga lateral se reúnen preferiblemente y se aportan a una etapa de destilación que separa, por lo menos parcialmente, a los compuestos que hierven a alta temperatura. En el caso de esta etapa de destilación se trata preferiblemente de una columna separadora preliminar que está dispuesta entre la oxidación de CDAN y la deshidrogenación de CDOL.

De manera preferida, ambas columnas con descarga lateral se hacen trabajar en vacío; por lo tanto a una presión situada por debajo de 1 bar absoluto. Particularmente, la presión en ambas columnas con descarga lateral debería estar situada en ambas columnas con descarga lateral por debajo de 50 mbar absolutos.

Se aconseja generar la depresión en las columnas con descarga lateral con un equipo de vacío común.

- 5 Preferiblemente, el procedimiento sirve para tratar una mezcla de deshidrogenación, que tiene la siguiente composición, que se completa hasta 100 %:

Compuestos que hierven a baja temperatura (LB):	1 a 8 % en peso, preferiblemente 3 % en peso;
Ciclododecanona (CDON):	60 a 90 % en peso, preferiblemente 70 % en peso;
Compuestos que hierven a mediana temperatura (MB):	0 a 1,5 % en peso, preferiblemente 1 % en peso;
Ciclododecanol (CDOL):	10 a 40 % en peso, preferiblemente 24 % en peso;
Compuestos que hierven a alta temperatura (HB):	0,1 a 2,5 % en peso, preferiblemente 2 % en peso.

- 10 El procedimiento sirve preferiblemente para obtener una fracción diana, que tiene un grado de pureza especialmente alto. Conforme al invento, la fracción diana debería tener un contenido de CDON de por lo menos 98 % en peso, preferiblemente se pretende incluso un contenido de CDON de 99,5 %. Por lo demás, las fracciones ricas en ciclododecanona, descargadas por la cabeza de las columnas con descarga lateral, deberían estar lo más exentas que sea posible de CDOL, compuestos que hierven a alta temperatura y compuestos que hierven a mediana temperatura. Las fracciones descargadas por el sumidero de las columnas con descarga lateral, por el contrario, deberían estar lo más exentas que sea posible de CDON.

- 15 Siempre y cuando que el procedimiento conforme al invento se emplee en el contexto de un procedimiento para la preparación de lauro lactama, la etapa de trabajo "puesta a disposición de la mezcla de deshidrogenación" comprende las siguientes etapas parciales:

- l) oxidar ciclododecano con oxígeno mediando obtención de una mezcla de oxidación que contiene compuestos que hierven a baja temperatura, ciclododecanona, compuestos que hierven a mediana temperatura, ciclododecanol y compuestos que hierven a alta temperatura;
- 20 m) separar por destilación una fracción rica en ciclododecanol desde la mezcla de oxidación, que está empobrecida en lo que se refiere a compuestos que hierven a alta temperatura;
- n) deshidrogenar una fracción rica en ciclododecanol mediando obtención de la mezcla de deshidrogenación.

- 25 Siempre y cuando que el procedimiento conforme al invento sea parte de un procedimiento de preparación de lauro lactama, se recomienda devolver la fracción de sumidero de ambas columnas con descarga lateral en la etapa m) llevada a cabo en una columna separadora preliminar. Las fracciones de sumidero contienen, en efecto, en una gran parte, CDOL, que de este modo se hace accesible de nuevo al proceso de deshidrogenación y puede ser convertido químicamente de nuevo en CDON. Los compuestos que hierven a alta temperatura se aumentan de concentración hasta llegar a una concentración límite y son conducidos con ésta en el circuito. Los compuestos que  
30 hierven a alta temperatura, incorporados en el proceso de nuevas a través de la oxidación, abandonan el proceso de nuevo a través del sumidero de la columna separadora preliminar y a través de la salida lateral secundaria.

- 35 El producto de cabezas reunido de las columnas con descarga lateral constituye una CDON muy pura, que es apropiada sobresalientemente para ser oximada y luego transformada ulteriormente en lauro lactama. La mezcla suministrada a través de la salida lateral secundaria puede ser aprovechada ya sea materialmente o bien térmicamente. Preferiblemente, ella se aprovecha materialmente, recogiendo la mezcla y separándola mediante una destilación discontinua. La meta es en tal caso obtener las proporciones remanentes de CDON. En el caso de que esto no signifique un gasto injustificable desde un punto de vista económico, la tercera mezcla suministrada a través de la salida lateral secundaria también puede ser quemada. El calor sensible puede eventualmente todavía ser consumido.

- 40 Otras características ventajosas del invento se desprenden de la descripción y de los Ejemplos.

El invento se debe de explicar seguidamente de una manera más detallada con ayuda de unos Ejemplos de realización.

Con este objetivo muestran:

La Figura 1: Un esquema de flujos del procedimiento

La Figura 2: Un detalle de las columnas con descarga lateral con perfiles de concentración

5 Todo el proceso de tratamiento se representa en la Figura 1. Él comienza en una etapa de oxidación 1, en la que el CDAN es oxidado con oxígeno. En tal caso resulta una mezcla de oxidación 2, que contiene compuestos que hierven a baja temperatura LB, CDON, compuestos que hierven a mediana temperatura MB, CDOL y compuestos que hierven a alta temperatura HB. En virtud del mecanismo de reacción, el contenido de CDON dentro de la mezcla de oxidación 2 es manifiestamente más pequeño que el de CDOL. Típicamente, una tal mezcla de oxidación 2 contiene aproximadamente 15 % en peso de CDON y aproximadamente 70 % en peso de CDOL.

10 La mezcla de oxidación 2 es alimentada en una columna separadora preliminar 3. La función de ésta columna separadora preliminar 3 consiste en dejar salir una gran proporción de los compuestos que hierven a alta temperatura HB. Esto se realiza a través del sumidero. A través de la cabeza de la columna separadora preliminar 3 es descargado un CDOL c.t.. El CDOL c.t. contiene aproximadamente 84 % en peso de CDOL y 13 % en peso de CDON. El CDOL c.t. constituye un producto de venta por separado y eventualmente se puede dejar salir desde el proceso a través de un ramal 4.

15 Para la preparación de lauro lactama, el CDOL c.t. se somete a una deshidrogenación 5. En tal caso se deshidrogena CDOL para dar CDON, de manera tal que se invierte la proporción de estas dos sustancias. La mezcla de deshidrogenación O descargada desde la etapa de deshidrogenación 5 tiene típicamente la siguiente composición, que se completa hasta 100 %:

20	Compuestos que hierven a baja temperatura (LB):	1 a 8 % en peso, preferiblemente 3 % en peso;
	Ciclododecanona (CDON):	60 a 90 % en peso, preferiblemente 70 % en peso;
	Compuestos que hierven a mediana temperatura (MB):	0 a 1,5 % en peso, preferiblemente 1 % en peso;
	Ciclododecanol (CDOL):	10 a 40 % en peso, preferiblemente 24 % en peso;
	Compuestos que hierven a alta temperatura (HB):	0,1 a 2,5 % en peso, preferiblemente 2 % en peso.

25 La mezcla de deshidrogenación O es alimentada seguidamente a una columna 6 para compuestos que hierven a baja temperatura. La finalidad de la columna 6 para compuestos que hierven a baja temperatura es separar por destilación desde la mezcla de deshidrogenación O, a través de la cabeza, los compuestos que hierven a baja temperatura LB, de manera tal que en el sumidero de la columna 6 para compuestos que hierven a baja temperatura resulta una primera mezcla ABC1, que comprende CDON, compuestos que hierven a mediana temperatura MB, CDOL y compuestos que hierven a alta temperatura HB. Los compuestos que hierven a baja temperatura son preferiblemente separados por completo en esta etapa. La particularidad del producto de sumidero ABC1 consiste en que su contenido de compuestos que hierven a mediana temperatura MB es extremadamente pequeño, a saber sólo de aproximadamente 1 % en peso. Por lo demás, la mezcla ABC1 se compone esencialmente de CDON, CDOL y compuestos que hierven a alta temperatura HB. Una típica composición, que se completa hasta 100 %, de la mezcla ABC1 es la siguiente:

30	Compuestos que hierven a baja temperatura (LB):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0 % en peso;
	Ciclododecanona (CDON):	60 a 90 % en peso, preferiblemente 70 % en peso;
	Compuestos que hierven a mediana temperatura (MB):	0 a 2 % en peso, preferiblemente 1 % en peso;
	Ciclododecanol (CDOL):	10 a 40 % en peso, preferiblemente 26 % en peso;
	Compuestos que hierven a alta temperatura (HB):	0.1 a 3 % en peso, preferiblemente 3 % en peso.

35 La mezcla ABC1 es alimentada luego a una columna primaria con descarga lateral 7. Desde la cabeza de la columna primaria con descarga lateral 7 es descargada una fracción A1 rica en CDON. Preferiblemente la proporción de CDON en la fracción A1 es por lo menos de 95 % en peso. Idealmente, el producto de cabezas A1 está exento de CDOL, compuestos que hierven a mediana temperatura MB y compuestos que hierven a alta temperatura HB, lo cual en la práctica no se puede realizar con un gasto económicamente justificable. Sin embargo, se puede conseguir una pureza de > 99 % en peso.

Una típica composición, que se completa hasta 100 %, de la mezcla A1 es la siguiente:

40

## ES 2 620 578 T3

Compuestos que hierven a baja temperatura (LB):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0 % en peso;
Ciclododecanona (CDON):	95 a 100 % en peso, preferiblemente 99,5 % en peso;
Compuestos que hierven a mediana temperatura (MB):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0.25 % en peso;
Ciclododecanol (CDOL):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0.25 % en peso;
Compuestos que hierven a alta temperatura (HB):	0 a 0,5 % en peso, preferiblemente 0 % en peso.

Por el sumidero de la columna primaria con descarga lateral 7 es descargada una primera fracción C1 que contiene CDOL y compuestos que hierven a alta temperatura HB. Idealmente, ésta está exenta de compuestos que hierven a mediana temperatura MB y CDON.

Una típica composición, que se completa hasta 100 %, de la mezcla C1 es la siguiente:

Compuestos que hierven a baja temperatura (LB):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0 % en peso;
Ciclododecanona (CDON):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0 % en peso;
Compuestos que hierven a mediana temperatura (MB):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0.2 % en peso;
Ciclododecanol (CDOL):	85 a 95 % en peso, preferiblemente 90 % en peso;
Compuestos que hierven a alta temperatura (HB):	5 a 15 % en peso, preferiblemente 9.8 % en peso.

- 5 Desde la salida lateral de la columna primaria con descarga lateral 7 es descargada una segunda mezcla ABC2. La ABC2 tiene la siguiente composición, que se completa hasta 100 %:

Ciclododecanona (CDON):	30 a 50 % en peso, preferiblemente 43 % en peso;
Compuestos que hierven a mediana temperatura (MB):	0 a 20 % en peso, preferiblemente 18 % en peso;
Ciclododecanol (CDOL):	30 a 50 % en peso, preferiblemente 38.4 en peso;
Compuestos que hierven a alta temperatura (HB):	0.1 a 2 % en peso, preferiblemente 0.6 % en peso.

- 10 La mezcla ABC2 es descargada en forma líquida desde la columna primaria con descarga lateral 7. Con esta finalidad, la salida lateral está dispuesta junto a un colector de líquido (no representado). La salida lateral se encuentra en el plano de separación, en el que es máxima la concentración de los compuestos que hierven a mediana temperatura en la columna primaria con descarga lateral 7. Unos detalles acerca de ello se explicarán todavía con ayuda de la Figura 2.

- 15 La segunda mezcla ABC2 es alimentada en estado líquido en una columna secundaria con descarga lateral 8. Esto se efectúa en el plano de separación, en el que la composición de la fase líquida dentro de la columna secundaria con descarga lateral 8 corresponde esencialmente a la de la mezcla ABC2. Ciertos detalles acerca de ello se explicaran todavía con ayuda de la Figura 2.

- 20 Desde la cabeza de la columna secundaria con descarga lateral 8 es descargada una segunda fracción A2 rica en CDON. Preferiblemente, la proporción de CDON en la fracción A2 es por lo menos de 97 % en peso. Idealmente, el producto de cabezas A2 está exento de CDOL, compuestos que hierven a mediana temperatura MB y compuestos que hierven a alta temperatura HB, lo cual en la práctica no se puede realizar con un gasto económicamente justificable. Sin embargo se puede conseguir una pureza de > 99 % en peso.

Una típica composición, que se completa hasta 100 %, de la mezcla A2 es la siguiente:

Compuestos que hierven a baja temperatura (LB):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0 % en peso;
Ciclododecanona (CDON):	97 a 100 % en peso, preferiblemente 99.9 % en peso;
Compuestos que hierven a mediana temperatura (MB):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0.05 % en peso;
Ciclododecanol (CDOL):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0.05 % en peso;
Compuestos que hierven a alta temperatura (HB):	0 a 0,5 % en peso, preferiblemente 0 % en peso.

- 25 Por el sumidero de la columna secundaria con descarga lateral 8 es descargada una segunda fracción C2 que contiene CDOL y compuestos que hierven a alta temperatura HB. Idealmente, ésta está exenta de compuestos que hierven a mediana temperatura MB y CDON.

Una típica composición, que se completa hasta 100 %, de la mezcla C2 es la siguiente:

Compuestos que hierven a baja temperatura (LB):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0 % en peso;
Ciclododecanona (CDON):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0 % en peso;
Compuestos que hierven a mediana temperatura (MB):	0 a 1 % en peso, preferiblemente 0.2 % en peso;
Ciclododecanol (CDOL):	85 a 95 % en peso, preferiblemente 90 % en peso;
Compuestos que hierven a alta temperatura (HB):	5 a 15 % en peso, preferiblemente 9,8 % en peso.

5 A través de la salida lateral de la columna secundaria con descarga lateral 8, es descargada una tercera mezcla ABC3 rica en compuestos que hierven a mediana temperatura. Ésta contiene esencialmente CDON, CDOL y compuestos que hierven a mediana temperatura. Los compuestos que hierven a mediana temperatura MB constituyen en tal caso la mayor proporción de la mezcla lateral ABC3. La proporción de los productos valiosos CDON y CDOL es más pequeña. La corriente de sustancias ABC3, sacada desde la salida lateral de la columna secundaria con descarga lateral 8, tiene típicamente la siguiente composición, que se completa hasta 100 %:

Ciclododecanona (CDON):	20 a 50 % en peso, preferiblemente 35 % en peso;
Compuestos que hierven a mediana temperatura (MB):	0 a 60 % en peso, preferiblemente % en peso;
Ciclododecanol (CDOL):	10 a 50 % en peso, preferiblemente % en peso;
Compuestos que hierven a alta temperatura (HB):	0 a 2 % en peso, preferiblemente 1 % en peso.

10 La mezcla ABC3, descargada a través de la salida lateral de la columna secundaria con descarga lateral 8, puede ser aprovechada ya sea materialmente o bien térmicamente. Se prefiere un aprovechamiento material, que consiste en recoger la ABC3 y someterla a una destilación discontinua. De esta manera, a partir de la ABC3 se recupera la valiosa CDON. Alternativamente, la ABC3 se puede quemar. En lo posible, previamente se debería capturar el calor sensible llevado por la ABC3.

15 Los dos productos de cabezas A1 y A2 son reunidos para dar una fracción A, que constituye una CDON casi pura. Esta mezcla de CDON muy pura, que es apropiada para la preparación de lauro lactama, constituye la fracción diana del proceso. La fracción diana A se compone en por lo menos un 98 % en peso de CDON, preferiblemente incluso en un 99,5 % en peso de CDON.

20 Los dos productos de sumidero C1 y C2 son reunidos para dar una fracción C, que contiene esencialmente CDOL y compuestos que hierven a alta temperatura HB. La fracción de sumidero C reunida es reciclada y conducida, en común con la mezcla de oxidación 2, a la columna separadora preliminar 3. De esta manera el CDOL no convertido químicamente es aportado de nuevo a la deshidrogenación 5. Los compuestos que hierven a alta temperatura HB devueltos se concentran en el proceso en una determinada medida. Los compuestos que hierven a alta temperatura HB llevados hasta aquí recientemente desde la oxidación 1 son separados a través del sumidero de la columna  
25 separadora preliminar 3, de manera tal que se ajusta un estado estacionario en lo que se refiere a la concentración de compuestos que hierven a alta temperatura.

La construcción esquemática de las dos columnas con descarga lateral 7, 8, conectadas una tras de otra, se representa más detalladamente en la Figura 2.

30 En primer lugar hay que mencionar que en ambas columnas 7,8 puede montarse un gran número de construcciones internas de por sí conocidas, tales como por ejemplo empaquetaduras o cuerpos de relleno de la entidad Sulzer o la entidad Montz. La finalidad de las construcciones internas es conseguir un número lo más grande que sea posible de etapas teóricas de separación. Preferiblemente, las dos columnas 7, 8 disponen de los siguientes números de etapas teóricas de separación:

35	Columna primaria con descarga lateral 7:	75 etapas teóricas de separación
	Columna secundaria con descarga lateral 8:	75 etapas teóricas de separación

Por lo demás se pueden prever en ambas columnas 7,8 diferentes colectores y distribuidores de líquido, ejecutados constructivamente de una manera usual en la técnica.

40 Una característica esencial de la secuencia de ambas columnas con descarga lateral 7,8 es la conexión 9, que une a la salida lateral de la columna primaria con descarga lateral 7 con la entrada en la columna secundaria con descarga lateral 8. En el caso de la conexión 9 se trata de una conducción para líquidos, que para la producción de una circulación a través de conducción está provista de una bomba de circulación no representada. Mediante la conexión 9 los compuestos líquidos que hierven a mediana temperatura son transferidos desde su máximo de concentración en la columna primaria con descarga lateral 7 hasta la columna secundaria con descarga lateral 8. Con el fin de

asegurarse de que a través de la conexión 9 se intercambien exclusivamente materiales líquidos, la conexión 9 nace de un colector de líquido en la columna primaria con descarga lateral 7. El colector de líquido está montado en un plano de separación, en el que la concentración de líquido de los compuestos que hierven a mediana temperatura tiene un valor máximo. La conexión 9 nace por consiguiente en el plano de separación de la columna primaria con descarga lateral 7, en el que es máxima la concentración de líquido en los compuestos que hierven a mediana temperatura en esta columna 7. La conexión 9 desemboca en el plano de separación de la columna secundaria con descarga lateral 7, en el que la composición de la fase líquida corresponde lo más que sea posible a la de la mezcla líquida ABC2, sacada de la columna primaria con descarga lateral 7. Esto significa que, en la columna primaria con descarga lateral 7, los compuestos que hierven a mediana temperatura, aumentados de concentración en unos pocos tantos por ciento, son derivados en el vientre de concentración y esta corriente ABC2 es cargada a través de la conexión 9 de la columna secundaria con descarga lateral 8. Los sitios de descarga y alimentación de la conexión 9 se escogen de un modo correspondiente a las relaciones de concentración y no deben de estar situados en el mismo plano.

En el caso del número mencionado de etapas teóricas de separación, los sitios de alimentación y descarga de las mezclas ABC1, ABC2 y ABC3 están dispuestos preferiblemente en las siguientes etapas de separación de la correspondiente columna (contados desde arriba):

	ABC 1	ABC 2	ABC 3
Alimentación:	35	60	-
Descarga:	-	65	55

Desde las cabezas de las dos columnas con descarga lateral 7, 8 es descargado en cada caso un producto de cabezas gaseoso A1, A2, que contiene casi exclusivamente CDON. Como es usual en los casos de las columnas de destilación, junto a la salida de la cabeza están previstos en cada caso un condensador 10, 11 y un reflujo de la cabeza 12, 13. Un sistema de vacío común 14 constituye en las dos columnas con descarga lateral 7, 8 una depresión de aproximadamente 40 mbar absolutos.

La relación de reflujo  $v$  se escoge, en las condiciones expuestas, de la siguiente manera:

Columna primaria con descarga lateral 7:	$v = 4,3$
Columna secundaria con descarga lateral 8:	$v = 3,5$

Junto a los sumideros de las dos columnas con descarga lateral 7, 8 es descargada en cada caso una fracción líquida C1, C2, que contiene predominantemente CDOL así como compuestos que hierven a alta temperatura. Como es usual en los casos de las columnas de destilación, en el presente caso está previsto un calentador de sumidero / evaporador 15, 16 con el correspondiente reflujo de sumidero 17, 18.

En la Figura 2 se dibujan también los perfiles de concentración von CDON (línea continua, fracción A), de CDOL (línea de trazos, fracción C) y de compuestos que hierven a mediana temperatura (línea de puntos y rayas, fracción B). La conexión 9 está dispuesta de una manera tal que ella nace en el plano de separación de la columna primaria 7, en el que es máxima la concentración de líquido en los compuestos que hierven a mediana temperatura. La conexión desemboca en el plano de separación de la columna secundaria con descarga lateral 8, en el que la composición de la fase líquida corresponde lo más que sea posible a la de mezcla líquida ABC2 sacada de la columna primaria. Esto significa que en la columna primaria, los compuestos que hierven a mediana temperatura se aumentan de concentración en unos pocos tantos por ciento, son derivados en el vientre de concentración y esta corriente es alimentada a través de la conexión 9 en la columna secundaria. De esta manera, en la columna primaria la mezcla ABC1 es separada de tal manera que se obtienen CDON como material destilado puro y CDOL como compuesto que hierve a alta temperatura. Los compuestos que hierven a mediana temperatura forman dentro de la columna primaria un vientre de concentración. En el sitio con el máximo de concentración se saca una corriente parcial de compuestos líquidos que hierven a mediana temperatura y a través de la conexión 9 se transfiere a la columna secundaria. Allí se lleva a cabo con un reflujo aumentado de nuevo una nítida separación de CDON y CDOL. En este caso los compuestos que hierven a mediana temperatura se aumentan fuertemente de concentración dentro de la columna secundaria y se pueden evacuar a través de la corriente lateral ABC3.

**Lista de signos de referencia**

1	Oxidación
2	Mezcla de oxidación
3	Columna separadora preliminar
4	Ramal
5	Deshidrogenación
6	Columna para compuestos que hierven a baja temperatura
7	Columna primaria con descarga lateral
8	Columna secundaria con descarga lateral
9	Conexión
10	Condensador de la columna primaria con descarga lateral
11	Condensador de la columna secundaria con descarga lateral
12	Reflujo de cabeza de la columna primaria con descarga lateral
13	Reflujo de cabeza de la columna secundaria con descarga lateral
14	Sistema de vacío
15	Calentador de sumidero / evaporador de la columna primaria con descarga lateral
16	Calentador de sumidero / evaporador de la columna secundaria con descarga lateral
17	Reflujo de sumidero de la columna primaria con descarga lateral
18	Reflujo de sumidero de la columna secundaria con descarga lateral
O	Mezcla de deshidrogenación
A	Fracción diana
A1	Producto de cabezas de la columna primaria con descarga lateral
A2	Producto de cabezas de la columna secundaria con descarga lateral
C	Fracción que contiene CDON/compuestos que hierven a alta temperatura
C1	Producto de sumidero de la columna primaria con descarga lateral
C2	Producto de sumidero de la columna secundaria con descarga lateral
ABC1	Primera mezcla (alimentación de la columna primaria con descarga lateral)
ABC2	Segunda mezcla (salida lateral primaria)
ABC3	Tercera mezcla (salida lateral secundaria)

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento para la separación de una fracción diana (A) rica en ciclododecanona a partir de una mezcla de deshidrogenación O que contiene compuestos que hierven a baja temperatura (LB), ciclododecanona (CDON), compuestos que hierven a mediana temperatura (MB), ciclododecanol (CDOL) y compuestos que hierven a alta temperatura (HB) **caracterizado por** las siguientes etapas:
- a) poner a disposición la mezcla de deshidrogenación (O);
- 10 b) separar por destilación los compuestos que hierven a baja temperatura (LB) a partir de la mezcla de deshidrogenación (O) mediando obtención de una primera mezcla (ABC1) que comprende ciclododecanona (CDON), compuestos que hierven a mediana temperatura (MB), ciclododecanol (CDOL) y compuestos que hierven a alta temperatura (HB);
- c) alimentar la primera mezcla (ABC1) en una columna primaria con descarga lateral (7);
- 15 d) descargar una primera fracción (A1) rica en ciclododecanona desde la cabeza de la columna primaria con descarga lateral (7);
- e) descargar una primera fracción (C1) que contiene ciclododecanol (CDOL) y compuestos que hierven a alta temperatura (HB) desde el sumidero de la columna primaria con descarga lateral (7);
- f) descargar una segunda mezcla (ABC2) que comprende ciclododecanona (CDON), ciclododecanol (CDOL) y compuestos que hierven a mediana temperatura (MB) desde la salida lateral de la columna primaria con  
20 descarga lateral (7);
- g) alimentar la segunda mezcla (ABC2) en una columna secundaria con descarga lateral (8);
- h) descargar una segunda fracción (A2) rica en ciclododecanona desde la cabeza de la columna secundaria con descarga lateral (8);
- 25 i) descargar una segunda fracción (C2) que contiene ciclododecanol (CDOL) y compuestos que hierven a alta temperatura (HB) desde el sumidero de la columna secundaria con descarga lateral (8);
- j) descargar una tercera mezcla (ABC3) que comprende ciclododecanona (CDON), ciclododecanol (CDOL) y compuestos que hierven a mediana temperatura (MB) desde la salida lateral de la columna secundaria con  
30 descarga lateral (8);
- k) reunir la primera fracción (A1) rica en ciclododecanona y la segunda fracción (A2) rica en ciclododecanona mediando obtención de la fracción diana (A) rica en ciclododecanona.
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que la segunda mezcla (ABC2) es descargada en estado líquido desde la columna primaria con descarga lateral y es incorporada en estado líquido en la columna secundaria con descarga lateral.
- 35 3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado por que la segunda mezcla (ABC2) es descargada en el plano de separación de la columna primaria con descarga lateral, en el que es máxima la concentración de líquido de los compuestos que hierven a mediana temperatura (MB) en la columna primaria lateral y por que la segunda mezcla (ABC2) es alimentada luego en un plano de separación de la columna secundaria con descarga lateral, en el que la composición de la segunda mezcla (ABC2) corresponde esencialmente a la composición de la fase líquida en este plano de separación de la columna primaria con descarga lateral.
- 40 4. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado por que la primera fracción (C1) que contiene ciclododecanol (CDOL) y compuestos que hierven a alta temperatura (HB) y la segunda fracción (C2) que contiene ciclododecanol (CDOL) y compuestos que hierven a alta temperatura (HB) son aportadas reunidas a una etapa de destilación que separa por lo menos parcialmente a los compuestos que hierven a alta temperatura.

5. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado por que ambas columnas con descarga lateral se hacen funcionar a una presión situada por debajo de 1 bar absoluto, particularmente por debajo de 50 mbar absolutos.
- 5 6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado por que la depresión en las columnas con descarga lateral es producida por un equipo de vacío común.
7. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 6, caracterizado por que la mezcla de deshidrogenación (O) tiene la siguiente composición, que se completa hasta 100 %:
- |  |   |
|--|---|
| Compuestos que hierven a baja temperatura (LB):    | 1 a 8 % en peso, preferiblemente 3 % en peso;     |
| Ciclododecanona (CDON):                            | 60 a 90 % en peso, preferiblemente 70 % en peso;  |
| Compuestos que hierven a mediana temperatura (MB): | 0 a 1,5 % en peso, preferiblemente 1 % en peso;   |
| Ciclododecanol (CDOL):                             | 10 a 40 % en peso, preferiblemente 24 % en peso;  |
| Compuestos que hierven a alta temperatura (HB):    | 0,1 a 2,5 % en peso, preferiblemente 2 % en peso. |
- 10 8. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 7, caracterizado por que la fracción diana (A) rica en ciclododecanona tiene un contenido de ciclododecanona (CDON) de por lo menos 98 % en peso, de manera preferida de 99,5 % en peso, y/o por que la fracción diana (A) rica en ciclododecanona está exenta de ciclododecanol (CDOL), de compuestos que hierven a alta temperatura (HB) y de compuestos que hierven a mediana temperatura (MB).
- 15 9. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 8, caracterizado por que las fracciones (C1, C2) que contienen ciclododecanol (CDOL) y compuestos que hierven a alta temperatura (HB) están en cada caso exentas de ciclododecanona (CDON).
10. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 9, caracterizado por que la puesta a disposición de la mezcla de deshidrogenación (O) comprende las siguientes etapas:
- 20 l) oxidar ciclododecano (CDAN) con oxígeno mediando obtención de una mezcla de oxidación (2) que contiene compuestos que hierven a baja temperatura (LB), ciclododecanona (CDON), compuestos que hierven a mediana temperatura (MB), ciclododecanol (CDOL) y compuestos que hierven a alta temperatura (HB);
- 25 m) separar por destilación una fracción rica en ciclododecanol (CDOL c.t.) desde la mezcla de oxidación (2), que se ha empobrecido en lo que se refiere a compuestos que hierven a alta temperatura (HB);
- n) deshidrogenar la fracción rica en ciclododecanol (CDOL c.t.) mediando obtención de la mezcla de deshidrogenación (O).
11. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, caracterizado por que las fracciones (C1, C2) que contienen ciclododecanol (CDOL) y compuestos que hierven a alta temperatura (HB) son devueltas a la etapa m).
- 30 12. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 11, caracterizado por que la fracción diana (A) rica en ciclododecanona es transformada ulteriormente en lauro lactama y/o porque la tercera mezcla (ABCC) es aprovechada de modo térmico o material.



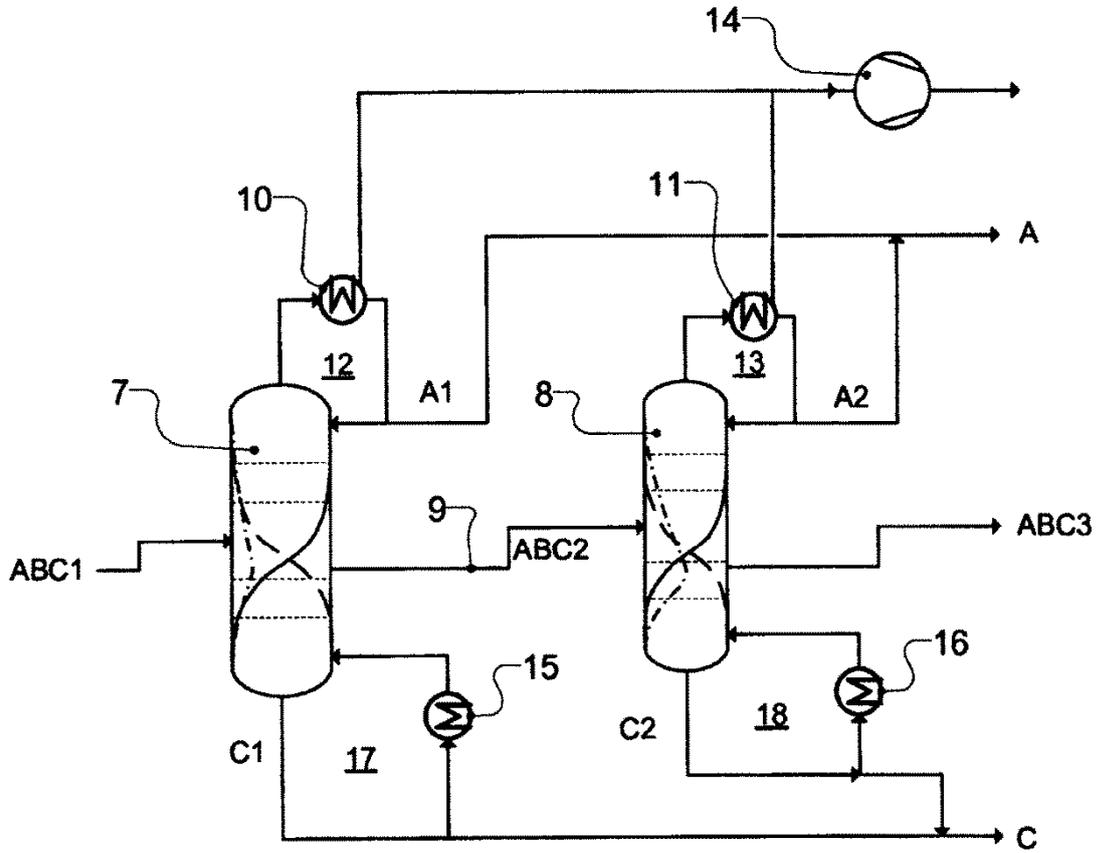


Fig. 2