



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 359 476**

51 Int. Cl.:
B01J 37/30 (2006.01)
B01J 38/74 (2006.01)
B01J 49/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08770035 .7**
96 Fecha de presentación : **03.06.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2158040**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **03.03.2010**

54 Título: **Preparación de catalizador para la producción de bisfenoles.**

30 Prioridad: **14.06.2007 US 934579 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
23.05.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
23.05.2011

73 Titular/es: **DOW GLOBAL TECHNOLOGIES Inc.**
2040 Dow Center
Midland, Michigan 48674, US
DOW GLOBAL TECHNOLOGIES L.L.C.

72 Inventor/es: **Young, Thomas, C. y**
Brooks, David, R.

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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

Preparación de catalizador para la producción de bisfenoles

Antecedentes de la invención

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar un catalizador de resina de intercambio iónico por neutralización parcial del catalizador con un promotor en un recipiente o un reactor. Los catalizadores pueden ser útiles para producir bisfenoles (por ejemplo, bisfenol-A).

Descripción de los antecedentes y técnica relacionada

- 10 El bisfenol-A, en general, se produce por reacción de fenol y acetona usando un catalizador de resina de intercambio iónico (por ejemplo, un catalizador de resina de intercambio catiónico) que se ha neutralizado parcialmente con un promotor (por ejemplo, un promotor de aminomercaptano).

- 15 La neutralización parcial (por ejemplo, menos del 100% de neutralización) del catalizador de resina de intercambio iónico, en algunas ocasiones denominada "promoción", se puede llevar a cabo mediante la adición lenta del promotor a un recipiente o reactor bien agitado que contenga el catalizador de resina de intercambio iónico y un fluido (por ejemplo agua) para distribuir de forma uniforme el promotor en todo el recipiente o reactor. No obstante, muchas plantas de producción de bisfenol-A no tienen un recipiente bien agitado para este propósito. En su lugar, se usan diversas técnicas para añadir el promotor al catalizador de resina de intercambio iónico en un reactor de lecho de catalizador fijo inmediatamente antes de usar el reactor para la producción de bisfenol-A. El promotor se une de forma típica al catalizador de resina de intercambio iónico en un reactor de lecho de catalizador fijo mediante una
- 20 realización de neutralización ácido-base o mediante un procedimiento de intercambio iónico si el promotor es introducido en forma de una sal en lugar de en forma de una base. Puesto que tanto la reacción de neutralización ácido-base como el procedimiento de intercambio iónico tienen lugar de forma muy rápida, resulta difícil obtener una distribución homogénea y uniforme del promotor en todo el lecho de catalizador fijo usando estos procedimientos.

- 25 El documento GB 1 539 463 describe una neutralización parcial de un catalizador de resina de intercambio iónico con un promotor de mercaptoamina haciendo pasar una solución de la mercaptoamina (o la sal de la mercaptoamina) a través de un reactor de lecho de catalizador fijo y posteriormente haciendo pasar agua a través del lecho de catalizador fijo en dirección de flujo descendente durante un período de tiempo suficiente para distribuir la mercaptoamina en todo el lecho de catalizador. El documento GB 1 539 463 no describe los caudales, tasas de adición de promotor o concentraciones de ácido en el agua necesarios para proporcionar una distribución del
- 30 promotor rápida y uniforme.

- 35 El documento JP 06-296871 describe un procedimiento para llenar un reactor con un catalizador para fabricar bisfenol-A que incluye (i) una etapa de llenado del reactor con un catalizador de resina no modificada con objeto de formar una capa de relleno de catalizador de resina no modificada en el reactor, y (ii) una etapa para preparar el catalizador de resina permitiendo que parte del catalizador de resina no modificada reaccione con una solución de fenol con sal de amonio que contiene azufre en un agua acidificada. El documento JP 06-296871 no expone la recirculación del fluido acidificado de vuelta al reactor. En cambio, el documento JP 06-296871 expone la "expulsión" del agua del reactor después de que el agua ha pasado a través de la capa de catalizador de resina. Por tanto, el documento JP 06-296871 divulga un procedimiento de promoción de un paso.

- 40 El documento WO 2001-094014 describe una promoción de un catalizador en un reactor. La promoción se consigue haciendo pasar una solución de un promotor, un ácido y agua a través del reactor. La solución contiene una cetona en el agua.

Los documentos WO 2000-053315 y WO 2005-042154 describen inyectar burbujas de aire o de gas inerte en la parte inferior o en los laterales de un reactor para mezclar un lecho de catalizador mientras se introduce un promotor en el reactor o después de haber añadido el promotor al reactor.

- 45 El documento WO 2005-021155 describe una promoción de un reactor haciendo circular una solución de un promotor y un ácido en agua a través del reactor hasta que se "obtiene un equilibrio". Los requisitos del equilibrio no quedan claramente definidos en el documento WO 2005-021155.

El documento WO 2005-102520 describe el uso de un promotor, recuperado de aguas residuales de una planta de bisfenol, para promover un lecho de catalizador.

- 50 La patente de Estados Unidos nº 3.394.089 describe la adición de mercaptoalquilaminas en una forma no neutralizada o salina a una suspensión acuosa agitada de catalizador de resina de intercambio iónico para obtener un catalizador distribuido uniformemente y parcialmente neutralizado.

La patente de Estados Unidos nº 6.723.881 describe el uso de un recipiente agitado separado para la adición de un promotor a un catalizador, seguido por la transferencia del catalizador a un reactor de lecho fijo.

En resumen, la técnica anterior no proporciona condiciones bajo las cuales se pueda obtener una distribución rápida y uniforme de un promotor en un catalizador de resina de intercambio iónico. Los procedimientos divulgados en la técnica anterior darían como resultado el uso de equipo adicional, tiempo de producción más largo y/o mayores costes de producción.

- 5 Por tanto, existe una necesidad en la industria de un procedimiento mejorado para preparar un catalizador de resina de intercambio iónico que proporcione una distribución uniforme de un promotor en un lecho de catalizador de resina de intercambio iónico de una forma rápida y sin un recipiente de mezcla separado o la adición de gases como se describe en la técnica anterior.

Sumario de la invención

- 10 La presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de un catalizador de resina de intercambio iónico. El procedimiento comprende (a) llenar parcialmente un recipiente con un catalizador de resina de intercambio iónico para formar un lecho de catalizador de resina de intercambio iónico en el recipiente, (b) introducir un líquido en el recipiente, (c) recircular el líquido a través del lecho de catalizador de resina de intercambio iónico en una dirección de flujo ascendente, (d) introducir un promotor en el fluido recirculante y (e) mantener el fluido recirculante a una velocidad suficiente para conseguir al menos una expansión del lecho de catalizador del 5 por ciento y distribuir uniformemente el promotor en todo el lecho de catalizador de resina de intercambio iónico.

El fluido en el recipiente se mantiene a una velocidad suficiente para conseguir al menos aproximadamente 5% de expansión del lecho de catalizador. De este modo, se puede conseguir rápidamente una distribución uniforme del promotor.

- 20 El recipiente se rellena al 50% a 95% con el catalizador, antes de que se introduzca el fluido en el recipiente. A continuación, se puede introducir el promotor en el recipiente en una cantidad suficiente para neutralizar parcialmente el catalizador de resina de intercambio iónico.

Descripción detallada de la invención

- 25 En la siguiente descripción detallada, las realizaciones específicas de la presente invención se describen en relación con sus realizaciones preferentes. Sin embargo, en la medida en que la siguiente descripción es específica para una realización particular o un uso particular de las presentes técnicas, se pretende ser meramente ilustrativo y únicamente proporcionar una descripción concisa de las realizaciones ejemplo. Por consiguiente, la presente invención no queda limitada a las realizaciones específicas mostradas a continuación, sino que al contrario; la invención incluye alternativas, modificaciones y equivalentes que están dentro del verdadero alcance de las reivindicaciones adjuntas.

- 30 La presente invención proporciona un procedimiento para preparar un catalizador de resina de intercambio iónico por neutralización parcial del catalizador con un promotor en un recipiente o reactor. El promotor se introduce en el recipiente o reactor, que está parcialmente lleno con el catalizador de resina de intercambio iónico para formar un lecho de catalizador de resina de intercambio iónico. Se introduce un fluido (por ejemplo, agua o agua acidificada) en el lecho de catalizador y se recircula a través del lecho de catalizador, preferentemente en una dirección de flujo ascendente. El fluido recirculante se mantiene a una velocidad suficiente para fluidizar al menos en parte el lecho de catalizador de resina de intercambio iónico y distribuir de forma uniforme el promotor en todo el lecho de catalizador.

- 35 Después de una cuidadosa investigación de los fenómenos fundamentales que rigen la dispersión del promotor en un lecho fijo de catalizador de resina de intercambio iónico, se encontró que el mecanismo principal de dispersión está directamente relacionado con el movimiento de las partículas de catalizador debido a la fluidización parcial del lecho fijo de catalizador. Sin limitar la invención a teoría alguna, se piensa que mantener una velocidad de flujo ascendente suficiente del fluido recirculante (1) proporciona expansión y al menos una fluidización parcial del lecho de catalizador y (2) promueve la adecuada mezcla de las partículas de catalizador en el promotor. Como resultado, las partículas de catalizador sobrepromovidas están en contacto íntimo con las partículas de catalizador subpromovidas. La acidificación adecuada del fluido (por ejemplo, agua) también puede mejorar la movilización del promotor (por ejemplo, se convierte en un promotor protonado en el agua acidificada) entre las partículas de catalizador adyacentes aumentando la eficiencia del intercambio de iones del promotor protonado entre las partículas de catalizador y el fluido.

- 40 Así, es importante distribuir el promotor en todo el lecho de catalizador recirculando el fluido y el promotor en una dirección de flujo ascendente, y mantener el fluido a una velocidad suficiente para fluidizar parcialmente el lecho de catalizador. Usando este procedimiento, se puede conseguir una distribución rápida y uniforme del promotor en todo el lecho de catalizador.

- 45 El catalizador de resina de intercambio iónico usado en la presente invención puede ser una resina de intercambio catiónico en una forma ácida. Preferentemente, la resina de intercambio catiónico usada en la presente invención tiene un grupo ácido sulfónico. Ejemplos de resina de intercambio catiónico incluyen una resina de copolímero de estireno sulfonado/divinilbenceno, resina de estireno reticulado sulfonado, resina de fenol-formaldehído-ácido sulfónico y resina de benceno-formaldehído-ácido sulfónico, y cualquiera de sus mezclas.

Ejemplos de catalizadores de resina de intercambio catiónico disponibles de forma comercial útiles en la presente invención incluyen los catalizadores DOWEX™ 50WX4, DOWEX™ 50WX2, DOWEX™ M-31, DOWEX™ MONOSPHERE M-31, DOWEX™ DR-2030 y DOWEX™ MONOSPHERE DR-2030, fabricados y comercializados por The Dow Chemical Company, y cualquiera de sus mezclas.

- 5 Otros ejemplos de catalizadores de resina de intercambio iónico disponibles útiles en la presente invención pueden incluir Diaion™ SK104, Diaion™ SK1B, Diaion™ PK208, Diaion™ PK212 y Diaion™ PK216 fabricadas por Mitsubishi Chemical Industries, Limited; Amberlyst™ -31, Amberlyst™ -121, Amberlyst™ -232 y Amberlyst™ -131 fabricadas por Rohm & Haas; T-38, T-66 y T-3825 fabricadas por Thermax; Lewatit™ K1131, Lewatit™ K1131S, Lewatit™ K1221, Lewatit™ K1261 y Lewatit™ SC104 fabricadas por Lanxess; Indion™ 140, Indion™ 130, Indion™ 180 e Indion™ 225 fabricadas por Ion Exchange India Limited; y Purolite™ CT-124, Purolite™ CT-222 y Purolite™ CT-122 fabricadas por Purolite, y cualquiera de sus mezclas.

- 15 El promotor usado en la presente invención puede ser cualquier promotor del tipo promotor ligado. "Promotor ligado" se refiere a un promotor que contiene al menos una funcionalidad básica, tal como un grupo amino, que "fija" el promotor sobre el catalizador por medio de una reacción ácido-base. Se distinguen de los promotores "libres" o "solubles" en que no tienen la funcionalidad básica. Este tipo de promotores libres o solubles normalmente están disueltos en un medio de reacción por condensación (por ejemplo, una mezcla de fenol, acetona y bisfenol) y se pueden usar como un fluido que se alimenta al recipiente o reactor durante la producción de bisfenol A.

- 20 Ejemplos de promotores adecuados útiles en la presente invención incluyen un aminoalcanotiol, un alquil-aminoalcanotiol, un dialquil-aminoalcanotiol, una tiazolidina, una mercaptoamina aromática, una mercaptoalquilamida, un piridinalcanotiol, una mercaptoalquil fenilpiridina, una N-alquil-N-mercaptoalquil-mercaptoalquilanilina, una dimercaptoalquil piridina, una mercaptoalquil-bencilamina, una aminotiofenol, un alquiltioéster de piridina, un alquilsulfuro de piridina, un aminotiol de imidizol, un alquiltioéster de imidizol, un alquilsulfuro de imidizol, un alquiltiol de ftalamidina, un alquiltioéster de ftalamidina, una poliazufre tioalquil piridina, una poliazufre tiopiridina, un poliazufre tiobenzotiazol, un poliazufre tioimidazol, un poliazufre tiobencimidazol o una de sus mezclas; u otro compuesto que contenga una o más funcionalidades tiol y/o sulfuro y una funcionalidad básica adecuada para la unión a la resina de intercambio catiónico por un enlace iónico. Ejemplos de una o más funcionalidades tiol y/o sulfuro incluyen funcionalidades de un R-S-R y un R-SH. También se pueden usar las formas de sal ácida de cualquiera de los promotores listados antes, tales como aminoetanotiol-HCl. Para algunos promotores, la forma de sal ácida se prefiere, puesto que es con frecuencia más estable en agua.

- 30 Más específicamente, ejemplos de aminoalcanotiol incluyen aminoetanotiol, aminopropanotiol, aminobutanotiol, aminopentanotiol, y cualquiera de sus mezclas o similares.

Ejemplos de alcanotiol de piridina incluyen 4-piridina metanotiol, 3-piridina metanotiol, 2-(4-piridil) etanotiol, 2-(2-piridil) etanotiol, 2-(3-piridil) etanotiol, 3-(4-piridil) propanotiol, 3-(3-piridil) propanotiol, 3-(4-piridil) propanotiol, 4-(4-piridil) butanotiol, 4-(3-piridil) butanotiol, 4-(2-piridil) butanotiol, y cualquiera de sus mezclas y similares.

- 35 Ejemplos de una tiazolidina incluyen 2,2-dimetiltiazolidina, 2-metil-2-feniltiazolidina, 3-metiltiazolidina, 2-metil-2-etiltiazolidina, 2,2-(pentametileno) tiazolidina, 2-metil-2-dodeciltiazolidina, 2-metil-2-carbetoximetiltiazolidina, 2,2,4,5-tetrametiltiazolidina, 2,2,3-trimetiltiazolidina, 2,2-dimetil-3-octiltiazolidina, 2-metil-2-etil-3-aminoetiltiazolidina, 2-ciclohexiltiazolidina, y cualquiera de sus mezclas y similares.

Ejemplos de un aminotiofenol incluyen 1,4-aminotiofenol, y cualquiera de sus mezclas y similares.

- 40 Ejemplos de un alquilaminoalcanotiol incluyen propilaminopropanotiol, propilaminobutanotiol, propilaminoetanotiol, y cualquiera de sus mezclas y similares.

Ejemplos de un dialquilaminoalcanotiol incluyen dimetilaminoetanotiol, etil ciclohexilaminobutanotiol, y cualquiera de sus mezclas y similares.

Ejemplos de una mercaptoalquilamida incluyen n-(2-mercaptoetil) propionamida o similares.

- 45 Ejemplos de una mercaptoalquil fenilpiridina incluyen 2-(4-mercapto metil fenil) piridina, 3-(4-mercapto metil fenil) piridina, 4-(4-mercapto metil fenil) piridina, 2-(3-mercapto metil fenil) piridina, 3-(3-mercapto metil fenil) piridina, 4-(3-mercapto metil fenil) piridina, 2-(2-mercapto metil fenil) piridina, 3-(2-mercapto metil fenil) piridina, 4-(2-mercapto metil fenil) piridina, 2-(4-(2-mercapto etil) fenil) piridina, 3-(4-(2-mercapto etil) fenil) piridina, 4-(4-(2-mercapto etil) fenil) piridina, 2-(3-(2-mercapto etil) fenil) piridina, 3-(3-(2-mercapto etil) fenil) piridina, 4-(3-(2-mercapto etil) fenil) piridina, 2-(2-(2-mercapto etil) fenil) piridina, 3-(2-(2-mercapto etil) fenil) piridina, 4-(2-(2-mercapto etil) fenil) piridina, y cualquiera de sus mezclas y similares.

- 55 Ejemplos de una N-alquil-n-mercaptoalquil-mercaptoalquilanilina incluyen n-(2-mercaptoetil)-4-(2-mercaptoetil)anilina, n-(2-mercaptoetil)-n-metil-4-(2-mercaptoetil)anilina, n-etil-n-(2-mercaptoetil)-4-(2-mercaptoetil)anilina, n-(2-mercaptopropil)-4-(2-mercaptoetil)anilina, n-(2-mercaptopropil)-n-metil-4-(2-mercaptoetil)anilina, n-etil-n-(2-mercaptopropil)-4-(2-mercaptoetil)anilina, n-(2-mercaptoetil)-4-(2-mercaptopropil)anilina, n-(2-mercaptoetil)-n-metil-4-(2-mercaptopropil)anilina, n-etil-n-(2-mercaptoetil)-4-(2-

mercaptopropil)anilina, n-(2-mercaptopropil)-4-(2-mercaptopropil)anilina, n-(2-mercaptopropil)-n-metil-4-(2-mercaptopropil)anilina, n-etil-n-(2-mercaptopropil)-4-(2-mercaptopropil)anilina, y cualquiera de sus mezclas y similares.

- 5 Ejemplos de una dimercaptoalquil piridina incluyen 3,5-di-(2-mercaptoetil)piridina, 2,5-di-(2-mercaptoetil)piridina, 2,6-di-(2-mercaptoetil)piridina, 3,5-di-(2-mercaptopropil)piridina, 2,5-di-(2-mercaptopropil)piridina, 2,6-di-(2-mercaptopropil)piridina, y cualquiera de sus mezclas y similares.

Ejemplos de un tioéster de alquilo incluyen 2-(2'-tioacetato etil) piridina, 4-(2'-tioacetato etil) piridina, alquil sulfuros de piridina 2-(2'-terc-butiltioetil) piridina, 4-(2'-terc-butiltioetil) piridina, y cualquiera de sus mezclas y similares.

Ejemplos de un alquiltiol de imidazol incluyen 2-mercaptoetilbencimidazol, o similares.

- 10 Ejemplos de un alquiltioéster de imidazol incluyen n,s-diacetil-2-mercaptoetilbencimidazol, o similares.

Ejemplos de un alquiltiol de ftalamidina incluyen n-(2'-mercaptoetil)-ftalimidina, o similares.

Ejemplos de un alquiltioéster de ftalamidina incluyen s-acetil-n-(2'-mercaptoetil)-ftalimidina, o similares.

- 15 Ejemplos de una poliazufre tioalquil piridina incluyen 2-(3'-terc-butiltiopropiltioetil) piridina, 4-(6'-terc-butiltiohexiltioetil) piridina, 4-(4'-terc-butiltiobutiltioetil) piridina, 4-(5'-terc-butiltiopentiltioetil) piridina, 4-(3'-terc-butiltiopropiltioetil) piridina, y cualquiera de sus mezclas y similares.

Ejemplos de una poliazufre tiopiridina incluyen 2-(6'-terc-butiltiohexiltio) piridina, 2-(4'-terc-butiltiobutiltio) piridina, 2-(5'-terc-butiltiopentiltio) piridina, 2-(3'-terc-butiltiopropiltio) piridina, 4-(3'-terc-butiltiopropiltio) piridina, y cualquiera de sus mezclas y similares.

- 20 Ejemplos de un poliazufre tio benzotiazol incluyen 2-(6'-terc-butiltiohexiltio) benzotiazol, 2-(5'-terc-butiltiopentiltio) benzotiazol, 2-(4'-terc-butiltiobutiltio) benzotiazol, 6-etoxi-2-(3'-terc-butiltiopropiltio) benzotiazol, 2-(3'-terc-butiltiopropiltio) benzotiazol, y cualquiera de sus mezclas y similares.

- 25 Ejemplos de un poliazufre tio imidazol y un tio bencimidazol incluyen 1-metil-2-(3'-terc-butiltiopropiltio) imidazol, 2-(6'-terc-butiltiohexiltio) bencimidazol, 2-(5'-terc-butiltiopentiltio) bencimidazol, 2-(4'-terc-butiltiobutiltio) bencimidazol, 2-(3'-terc-butiltiopropiltio) bencimidazol, hidrocloreto de 5-metil-2-(3'-terc-butiltiopropiltio) bencimidazol, y cualquiera de sus mezclas y similares.

Lo más preferentemente, el promotor útil en la presente invención puede ser uno de 2,2'-dimetiltiazolidina, aminoetanotiol y 4-piridina etanotiol o su isómero, y cualquiera de sus mezclas y similares.

- 30 El promotor se puede añadir al recipiente o reactor en una cantidad suficiente para neutralizar parcialmente el catalizador de resina de intercambio iónico. Neutralización parcial significa que una parte de los grupos ácidos en el catalizador de resina de intercambio iónico están neutralizados con el promotor. De preferencia, de aproximadamente 5% a aproximadamente 50% de los grupos ácidos están neutralizados. Más preferentemente, de aproximadamente 10% a aproximadamente 30% de los grupos ácidos están neutralizados.

- 35 El fluido usado en la presente invención puede ser agua, más preferentemente, agua acidificada. Se puede añadir cualquier ácido inorgánico u ácido orgánico al agua para formar el agua acidificada. El ácido inorgánico y orgánico puede incluir, por ejemplo, HCl, H₂SO₄, ácido fosfórico, ácidos alquilsulfónicos, ácidos sulfónicos aromáticos, ácido fórmico, ácido acético, ácido oxálico y cualquiera de sus combinaciones. El ácido fosfórico es un ejemplo preferente del ácido usado en la presente invención.

- 40 La concentración de ácido en el agua puede ser de aproximadamente 0,001 a aproximadamente 5 molar, de preferencia de aproximadamente 0,005 a aproximadamente 1 molar y, lo más preferentemente, de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,5 molar.

Además, la concentración molar del promotor en el agua acidificada alimentada al recipiente o reactor es preferentemente menor que la concentración molar del ácido en el agua, de modo que el grupo básico (por ejemplo, funcionalidad amino) en el promotor es neutralizado por el ácido en el agua antes que el promotor neutralizado entre en contacto con el catalizador de resina de intercambio iónico.

- 45 El promotor se une al catalizador de resina de intercambio iónico por una reacción de neutralización ácido-base o por un procedimiento de intercambio iónico. En ausencia de cualquier ácido en el fluido (por ejemplo, agua), el grupo básico en el promotor es neutralizado directamente por el grupo ácido en el catalizador de resina de intercambio iónico. Si se usa agua acidificada, el ácido en el agua neutraliza el grupo básico en el promotor y a continuación el promotor neutralizado (el promotor protonado) se une al catalizador por intercambio iónico.

- 50 Tanto la neutralización directa como el proceso de intercambio iónico funcionan bien para introducir el promotor en el catalizador. Algunos promotores pueden tener una solubilidad relativamente baja en agua. Sin embargo, la sal ácida de este tipo de promotor es normalmente fácil de disolver. Así, la acidificación correcta del fluido (por ejemplo, agua)

puede mejorar la solubilidad del promotor de modo que la mezcla promotor-agua sea una única fase. Se prefiere el uso de una mezcla monofásica para la introducción del promotor en el reactor con el fin de garantizar la distribución uniforme del promotor en toda la sección transversal del reactor.

De acuerdo con la presente invención, es importante mantener el fluido a una velocidad suficiente para conseguir una elevada expansión del lecho de catalizador y una rápida distribución uniforme de promotor en todo el lecho de catalizador. De preferencia, la velocidad del fluido es suficiente para conseguir al menos aproximadamente 5% de la expansión del lecho de catalizador; más preferentemente, de aproximadamente 5% a aproximadamente 100% de la expansión del lecho de catalizador; y, lo más preferentemente, de aproximadamente 10% a aproximadamente 30% de la expansión del lecho de catalizador. En general, la velocidad del fluido recirculante, que es suficiente para conseguir una elevada expansión del lecho, puede variar en el intervalo de aproximadamente 0,1 m/h a aproximadamente 100 m/h; más preferentemente, de aproximadamente 0,5 m/h a aproximadamente 50 m/h; y, lo más preferentemente, de aproximadamente 1 m/h a aproximadamente 20 m/h.

Una expansión de lecho de un lecho de catalizador está regida en general por principios relacionados con la velocidad de sedimentación de las partículas de catalizador en un fluido. Factores, tales como la viscosidad del fluido, densidad del fluido, densidad de las partículas de catalizador y diámetro de las partículas de catalizador (tamaño), tienen todas una influencia significativa sobre la velocidad de sedimentación de las partículas de catalizador. Estos factores afectan de forma significativa a la expansión del lecho. Siendo el agua el fluido usado corrientemente para preparar catalizadores de resina de intercambio iónico, la viscosidad del fluido y la densidad del fluido son por lo general las mismas, y la densidad de las partículas de catalizador puede variar ligeramente. Sin embargo, el tamaño de las partículas de catalizador puede variar significativamente entre los diferentes catalizadores. Algunos catalizadores pueden contener una distribución de diferentes tamaños de partículas, otros pueden tener un tamaño de partículas relativamente uniforme. Así, catalizadores con diferentes tamaños de partículas pueden requerir diferentes velocidades de agua para conseguir la misma elevada expansión del lecho de catalizador. Catalizadores con menores tamaños de partículas pueden requerir menores velocidades de agua para conseguir la misma elevada expansión del lecho de catalizador que catalizadores con mayores tamaños de partículas. Por ejemplo, para catalizadores tales como Dowex™ 50WX4, un intervalo de velocidades preferentes para obtener una expansión de lecho de 5% a 100 % puede ser de aproximadamente 3 m/h a aproximadamente 29 m/h a aproximadamente 22°C. Para catalizadores tales como Amberlyst™ incluyendo Amberlyst™ 31WET, 121 WET y 232WET, un intervalo de velocidades preferentes para obtener una expansión de lecho de 5% a 100% puede ser de aproximadamente 1 m/h a aproximadamente 14 m/h a 30°C. Para catalizadores tales como Amberlyst™ 131 WET, un intervalo de velocidades preferentes para obtener una expansión de lecho de 5% a 100% puede ser de aproximadamente 2 m/h a aproximadamente 22 m/h a 30°C.

La expansión del lecho también depende de la temperatura, principalmente debido a la dependencia significativa de la viscosidad del fluido de la temperatura. Por ejemplo, la expansión del lecho puede ser de aproximadamente 30% a aproximadamente 35% menor a 50°C que a 30°C, y de aproximadamente 50% a aproximadamente 60% menor a 70°C que a 30°C. La temperatura de operación para preparar el catalizador de resina de intercambio iónico en la presente invención puede variar en el intervalo de aproximadamente 0°C a aproximadamente 100° C, preferentemente de aproximadamente 10°C a aproximadamente 70°C y, más preferentemente de aproximadamente 20°C a aproximadamente 50°C.

De acuerdo con una realización de la presente invención, el recipiente o reactor puede llenarse parcialmente con el catalizador de resina de intercambio iónico, dejando espacio suficiente en el recipiente o reactor para permitir una expansión parcial del lecho de catalizador. Por ejemplo, el recipiente o reactor puede estar aproximadamente 50% a aproximadamente 95% lleno con catalizador y, más preferentemente aproximadamente 70% a aproximadamente 90% lleno con catalizador. El fluido se introduce en el recipiente o reactor en una dirección de flujo ascendente. El fluido se hace recircular a través del lecho de catalizador y se mantiene a una velocidad suficiente para expandir parcialmente el lecho de catalizador y conseguir al menos aproximadamente 5% de expansión del lecho de catalizador. El fluido recirculante significa que el fluido que abandona el recipiente o reactor se vuelve a introducir en la entrada del recipiente o reactor. La expansión del lecho se mide como función de la velocidad del fluido para el catalizador de resina de intercambio iónico usado en el recipiente o reactor. En el Ejemplo 1 siguiente se describen medidas y cálculos detallados.

Opcionalmente, el fluido recirculante se puede hacer pasar a través de un filtro para eliminar los finos de catalizador, un depósito de compensación para permitir controlar el nivel, una bomba y/u otro equipo antes de que el fluido se vuelva a introducir en la entrada del recipiente o reactor.

El filtro usado para separar las partículas de catalizador u otros sólidos del fluido recirculante puede ser un filtro de mangas, un filtro de cartucho u otro tipo de filtro. La selección de un tipo apropiado de filtro para separar sólidos de un líquido está dentro de la experiencia de un experto en la técnica de la ingeniería de plantas de producción química.

El depósito de compensación se puede usar para controlar el nivel de fluido. Cuando el fluido se hace recircular a través del recipiente o reactor, el fluido ocupa normalmente todo el volumen del recipiente o reactor o algunas veces rebosa fuera de la parte superior del recipiente o reactor. Además, el promotor añadido al recipiente o reactor

normalmente se adsorbe sobre el catalizador y así disminuye el volumen disponible para fluido en el recipiente o reactor. El uso del depósito de compensación permite un nivel de fluido variable, por ejemplo, cuando se añade el promotor, el nivel en el depósito de compensación aumentará para recibir el fluido en exceso si fuera necesario.

- 5 La bomba usada para recircular el agua acidificada a través del lecho de catalizador puede ser una bomba centrífuga o cualquier otro tipo de bomba. La selección de un tipo apropiado de bomba para esta aplicación también está dentro de la experiencia de un experto en la técnica de la ingeniería de plantas de producción química.

Otro equipo útil en la presente invención puede incluir una válvula de control, un caudalímetro y dispositivos de medida de la presión y la temperatura, bien conocidos por los expertos en la técnica.

- 10 Existen diversos modos de introducir el promotor en el recipiente o reactor. El promotor se puede introducir de forma simultánea con el fluido en el recipiente o reactor como dos corrientes separadas, introducidas en el fluido antes de la introducción del fluido en el recipiente o reactor, o introducidas en el fluido después de la introducción del fluido en el recipiente o reactor. Por ejemplo, el promotor se puede añadir al fluido recirculante mientras se mantiene el fluido recirculante a una velocidad de flujo ascendente suficiente. El fluido continúa para ser recirculado a través del recipiente o reactor con el promotor a la misma velocidad hasta que el promotor se distribuye uniformemente en todo el lecho. El fluido se descarga a continuación del recipiente o reactor. De forma alternativa, se puede alimentar directamente al recipiente o reactor un fluido previamente preparado que contenga el promotor en lugar de añadir el promotor al fluido recirculante. Una vez se ha completado la adición del promotor, el fluido y el promotor se hacen recircular a través del recipiente o reactor y se mantiene una velocidad de flujo ascendente suficiente hasta que el promotor quede distribuido uniformemente en todo el lecho. A continuación, el fluido se descarga del recipiente o reactor.

El promotor se puede añadir al fluido en una o más etapas. El tiempo de adición del promotor puede ser de aproximadamente 0,5 horas a aproximadamente 5 días y, más preferentemente, de aproximadamente 4 horas a aproximadamente 1,5 días.

- 25 Existen diversos procedimientos para medir la distribución del promotor con el fin de determinar si el promotor está distribuido uniformemente en todo el lecho de catalizador. Un procedimiento, por ejemplo, es tomar primero una muestra de catalizador de uno o más puntos dentro del lecho de catalizador. Las muestras se analizan entonces para obtener el contenido de promotor y determinar la uniformidad de la neutralización del catalizador. Los resultados se pueden usar para determinar si el promotor se ha distribuido de forma uniforme en todo el lecho de catalizador.

- 30 Cuando se miden las neutralizaciones parciales en varios puntos del lecho de catalizador (por ejemplo, varios puntos a alturas uniformemente separadas del lecho de catalizador), la uniformidad de la neutralización del catalizador se puede determinar comparando el porcentaje de neutralización medido en cada uno de los diversos puntos del lecho de catalizador y el porcentaje medio de neutralización obtenido de los diversos puntos del lecho de catalizador. Por ejemplo, si los porcentajes de neutralización en tres puntos diferentes del lecho de catalizador son 15%, 20% y 25%, el porcentaje medio de neutralización de estos tres puntos diferentes es 20%. Por consiguiente, la diferencia entre el porcentaje de neutralización en los tres puntos diferentes del lecho de catalizador respecto al porcentaje medio de neutralización es -5%, 0% y +5%. Así, el porcentaje de neutralización en los tres puntos diferentes está dentro del +/- 5% con respecto al porcentaje medio de neutralización.

- 40 El promotor se considera en general distribuido de forma uniforme en todo el lecho de catalizador cuando el porcentaje de neutralización medido en los diversos puntos del lecho de catalizador está dentro de +/- 10 % del porcentaje medio de neutralización; preferentemente, dentro del +/-5 % del porcentaje medio de neutralización; y más preferentemente, dentro del +/-3% del porcentaje medio de neutralización.

Además, al procedimiento de la presente invención se pueden añadir las siguientes etapas individuales. Estas etapas siguientes son opcionales y se pueden realizar por separado si así se desea:

- 45 (1) se puede lavar con antelación el catalizador de resina de intercambio iónico con el fluido para eliminar componentes no deseados del catalizador; o bien
- (2) se puede lavar también el catalizador de resina de intercambio iónico parcialmente neutralizado con fluido para eliminar ácido y promotor no absorbido del lecho de catalizador después de que se ha conseguido la promoción del catalizador de resina de intercambio iónico.
- 50 Los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos ilustran con más detalle la presente invención pero no se considerará que limitan su alcance.

Ejemplo 1

- 55 En este ejemplo, se midió en un reactor cilíndrico de vidrio la expansión de un lecho de catalizador de resina de intercambio iónico, que es función de la velocidad de agua con flujo ascendente. El cilindro de vidrio tenía un diámetro interno de 2,54 mm (1 pulgada) y una altura total de 61 cm (2 pulgadas). El cilindro de vidrio se orientó

cuidadosamente en vertical y se ensamblaron los accesorios finales que contenían fritas para garantizar la homogénea distribución del flujo.

Se cargó catalizador de resina de intercambio iónico Dowex™ 50WX4 humectado en agua (suministrado por The Dow Chemical Company) en el reactor cilíndrico de vidrio hasta una altura de 34,9 cm (13,75 pulgadas). El reactor se llenó entonces con agua. El agua se hizo circular y recircular a través del reactor en una dirección de flujo ascendente. Se midió el caudal de agua recogiendo el agua circulante o recirculante en un depósito durante un período de tiempo y luego midiendo el volumen. La temperatura de operación era temperatura ambiente (aproximadamente 20°C a 25°C).

La altura expandida del lecho de catalizador de resina de intercambio iónico ("Altura de lecho expandido") a un caudal dado se midió observando el nivel superior del lecho de catalizador de resina en el cilindro de vidrio durante el flujo de agua y usando una regla para medir el nivel superior del lecho de catalizador de resina en el reactor. La expansión del lecho del lecho de catalizador ("Expansión del lecho") se puede calcular usando la Fórmula (1) siguiente:

Fórmula (1): Expansión del lecho (%) = [(Altura del Lecho Expandido/Altura del Lecho Base)-1] x 100

La "Altura del Lecho Base" es la altura original del lecho de catalizador cuando el caudal es cero.

El procedimiento anterior para este ejemplo se repitió usando varios caudales diferentes. Los resultados de este ejemplo incluyendo caudal, velocidad, altura del lecho y expansión porcentual del lecho se muestran en la Tabla 1.

En la Tabla 1, el caudal es un caudal volumétrico y se midió en cm³/min. El caudal volumétrico se convirtió a velocidad dividiendo el caudal volumétrico por el área de la sección transversal del reactor cilíndrico de vidrio. La fórmula para calcular la velocidad es $V = F/A$, donde V es velocidad, F es caudal volumétrico y A es el área de la sección transversal ($A = \pi D^2/4$); o, incluyendo las unidades en la fórmula, la velocidad se puede calcular por la Fórmula (2) siguiente:

Fórmula (2): $V(m/h) = F (cm^3/min) / A (cm^2) / (100 cm/m) \times (60 min/h)$

Los datos de la Tabla 1 muestran que la expansión del lecho del catalizador de resina de intercambio iónico en todo el reactor aumentó a medida que aumentaba la velocidad de flujo ascendente. La expansión del lecho aumentó más rápidamente cuando el caudal era superior a 30 ml/min. No se observó expansión del lecho cuando el caudal era menor que aproximadamente 10 ml/min, lo que indica que la expansión del lecho se produce solo a una velocidad suficientemente alta.

Tabla 1: Expansión del Lecho de Catalizador de Resina de Intercambio Iónico con Velocidad de Flujo Ascendente

Caudal (ml/min)	Velocidad (m/h)	Altura del Lecho (pulgadas) (cm)	Expansión del Lecho (%)
0	0	(13,75) 34,9	0,00%
10	1,18	(13,75) 34,9	0,00%
20	2,37	(14,38) 36,5	4,50%
30	3,55	(14,38) 36,5	4,50%
40	32,9	(15,13) 38,4	10,00%
50	5,92	(15,75) 40	14,50%
60	7,1	(16,13) 41	17,30%
70	8,29	(16,75) 42,5	21,80%
80	9,47	(17,38) 44,1	26,40%
90	10,66	(18) 45,7	30,90%
100	11,84	(18,75) 47,6	36,40%

Ejemplo 2

En este ejemplo, el tiempo de dispersión de las perlas o partículas de catalizador de resina de intercambio iónico,

que es una función de la velocidad de agua en flujo ascendente, se midió en un reactor cilíndrico de vidrio.

Se usaron el mismo tipo de reactor cilíndrico de vidrio y los procedimientos de ensayo descritos en el Ejemplo 1. El reactor cilíndrico de vidrio se llenó con catalizador de resina de intercambio catiónico Dowex™ 50WX4 teñido hasta una altura de 9,53 cm (3,75 pulgadas). El catalizador de resina se tiñó con concentraciones muy pequeñas de tinte azul de metileno antes de añadir el catalizador de resina al reactor cilíndrico de vidrio. La expansión y densidad de las perlas o partículas de catalizador de resina en el agua no se vieron afectadas por la cantidad de tinte presente. El reactor cilíndrico de vidrio se llenó con más catalizador de resina de intercambio catiónico Dowex™ 50WX4 hasta una altura de aproximadamente 31,2 -31,8 cm (2,3 -12,5 pulgadas). El reactor cilíndrico de vidrio se llenó entonces con agua. El agua se hizo circular y recircular a través del reactor cilíndrico de vidrio en una dirección de flujo ascendente. Se midió el tiempo necesario para que el catalizador de resina de intercambio iónico teñido se dispersara uniformemente en todo el lecho de catalizador. Se midieron también la altura base y la altura del lecho de catalizador de resina de intercambio iónico.

El procedimiento anterior de este ejemplo se repitió usando varios caudales de flujo ascendente diferentes. Los resultados de este ejemplo incluyendo el caudal, velocidad, expansión del lecho y tiempos de dispersión se muestran en la Tabla 2.

Los datos de la Tabla 2 muestran que el tiempo requerido para que se disperse el catalizador de resina de intercambio iónico en todo el reactor disminuyó rápidamente a medida que aumentaba la velocidad de flujo ascendente. Los resultados de la Tabla 2 confirmaron que la dispersión de las perlas o partículas de catalizador de resina en todo el reactor aumentó rápidamente a medida que aumentaba la velocidad de flujo ascendente. Los resultados también mostraron que no se producía dispersión de partículas de catalizador a un caudal de 20 ml/min y a este caudal no se observó expansión del lecho. Los resultados confirman que la dispersión de las perlas o partículas de catalizador se produce rápidamente solo a una velocidad suficientemente alta.

Tabla 2: Dispersión de Catalizador de Resina de Intercambio Iónico con Velocidad de Flujo Ascendente

Caudal (ml/min)	Velocidad (m/h)	Altura de Lecho Base cm (pulgadas)	Altura de Lecho Expandido cm (pulgadas)	Expansión del Lecho (%)	Tiempo de Dispersión (min)
20	2,37	31,4 (12,38)	31,4 (12,38)	0,00%	Sin dispersión
30	3,55	31,3 (12,31)	33,4 (13,13)	6,70%	131
40	32,9	31,3 (12,31)	34,6 (13,63)	10,70%	31
50	5,92	32,4 (12,75)	36,5 (14,38)	12,80%	18

Ejemplo 3

En este ejemplo, se midió la uniformidad de promoción de un catalizador de resina de intercambio iónico como función de la velocidad del fluido en un reactor cilíndrico de vidrio.

Se usaron el mismo tipo de reactor cilíndrico de vidrio y el procedimiento de ensayo descrito en el Ejemplo 1. El cilindro de vidrio se llenó con catalizador de resina de intercambio catiónico Dowex™ 50WX4 humectada con agua hasta una altura de 50,8 cm (20 pulgadas). El cilindro de vidrio se llenó entonces con agua que se había acidificado con ácido fosfórico a una concentración de 0,1 mol/litro. El agua acidificada (1000 ml) se hizo recircular a través del reactor cilíndrico de vidrio en la dirección de flujo ascendente a un caudal de 50 ml/min. El promotor que comprendía 11,53 g de dimetiltiazolidina se añadió al agua acidificada.

El agua acidificada que contenía el promotor se hizo pasar a través del lecho de catalizador de resina de intercambio iónico 50 ml/min de caudal de flujo ascendente. El agua acidificada se recirculó continuamente a través del lecho de catalizador de resina de intercambio iónico y se mantuvo a 50 ml/min de caudal de flujo ascendente.

Se usó el mismo caudal de flujo ascendente para la introducción de la solución de dimetiltiazolidina y para la recirculación del agua acidificada. El agua acidificada se dejó recircular durante 4 horas después de finalizar la adición del promotor. El flujo se interrumpió entonces y se vació el agua del reactor cilíndrico de vidrio. Se tomaron muestras de catalizador de resina de intercambio iónico del reactor cilíndrico de vidrio en seis alturas homogéneamente separadas del lecho de catalizador mientras que se descargaba el catalizador de resina de intercambio iónico del reactor.

Estas muestras se lavaron con agua desionizada y se valoraron con hidróxido sódico patrón para determinar el porcentaje de neutralización del catalizador. Los resultados de este ejemplo se listan en la Tabla 3. Los datos, que incluyen caudal, velocidad, dirección del flujo y expansión del lecho, se presentan también en la Tabla 3.

Ejemplo 4

Se repitió el Ejemplo 3, salvo porque se usó un caudal de flujo ascendente de 30 ml/min. Los resultados también se muestran en la tabla 3.

Ejemplo Comparativo A

- 5 Se repitió el Ejemplo 3, salvo porque se usó un caudal de flujo ascendente de 10 ml/min. Los resultados también se muestran en la Tabla 3. Durante este experimento no se observó expansión del lecho.

Ejemplo comparativo B

Se repitió el Ejemplo 3, salvo porque se usó un caudal de 50 ml/min y una dirección de flujo descendente. Los resultados también se muestran en la Tabla 3. Durante este experimento no se observó expansión del lecho.

- 10 Tabla 3: Neutralización del Catalizador de Resina de Intercambio Iónico por Dimetiltiazolidina

Ejemplo núm.	3	4	Ej. Comp A	Ej. Comp. B
Caudal (ml/min)	50	30	10	50
Velocidad (m/h)	5,92	3,55	1,18	5,92
Dirección del flujo	Ascendente	Ascendente	Ascendente	Descendente
Expansión del Lecho	14,7%	6,9%	0%	0%
Neutralización del catalizador				
Altura 1 (Parte superior del lecho de catalizador)	18,5%	8,1%	0,0%	4,9%
Altura 2	20,3%	10,6%	0,8%	17,8%
Altura 3	26,0%	37,6%	10,0%	29,0%
Altura 4	25,7%	38,9%	63,8%	36,6%
Altura 5	25,1%	33,9%	51,7%	41,0%

- 15 Los resultados de la Tabla 3 muestran que los catalizadores de resina de intercambio iónico de los Ejemplos 3 y 4 se neutralizaron de forma más homogénea con el promotor que en los Ejemplos comparativos A y B. En el Ejemplo 3, la distribución uniforme del promotor se consiguió mucho más rápidamente debido a que el agua se recirculaba a una velocidad de flujo ascendente suficientemente alta.

La expansión del lecho en el Ejemplo 4 fue mucho menor que en el Ejemplo 3. El catalizador de resina de intercambio iónico se neutralizó mucho menos uniformemente en el Ejemplo 4 que en el Ejemplo 3. Sin embargo, la uniformidad de neutralización del catalizador en el Ejemplo 4 fue mejor que la de los Ejemplos comparativos A y B, no se observó expansión del lecho.

- 20 Los resultados de la Tabla 3 confirman que se puede conseguir, a una velocidad de flujo ascendente suficientemente alta, una distribución uniforme del promotor para neutralizar parcialmente el catalizador de resina de intercambio iónico.

Ejemplo 5

- 25 Se llenó un reactor de catalizador de resina de intercambio iónico que tienen un volumen de 26 m³ con 22 m³ de catalizador Dowex™ 50WX4 humectado con agua. Se introdujo en el reactor agua acidificada que comprendía 0,039 mol/litro de ácido fosfórico y se recirculó a través del reactor en una dirección de flujo ascendente.

En este ejemplo, se usó un depósito de compensación para controlar el cambio en el volumen de líquido durante la adición del promotor, se usó un filtro de mangas para separar los finos de catalizador del agua recirculante y se usó una bomba centrífuga para recircular el agua.

- 30 El caudal del agua recirculante se midió y se convirtió a velocidad de acuerdo con la Fórmula (2) descrita en el Ejemplo 1. La velocidad resultante fue 5,8 m/h. La expansión de lecho conseguida a esta velocidad se estimó que era aproximadamente 14% de acuerdo con la Tabla 1 descrita en el Ejemplo 1.

- 5 El promotor que comprendía 950 kg de 2,2'-dimetiltiazolidina se añadió al agua recirculante durante un período de 19 horas. Después de que la adición de 2,2'-dimetiltiazolidina se completara, se continuó recirculando el agua durante aproximadamente 20 horas más. Se tomaron muestras de catalizador en el lateral del reactor mediante válvulas de muestreo y se midió el porcentaje de neutralización por valoración de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo 3. Los resultados muestran que la neutralización del catalizador para estas muestras estaba en el intervalo de 18,6% a 19,2%, que está dentro de $\pm 0,3\%$ respecto a la neutralización media de 18,9%.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para preparar un catalizador de resina de intercambio iónico que comprende:
 - (a) llenar parcialmente un recipiente, del 50% en volumen al 95% en volumen de dicho recipiente, con un catalizador de resina de intercambio iónico para formar un lecho de catalizador de resina de intercambio iónico en el recipiente;
 - (b) introducir un líquido en el recipiente;
 - (c) recircular el líquido a través del lecho de catalizador en una dirección de flujo ascendente;
 - (d) introducir un promotor en el líquido recirculante; y
 - (e) mantener el líquido recirculante a una velocidad suficiente para conseguir una expansión del lecho de catalizador de al menos 5% y para distribuir uniformemente el promotor en todo el lecho de catalizador.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la velocidad del líquido es suficiente para conseguir una expansión del lecho de catalizador de 5% a 100%.
3. El procedimiento según la reivindicación 1, que comprende llenar parcialmente de 70% del volumen a 90% del volumen del recipiente con el catalizador de resina de intercambio iónico antes de introducir el líquido.
4. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que el promotor se introduce en el recipiente en una cantidad suficiente para neutralizar al menos parcialmente el catalizador de resina de intercambio iónico.
5. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que el promotor se introduce en el recipiente en una cantidad suficiente para neutralizar del 5% al 50% del catalizador de resina de intercambio iónico.
6. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que el promotor se introduce en el líquido recirculante en más de una etapa.
7. El procedimiento según la reivindicación 6, en el que el promotor se introduce en el líquido recirculante en un período de tiempo de 0,5 horas a 5 días.
8. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que el promotor es un promotor de tipo ligado.
9. El procedimiento según la reivindicación 8, en el que el promotor comprende un grupo amino; o un grupo amino y un grupo tiol.
10. El procedimiento según la reivindicación 9, en el que el promotor comprende 2,2-dimetiltiazolidina, aminoetanotiol, 4-piridinetanotiol o una de sus mezclas.
11. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que el líquido comprende agua o agua acidificada.
12. El procedimiento según la reivindicación 11, en el que el agua acidificada comprende un ácido de HCl, H₂SO₄, ácido fosfórico, ácidos alquil sulfónicos, ácidos sulfónicos aromáticos, ácido fórmico, ácido acético, ácido oxálico o cualquiera de sus combinaciones.
13. El procedimiento según la reivindicación 11, en el que el agua acidificada comprende un ácido en una concentración de 0,001 molar a 5 molar.
14. El procedimiento según la reivindicación 13, en el que la concentración molar del promotor en el agua es menor que la concentración molar del ácido en el agua.
15. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que el procedimiento se lleva a cabo a una temperatura de 0°C a 100°C.