

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 371 413**

51 Int. Cl.:  
**C07C 37/20** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06752299 .5**

96 Fecha de presentación: **04.05.2006**

97 Número de publicación de la solicitud: **2021311**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **11.02.2009**

54 Título: **PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA FABRICACIÓN DE POLIFENOLES.**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**02.01.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**02.01.2012**

73 Titular/es:  
**BADGER LICENSING LLC  
ONE MAIN STREET  
CAMBRIDGE, MA 02142, US**

72 Inventor/es:  
**FETSKO, Stephen, W. y  
EVITT, Steven, D.**

74 Agente: **Durán Moya, Luis Alfonso**

**ES 2 371 413 T3**

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

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento mejorado para la fabricación de polifenoles.

### 5 Sector de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado para la fabricación de polifenoles, y más específicamente a un procedimiento mejorado y seguro para dicha fabricación, en el que la adición de un promotor de catalizador eficaz al sistema de reacción del procedimiento se limita a determinados lugares específicos.

10

### Antecedentes de la invención

Habitualmente, el compuesto polifenólico 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano, también designado para, para-difenilolpropano o bisfenol A ("BPA"), se prepara por reacción de fenol y acetona en presencia de un catalizador de condensación ácido junto con un promotor de catalizador o cocatalizador para aumentar la velocidad de reacción y la selectividad del catalizador de condensación. La patente de EE.UU. 2.468.982 dio a conocer la utilización de ácidos carboxílicos alifáticos sustituidos con un grupo mercapto como promotores de catalizador para aumentar la velocidad de la reacción de condensación entre los fenoles y las cetonas. Posteriormente, la patente de EE.UU. 2.730.552 dio a conocer la mejora del tiempo de contacto en la reacción catalizada por ácido entre el fenol y las cetonas mediante la utilización de metil mercaptanos como promotores. No sólo se redujo el tiempo de contacto, sino que la utilización de metil mercaptano gaseoso en la zona de reacción permitió llevar a cabo la reacción con cantidades mínimas de promotor de catalizador, evitando la formación de cantidades sustanciales de subproductos o de productos de desintegración del bisfenol A. Además, el metil mercaptano se pudo utilizar como promotor de catalizador en un procedimiento continuo. El metil mercaptano también destacó porque su alta volatilidad permitía separarlo fácilmente del efluente del reactor que contenía el producto bisfenol A, con lo que se evitaba la presencia de contaminantes de azufre en el producto final. Desde entonces, el metil mercaptano gaseoso libre ha sido el promotor de catalizador preferente en las reacciones fenol-acetona catalizadas por ácido.

15

20

25

30

35

Sin embargo, el metil mercaptano es difícil de manejar debido a que es gaseoso a temperatura ambiente y presión atmosférica. Esto hace que su transporte resulte ineficaz, ya que primero se tiene que comprimir a un estado líquido para poder transportar de forma económica las cantidades suficientes necesarias para la fabricación de bisfenol A hasta una planta situada a cierta distancia del lugar de producción del metil mercaptano. Además, dado que el metil mercaptano es un compuesto peligroso, a veces su transporte a determinados lugares está restringido, lo que limita su disponibilidad en dichas zonas. En consecuencia, actualmente algunas plantas de fabricación de bisfenol A se ven obligadas a producir el metil mercaptano in situ o utilizar un promotor de catalizador alternativo que no presente la misma volatilidad.

40

45

La patente de EE.UU. 6.465.697 da a conocer ditioacetales, particularmente el bismetiltiopropano ("BMTP"), como promotores de la reacción de condensación catalizada por ácido entre fenoles y compuestos carbonílicos esencialmente a la misma velocidad y esencialmente con la misma selectividad hacia el bisfenol A que el metil mercaptano, y sin la formación de ningún subproducto de azufre en cantidades mayores que utilizando metil mercaptano. El promotor BMTP no es tan volátil como el metil mercaptano, es líquido a temperatura ambiente y presión atmosférica y estable durante su transporte, lo que permite trasladarlo de forma fácil y económica. El promotor de catalizador BMTP ha demostrado una actividad y una selectividad elevadas. La cantidad de subproductos de azufre producidos utilizando este promotor de catalizador es aceptablemente baja.

### Características de la invención

Actualmente, los presentes inventores han descubierto un método mejorado para la utilización de BMTP como promotor de catalizador en el procedimiento de condensación para la producción de polifenoles, tales como el BPA.

50

Dicho método consiste en un procedimiento de condensación para la fabricación de un compuesto polifenólico que comprende la introducción en una zona de reacción de ingredientes que incluyen un reactivo de compuesto fenólico, un reactivo de compuesto carbonílico y el promotor de catalizador bismetiltiopropano, incorporándose dicho promotor a la reacción en determinados lugares específicos del sistema de reacción, y la condensación del compuesto fenólico y el compuesto carbonílico en presencia de un catalizador ácido. La ubicación de la introducción del promotor BMTP en el sistema de reacción resulta crucial para alcanzar el funcionamiento más eficiente y seguro del reactor.

55

60

65

Más específicamente, la presente invención da a conocer un método para la fabricación de un compuesto polifenólico en un sistema de reacción que comprende la adición conjunta de un compuesto fenólico, un compuesto carbonílico y el promotor de catalizador bismetiltiopropano, incorporándose dicho promotor a dicho sistema de reacción en determinados lugares específicos del mismo, la hidrólisis de dicho promotor de catalizador bismetiltiopropano hasta obtener sus productos de disociación y la condensación del compuesto fenólico y el compuesto carbonílico en presencia de un catalizador ácido y dichos productos de disociación.

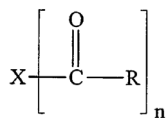
Aún más específicamente, la presente invención da a conocer un método para la fabricación de BPA en un sistema de reacción que comprende la adición conjunta de un fenol, acetona y el promotor de catalizador bismetiltiopropano, incorporándose dicho promotor a dicho sistema de reacción en determinados lugares específicos del mismo, la hidrólisis de dicho promotor de catalizador bismetiltiopropano hasta obtener sus productos de disociación, incluidos metil mercaptano y acetona, y la condensación del fenol y la acetona en presencia de un catalizador ácido y dichos productos de disociación.

#### Descripción breve del dibujo

La figura 1 es un diagrama de flujo de un sistema de reacción incluido en un procedimiento para la producción de polifenoles, por ejemplo, BPA.

#### Descripción detallada de la invención

Los polifenoles preparados mediante el procedimiento según la presente invención incluyen los preparados mediante la reacción entre un reactivo de compuesto carbonílico y un reactivo de compuesto fenólico. Son ejemplos de compuestos carbonílicos los compuestos representados por la siguiente fórmula:



en la que R representa hidrógeno o un radical alifático, cicloalifático, aromático o heterocíclico, incluidos radicales hidrocarburos tales como los grupos alquilo, cicloalquilo, arilo, aralquilo o alcarilo, ya sean saturados o insaturados; n es mayor que 0, preferentemente está comprendido entre 1 y 3, más preferentemente entre 1 y 2, y de la forma más preferente es 1; y cuando n es mayor que 1, X representa un enlace o un grupo enlazante polivalente que tiene entre 1 y 14 átomos de carbono, preferentemente entre 1 y 6 átomos de carbono, más preferentemente entre 1 y 4 átomos de carbono; y cuando n es 1, X representa hidrógeno o un radical alifático, cicloalifático, aromático o heterocíclico, incluidos radicales hidrocarburos tales como los grupos alquilo, cicloalquilo, arilo, aralquilo o alcarilo, ya sean saturados o insaturados, siempre y cuando X y R no sean los dos hidrógeno.

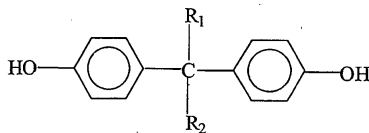
Entre los compuestos carbonílicos adecuados para su utilización en la presente invención se encuentran aldehídos y cetonas. Generalmente, dichos compuestos contienen entre tres y catorce átomos de carbono y son preferentemente cetonas alifáticas. Entre los ejemplos de compuestos carbonílicos adecuados se encuentran cetonas tales como acetona, metil etil cetona, dietil cetona, dibutil cetona, metil isobutil cetona, acetofenona, metil y amil cetona, ciclohexanona, 3,3,5-trimetilciclohexanona, ciclopentanona, 1,3-dicloroacetona y similares. El compuesto más preferente es la acetona.

Los compuestos carbonílicos se hacen reaccionar con compuestos fenólicos. Dichos compuestos fenólicos son compuestos aromáticos que contienen un núcleo aromático al que está directamente enlazado, como mínimo, un grupo hidroxilo. Entre los compuestos fenólicos adecuados para su utilización en la presente invención se encuentran el fenol y sus homólogos, y los productos de sustitución del fenol que contienen, como mínimo, un átomo de hidrógeno reemplazable directamente enlazado al núcleo de fenol aromático. Estos grupos que sustituyen el átomo de hidrógeno y están directamente enlazados al núcleo aromático pueden consistir en radicales halógenos tales como cloro y bromo, y radicales hidrocarburos tales como grupos alquilo, cicloalquilo, arilo, alcarilo y aralquilo. Entre los compuestos fenólicos adecuados se encuentran fenol, cresoles, xilenoles, carvacrol, cumenol, 2-metil-6-etilfenol, 2,4-dimetil-3-etilfenol, o-clorofenol, m-clorofenol, o-t-butilfenol, 2,5-xilenol, 2,5-di-t-butilfenol, o-fenilfenol, 4-etilfenol, 2-etil-4-metilfenol, 2,3,6-trimetilfenol, 2-metil-4-tert-butilfenol, 2-tert-butil-4-metilfenol, 2,3,5,6-tetrametilfenol, 2,6-dimetilfenol, 2,6-ditert-butilfenol, 3,5-dimetilfenol, 2-metil-3,5-dietilfenol, o-fenilfenol, p-fenilfenol, naftoles, fenantrol y similares. Los compuestos más preferentes son las composiciones que comprenden fenol. Se pueden utilizar mezclas de cualquiera de los compuestos anteriores.

Los compuestos anteriores no pretenden limitar la presente invención, sino dar a conocer ejemplos representativos de compuestos carbonílicos y compuestos fenólicos conocidos en la técnica a fin de preparar polifenoles deseables, pudiendo ser sustituidos por los expertos en la materia por otros reactivos similares.

En la preparación de polifenoles, generalmente resulta deseable un exceso del reactivo de compuesto fenólico con respecto al reactivo de compuesto carbonílico. Habitualmente resultan deseables, como mínimo, aproximadamente 2 moles, preferentemente entre aproximadamente 4 y aproximadamente 25 moles, de compuesto fenólico por mol de compuesto carbonílico para alcanzar una conversión elevada del compuesto carbonílico. En el procedimiento según la presente invención no resultan necesarios disolventes ni diluyentes para la preparación del polifenol, excepto a baja temperatura.

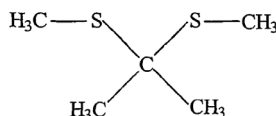
Los compuestos de polifenol obtenidos mediante la reacción de condensación de un compuesto fenólico y un compuesto carbonílico según el presente procedimiento son compuestos en los que los núcleos, como mínimo, de dos radicales fenólicos están directamente enlazados mediante enlaces de carbono a carbono al mismo átomo individual de carbono del grupo alquilo. Un ejemplo ilustrativo no limitativo de compuesto polifenólico es el representado por la fórmula:



en el que  $R_1$  y  $R_2$  representan cada uno independientemente un radical orgánico monovalente. Entre los ejemplos de radicales de este tipo se incluyen radicales hidrocarburos tales como radicales alifáticos, cicloalifáticos, aromáticos o heterocíclicos, más particularmente radicales hidrocarburos tales como grupos alquilo, cicloalquilo, arilo, aralquilo o alcarilo, ya sean saturados o insaturados. Preferentemente,  $R_1$  y  $R_2$  representan cada uno independientemente un radical alquilo que tiene 1 o 2 átomos de carbono. De la forma más preferente, el compuesto polifenólico comprende bis(4-hidroxifenil)propano, es decir, bisfenol A ("BPA").

Los compuestos polifenólicos se preparan mediante la reacción entre un compuesto fenólico y un compuesto carbonílico catalizada por ácido. La velocidad y la selectividad de la reacción se favorecen mediante la introducción en la zona de reacción de un promotor de catalizador tal como, en la presente invención, el BMTP.

El promotor de catalizador BMTP es el 2,2-bis(metil)propano, o, en el presente documento, sencillamente bismetilpropano ("BMTP"), representado por la siguiente estructura:



Dicho compuesto promotor de catalizador se selecciona para el presente procedimiento porque se trata de un compuesto que, tras su disociación en la zona de reacción, forma el mismo compuesto carbonílico, o uno químicamente parecido, que la materia prima de compuesto carbonílico seleccionado para preparar el polifenol. En una realización, dicha materia prima de compuesto carbonílico es la acetona y la composición promotora de catalizador comprende BMTP, que en presencia del catalizador ácido y agua se disocia en acetona y promotor de catalizador metil mercaptano.

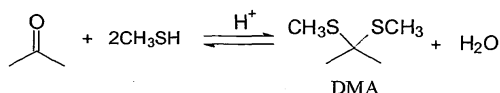
El promotor de catalizador BMTP presenta esencialmente la misma velocidad de primer orden para la conversión del compuesto carbonílico que su producto de disociación metil mercaptano. También presenta esencialmente la misma selectividad con respecto a la formación del producto polifenólico que su producto de disociación metil mercaptano.

Al recipiente de reacción se incorporan el compuesto fenólico, el compuesto carbonílico, el promotor de catalizador y, opcionalmente, un disolvente y agua. En función del tipo de catalizador ácido utilizado, el mismo se puede cargar o introducir en el recipiente de reacción antes de cargar los materiales líquidos. La secuencia de adición de reactivos, promotor de catalizador, catalizador y opcionalmente disolvente y agua en un recipiente de reacción no está limitada en la técnica anterior. En cambio, en el procedimiento mejorado según la presente invención, el modo de introducción del promotor de catalizador en la mezcla de reacción está limitado a hacerlo únicamente en determinados lugares del sistema de reacción. Según la técnica anterior, las composiciones promotoras de catalizador se pueden incorporar en cualquier momento y en cualquier lugar del sistema de reacción, por ejemplo a una mezcla de reacción que contiene todos los reactivos y el catalizador y el disolvente opcional, o a una mezcla de reacción que contiene únicamente algunos de estos ingredientes, o a cualquier flujo de alimentación que contiene cualquiera de estos ingredientes individuales o una mezcla de los mismos. De este modo, la introducción del promotor de catalizador a la mezcla de reacción según la técnica anterior incluye su incorporación a cualquier ingrediente, a una mezcla de los mismos o a todos los ingredientes utilizados para preparar el polifenol.

El procedimiento según la presente invención requiere la introducción del promotor BMTP en determinados lugares específicos del sistema de reacción en lugar de incorporar simplemente un mercaptano, tal como el metil mercaptano, a la mezcla de reacción, y en lugar de poner en contacto un compuesto fenólico y un compuesto carbonílico con un compuesto ditioacetal formado in situ, por ejemplo, mediante la reacción de acetona con metil mercaptano.

La formación reversible de bismetiltiopropano (BMTP) a partir de metil mercaptano y acetona en presencia de un catalizador ácido se ha documentado en Org. Chem. of Bivalent Sulfur, volumen III, E. Emmet Reid, 1960. La reacción tiene lugar según el siguiente equilibrio, en el que el BMTP se designa "DMA" (dimetanotioacetal de acetona):

5



La patente de EE.UU. 6.465.697, que se incorpora al presente documento como referencia, da a conocer la adición de BMTP a la mezcla de reacción en lugar de la adición de metil mercaptano a la misma. Se ha puesto de manifiesto que el BMTP se hidroliza rápidamente y desplaza el equilibrio hacia la formación de metil mercaptano in situ sin ningún tiempo de inducción. El procedimiento según la presente invención forma el metil mercaptano in situ, evitando así la necesidad de aislarlo, transportarlo y manejarlo. Debido a la menor volatilidad y la mayor estabilidad del BMTP a temperatura ambiente y condiciones atmosféricas, resulta más ventajoso aislar, transportar y manejar BMTP e introducirlo en el sistema de reacción.

15

En la patente de EE.UU. 6.465.697, la composición promotora de catalizador BMTP se incorpora a la mezcla de reacción o a cualquiera de los reactivos en fase líquida o en fase gaseosa en cualquier punto del sistema de reacción.

Las realizaciones de la presente invención se ilustran haciendo referencia a la figura 1. En dicha figura, la materia prima líquida que comprende el compuesto fenólico, por ejemplo fenol, y, opcionalmente, un disolvente y/o agua, se suministra a través del flujo -1- para su incorporación al reactor de condensación CR. Si la materia prima del flujo -1- comprende licor madre reciclado a partir de una etapa de purificación de BPA posterior, puede comprender principalmente fenol, un poco de acetona, agua, disolvente, BPA y subproductos. Opcionalmente, se puede añadir agua al flujo -1- a fin de ajustar la concentración de agua del flujo antes de introducirlo en el reactor de condensación CR. En el presente documento, el flujo -1- se denomina flujo de compuesto fenólico/licor madre. El compuesto carbonílico como materia prima líquida, por ejemplo acetona, se suministra a través del flujo -2-, en adelante denominado flujo de compuesto carbonílico. En el presente documento, el flujo -6- se denomina flujo de residuo de la columna de absorción de promotor. Los flujos -1-, -2- y -6- se combinan a fin de obtener el flujo de alimentación del reactor de condensación -126- para su adición al reactor de condensación CR. La relación molar de compuesto fenólico con respecto a compuesto carbonílico en la materia prima combinada tal como se incorpora al reactor de condensación CR es, como mínimo, 2, preferentemente entre 4 y 25. El flujo de efluente del reactor de condensación líquido -3-, que comprende polifenol, por ejemplo BPA, y compuestos fenólico y carbonílico sin reaccionar, por ejemplo fenol y acetona, se extrae del reactor de condensación CR y se suministra a la columna de deshidratación DC. De la columna de deshidratación DC salen el flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4- en forma de vapor sometido a vacío, el flujo de salida lateral de la columna de deshidratación -7- líquido sometido a vacío que comprende principalmente agua, y el flujo de residuo de la columna de deshidratación -8- sometido a vacío que comprende principalmente el producto polifenólico, por ejemplo BPA, y el compuesto fenólico sin reaccionar, por ejemplo fenol. El flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4- se bombea mediante la bomba P1 hacia la columna de absorción de promotor PC junto con compuesto fenólico líquido adicional, por ejemplo fenol, a través del primer flujo de compuesto fenólico -5-. El residuo líquido de la columna de absorción de promotor PC, que comprende principalmente compuesto fenólico, por ejemplo fenol, se extrae de la columna PC mediante la bomba P2, dando lugar al flujo de residuo -6- de la columna de absorción de promotor, y se recicla para incorporarlo al flujo de alimentación del reactor de condensación -126-. Se suministra compuesto fenólico líquido adicional, por ejemplo fenol, a través del segundo flujo de compuesto fenólico -9- al orificio de entrada de fluidos del anillo líquido de la bomba P1, que genera el vacío para el flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4- y la columna de deshidratación DC. Un flujo de evacuación -10- evacua los compuestos volátiles en la cabeza de la columna de absorción de promotor PC. Se extrae un flujo de recirculación de vapor -11- de la columna de absorción de promotor PC y se suministra al flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4- en un punto anterior a la bomba P1 a fin de controlar la presión.

50

El reactor de condensación CR puede ser un recipiente de reacción único o dos o más recipientes de reacción en paralelo o en serie que contienen un catalizador heterogéneo adecuado para llevar a cabo la condensación de los compuestos carbonílico y fenólico a fin de sintetizar el polifenol, que incluyen, aunque sin limitarse a las mismas, resinas de intercambio catiónico; puede ser un reactor de flujo ascendente o descendente, puede contener los dispositivos adecuados para distribuir el flujo, fijar y contener el catalizador, y el lecho del catalizador puede ser empaquetado, extendido y parcial o completamente fluidizado.

55

La columna de deshidratación DC puede ser una columna de destilación que contiene dispositivos internos adecuados, tales como platos de válvula o platos de malla, relleno estructurado o vertido, y dispositivos de distribución o platos de chimenea y platos de recogida, generalmente con un flujo a contracorriente entre el vapor

60

ascendente y el líquido descendente. Puede contener un diseño de condensador de perforación interno bien conocido por los expertos en la materia.

5 La columna de absorción de promotor PC puede ser una columna de destilación/adsorción que contiene dispositivos internos adecuados, tales como platos de válvula o platos de malla, relleno estructurado o vertido, y dispositivos de distribución o platos de recogida, generalmente con un flujo a contracorriente entre el vapor ascendente y el líquido descendente.

10 La composición promotora de catalizador BMTP es líquida a temperatura ambiente y presión atmosférica (una atmósfera), lo que resulta ventajoso para la seguridad y facilidad de transporte y manejo. La misma es estable durante el transporte, no se descompone fácilmente a temperaturas moderadas en ausencia de catalizadores ácidos y agua, y su vida media de descomposición térmica a 120°C es mayor de 40 horas.

15 La composición promotora de catalizador BMTP se introduce en el sistema de reacción en estado puro o en solución. Como solución, se puede mezclar con una parte o todo el compuesto carbonílico utilizado para preparar el polifenol. La composición promotora de catalizador BMTP se puede incorporar, según la presente invención, como mínimo, en uno de los puntos A, AA, B, C, D, E o F de la figura 1, en este orden de preferencia. El punto A se puede describir como un punto del flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4- posterior a la columna de deshidratación DC, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor -11- se cruza con el flujo -4- y anterior a la bomba P1 que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4-. El punto AA se puede describir como un punto del flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4- posterior a la columna de deshidratación DC, en un punto anterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor -11- se cruza con el flujo -4- y anterior a la bomba P1 que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4-. El punto B se puede describir como un punto del segundo flujo de compuesto fenólico -9- hacia el orificio de entrada de fluidos del anillo líquido de la bomba P1. El punto C se puede describir como un punto de entrada a la columna de absorción de promotor PC, preferentemente por encima del nivel de líquido de la parte inferior de la columna de absorción de promotor PC, y de la forma más preferente por encima del nivel de líquido de la parte inferior de la columna de absorción de promotor PC y por debajo de la entrada del flujo de descarga procedente de la bomba P1 que se introduce en la columna de absorción de promotor PC. El punto D se puede describir como un punto del flujo de compuesto carbonílico -2-, en un punto anterior a la intersección con el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor -6-. El punto E se puede describir como un punto del flujo del residuo de la columna de absorción de promotor -6-, en un punto anterior a la intersección con el flujo de compuesto fenólico/licor madre -1- o el flujo de compuesto carbonílico -2-. El punto F se puede describir como un punto del flujo de compuesto fenólico/licor madre -1- anterior a la intersección con el flujo de alimentación del reactor de condensación -126-. La composición promotora de catalizador BMTP se puede incorporar gradualmente o de forma continua a lo largo de la reacción, o se puede incorporar todo el promotor de catalizador necesario en estos puntos del sistema de reacción. No es deseable que se produzca un flujo de retorno desde el punto de adición de BMTP al sistema de almacenamiento del mismo, dado que la presencia de ácido (incluidos ácidos tan débiles como el fenol) y agua puede provocar la descomposición del BMTP en metil mercaptano y acetona, cuya formación puede constituir un peligro potencial. Todos los puntos de adición de BMTP del sistema, excepto el punto D, contienen fenol y agua en concentraciones lo suficientemente elevadas para provocar la descomposición del BMTP.

45 El punto A es el más preferente, dado que el lugar de adición está sometido a vacío, lo que minimiza el riesgo de que las existencias de destino puedan retornar al sistema de almacenamiento de BMTP. El punto AA es preferente durante el funcionamiento normal del sistema de reacción, dado que se encuentra sometido a vacío, con un riesgo mínimo de que las existencias de destino puedan retornar al sistema de almacenamiento de BMTP. El punto B es preferente porque el lugar de adición está sometido a vacío a medida que el flujo -9- entra en el orificio de entrada del anillo líquido de la bomba P1. El punto B se debe situar lo más cerca posible del orificio de entrada del anillo líquido de la bomba P1. El punto C es preferente porque la presión de la columna de absorción de promotor PC es significativamente menor que la del flujo combinado de alimentación del reactor de condensación -126- o de los flujos individuales -1-, -2- o -6-. La ubicación preferente para el punto C se encuentra por encima del nivel de líquido de la columna de absorción de promotor PC y, por lo tanto, menos propenso al retorno del fenol. El punto D es preferente porque el flujo de compuesto carbonílico -2- no contiene ningún componente fenólico ni ningún otro componente ácido y, por lo general, presenta una concentración reducida de agua. Particularmente, cuando el compuesto carbonílico es la acetona, el retorno de la misma al sistema de almacenamiento de BMTP tendería a minimizar el alcance de la descomposición del BMTP debido al exceso de concentración de acetona. Los puntos E y F son menos preferentes dado su mayor potencial de retorno de fenol y agua hacia el sistema de almacenamiento de BMTP debido a las mayores presiones de los flujos -1- y -6- en combinación con la presencia de compuesto fenólico y agua en dichos flujos.

60 La velocidad de adición de composición promotora de catalizador BMTP al sistema de reacción no está limitada. El modo de introducción de dicha composición promotora de catalizador tampoco está limitado. La misma se puede dosificar e inyectar en el punto AA o A a F, preferentemente en los puntos AA o A a D, de la forma más preferente en el punto A, por medios adecuados diseñados para suministrar el promotor de catalizador de forma segura y sin retorno al sistema de suministro de BMTP.

65

Preferentemente, la composición promotora de catalizador BMTP se introduce en forma de composición pura en la mezcla de reacción, lo que significa que, salvo los ingredientes utilizados para preparar el polifenol que se mezclan con el promotor de catalizador, la composición promotora de catalizador comprende, como mínimo, el 90% en peso de BMTP, más preferentemente, como mínimo, el 95% en peso de BMTP, de la forma más preferente, como mínimo, el 98% en peso de BMTP. Tanto si se utiliza una composición pura de promotor de catalizador BMTP como si no, la cantidad de impurezas presentes en dicha composición promotora de catalizador que son especies reactivas con el compuesto fenólico, el compuesto carbonílico o el catalizador, es preferentemente menor del 2% en peso, más preferentemente menor del 1% en peso, de la forma más preferente menor del 0,2% en peso. Resultan preferentes composiciones más concentradas de BMTP porque conllevan menores costes de transporte para el suministro de BMTP a la planta de producción.

La cantidad molar exacta de composición promotora de catalizador BMTP como carga fresca inicial hacia el sistema de reacción depende de las condiciones concretas de reacción aplicadas, del tipo de compuestos fenólico y carbonílico seleccionados y del tipo de catalizador utilizado. Sin embargo, habitualmente la relación molar de compuesto promotor de catalizador BMTP con respecto a compuesto carbonílico utilizado como carga fresca inicial hacia la zona de reacción del procedimiento según la presente invención está comprendida entre 0,005:1 y 0,5:1, preferentemente entre 0,05:1 y 0,25:1. En una realización, para la fabricación de bisfenol A utilizando fenol y acetona como reactivos, la relación molar de compuesto promotor de catalizador BMTP con respecto a compuesto carbonílico está comprendida entre 0,025:1 y 0,25:1. Habitualmente, la cantidad de compuesto promotor de catalizador BMTP añadida a la mezcla de reacción es aproximadamente la mitad de la relación molar de un procedimiento de fabricación de bisfenol A equipado para la adición de metil mercaptano, ya que 1 mol de promotor de catalizador BMTP da lugar a dos moles del correspondiente promotor de catalizador de mono mercaptano.

Un método para la carga inicial del BMTP en el sistema de reacción consiste en lo siguiente:

El compuesto fenólico se incorpora al reactor de condensación CR. Todo el compuesto fenólico anterior fluye a través del flujo de compuesto fenólico/licor madre -1- y el flujo de alimentación del reactor de condensación -126- hacia el reactor CR y el compuesto fenólico fluye a través del primer flujo de compuesto fenólico -5- hacia la columna de absorción de promotor PC. El compuesto fenólico fluye desde el reactor de condensación CR hacia la columna de deshidratación DC a través del flujo de efluente del reactor de condensación -3- y sale de la columna de deshidratación DC a través del flujo de residuo de la columna de deshidratación -8-. El flujo de compuesto fenólico también se establece desde la parte inferior de la columna de absorción de promotor PC hacia el flujo de residuo -6- de la columna de promotor y el flujo de alimentación del reactor de condensación -126-. El flujo de compuesto carbonílico -2- no contiene ningún flujo en este momento. Se introduce agua desmineralizada o purificada de un modo similar en el sistema hasta una cantidad comprendida entre el 0,5% en peso y el 2% en peso de las existencias del reactor (aproximadamente el 2,5-10,0% molar). El agua se puede introducir en la columna de absorción de promotor PC en su parte superior o inferior, por ejemplo en los flujos -6- o -126-, o en el flujo de compuesto fenólico/licor madre -1-, o directamente en el reactor de condensación CR. A continuación, se introduce BMTP en el sistema hasta que la cantidad de metil mercaptano en el reactor de condensación CR está comprendida entre aproximadamente el 0,25% en peso y el 2,0% en peso, preferentemente entre aproximadamente el 0,5% en peso y el 1,0% en peso (o entre el 0,95 y el 1,9% molar). Durante este procedimiento de puesta en marcha, el agua se encuentra en exceso. Por ejemplo, el BMTP se añade a una velocidad suficiente para mantener una relación molar agua/metil mercaptano en el reactor de condensación durante la puesta en marcha mayor de aproximadamente 1,0, preferentemente mayor de aproximadamente 2,0, hasta que la cantidad de metil mercaptano en el reactor de condensación alcanza entre aproximadamente el 0,25% en peso y aproximadamente el 2,0% en peso, preferentemente entre aproximadamente el 0,5% en peso y aproximadamente el 1,0% en peso. La velocidad de inyección del BMTP es hasta cierto punto arbitraria y depende del diseño de las conducciones y las bombas, pero se ajusta de tal modo que se asegura que el agua esté siempre en exceso molar con respecto al metil mercaptano. El BMTP total introducido es equivalente a aproximadamente el 0,5% en peso (0,95% molar) de las existencias del reactor. La ubicación del punto de inyección inicial de BMTP es, como mínimo, uno de los puntos A, B, C o D. El punto A se encuentra dentro del circuito de recirculación creado por el flujo de recirculación de vapor -11- que sale de la columna de absorción de promotor PC y el punto en el que éste se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4-, antes de la bomba P1. Dicho de otro modo, el punto A se encuentra en el flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4- posterior a la columna de deshidratación DC, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor -11- se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4- y anterior a la bomba P1 que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4-. El punto B se encuentra en el segundo flujo de compuesto fenólico -9- hacia el orificio de entrada del anillo líquido de la bomba P1. El punto C se encuentra en la columna de absorción de promotor PC, preferentemente por encima del nivel de líquido de la misma. El punto D se encuentra en el flujo -2-, en el que no fluye ningún compuesto carbonílico.

Una vez se ha cargado en la zona de reacción la carga fresca inicial de composición de BMTP, por la siguiente razón, el procedimiento sólo requiere ventajosamente pequeñas cantidades de BMTP como carga fresca de ajuste para continuar obteniendo el rendimiento deseado. El flujo o flujos de alimentación, formados por el compuesto fenólico, el compuesto carbonílico y el promotor de catalizador, se pone en contacto con un catalizador ácido durante un período suficiente para que tenga lugar la formación del producto polifenólico. En la zona de reacción que contiene el compuesto fenólico, el compuesto carbonílico, el catalizador ácido y el promotor de catalizador, el

- promotor de catalizador BMTP se hidroliza rápidamente dando lugar a sus productos de disociación, uno de los cuales es el promotor de catalizador metil mercaptano, un compuesto que presenta un grupo tiol unido covalentemente a un átomo de carbono. Una vez alcanzado el rendimiento deseado de polifenol mediante la reacción de condensación entre el compuesto fenólico y el compuesto carbonílico, el flujo de efluente de mezcla de reacción cruda resultante que contiene el producto polifenólico se suministra a una zona de separación a fin de separar el compuesto crudo de polifenol en un flujo de polifenol crudo, como mínimo, de una parte de otros compuestos, tales como compuestos carbonílicos sin reaccionar, compuestos fenólicos sin reaccionar, productos de disociación del promotor de catalizador, entre los cuales se encuentra el promotor de catalizador metil mercaptano, y agua subproducto de la reacción de condensación. Estos compuestos se pueden eliminar como flujo de cabeza o de forma fraccionada, por ejemplo, mediante destilación o destilación fraccionada. El método de separación no está limitado y puede ser cualquier método convencional para la separación de materiales de este tipo. Generalmente, la destilación es el método más sencillo y el más preferente. Sin embargo, se pueden utilizar otros métodos bien conocidos independientemente de la destilación o junto con ella en dicho procedimiento de separación.
- Todas las fracciones que contienen productos de disociación del BMTP, uno de los cuales es el promotor de catalizador mercaptano, se pueden reciclar a la zona de reacción o a cualquier flujo o reactivo que se suministre a la misma. Dichas fracciones se pueden reciclar directamente a la zona de reacción, u opcionalmente, aunque preferentemente, se pueden procesar adicionalmente a fin de enriquecer la concentración de promotor de catalizador mercaptano y recuperarlo antes de reciclarlo a la zona de reacción. Dependiendo de los medios de separación utilizados, todo el flujo de cabeza se puede suministrar a una zona de recuperación de mercaptano, o una fracción rica en mercaptano se puede suministrar a una zona de recuperación, o múltiples fracciones que contienen el promotor de catalizador mercaptano se pueden suministrar a una zona de recuperación. Los medios de recuperación del promotor de catalizador mercaptano no están limitados. Por ejemplo, un flujo que contiene los productos de disociación del BMTP, incluido el compuesto promotor de catalizador mercaptano, se puede suministrar a una columna de absorción de promotor de catalizador que comprende una columna diseñada para poner en contacto de manera eficiente el flujo con fenol. En la columna de absorción de promotor de catalizador, los productos de disociación del promotor de catalizador se absorben entre el resto de los productos de cabeza del separador. El método para recuperar el promotor de catalizador como producto de disociación no está limitado y puede ser cualquier técnica convencional, siempre y cuando la zona de recuperación enriquezca la concentración de promotor de catalizador mercaptano con relación a la concentración del promotor de catalizador mercaptano de la zona de separación. Generalmente, los productos de disociación del promotor de catalizador separados y recuperados que contienen el compuesto promotor de catalizador mercaptano se reciclan a la zona de reacción mediante una conducción de retorno.
- Esencialmente todo el promotor de catalizador mercaptano se puede reciclar hacia la zona de reacción solo con pérdidas mínimas. Una vez reciclado a la zona de reacción, el promotor de catalizador mercaptano vuelve a ser tan eficaz para potenciar la actividad del catalizador ácido y convertir selectivamente el compuesto carbonílico en el producto polifenólico como lo había sido cuando se formó a partir de la disociación del compuesto promotor de catalizador BMTP incorporado como carga fresca inicial a la zona de reacción. En consecuencia, tras la incorporación de la carga fresca inicial de BMTP a la zona de reacción, únicamente resulta necesaria una carga fresca de ajuste de composición promotora de catalizador BMTP para continuar alimentando el sistema de reacción a fin de compensar las pérdidas producidas durante la recuperación y reciclaje del promotor de catalizador mercaptano.
- En consecuencia, tras la incorporación de la carga fresca inicial de la composición promotora de catalizador BMTP a la zona de reacción, se pueden añadir cargas de ajuste del compuesto promotor de catalizador BMTP al sistema de reacción en función de la tasa de pérdidas experimentada por el procedimiento de separación y reciclaje de los correspondientes productos de disociación del promotor de catalizador hacia la zona de reacción. Habitualmente, más del 99% del promotor de catalizador de producto de disociación se recicla, lo que significa que se necesita cargar menos del 1% en peso por hora de BMTP como carga de ajuste con respecto al peso total de compuestos de mercaptano en el sistema de reacción. En una realización, para la fabricación de bisfenol A utilizando fenol y acetona como reactivos, el BMTP se carga en el sistema de reacción en el punto o puntos de inyección seleccionados en una cantidad suficiente para mantener un nivel de metil mercaptano dentro del reactor de condensación comprendido entre aproximadamente el 0,25 y aproximadamente el 2,0% en peso, preferentemente entre el 0,25 y aproximadamente el 1,5% en peso, más preferentemente entre aproximadamente el 0,25 y aproximadamente el 1,0% en peso. Se pueden introducir cantidades mayores o menores del promotor de catalizador BMTP, según resulte necesario.
- Así, una ventaja adicional de la utilización de promotor de catalizador BMTP es que, una vez incorporado como carga fresca inicial, el promotor de catalizador no tiene que fluir a través del procedimiento y eliminarse o transformarse o neutralizarse. Los productos de disociación del promotor de catalizador BMTP se volatilizan fácilmente, separándose completamente, y se pueden reciclar hacia la zona de reacción y utilizarse como promotor de catalizador.
- Las condiciones de reacción de los polifenoles son las condiciones de reacción conocidas por los expertos en la materia para la fabricación de polifenoles. Las condiciones de reacción específicas varían en función del tipo de



compuesto fenólico, disolvente, compuesto carbonílico y catalizador de condensación seleccionados. Habitualmente, los compuestos fenólicos y los compuestos carbonílicos se hacen reaccionar en un recipiente de reacción, ya sea por lotes o en modo continuo, a una temperatura comprendida entre aproximadamente 20°C y aproximadamente 130°C, preferentemente entre aproximadamente 50°C y aproximadamente 130°C.

5 Las condiciones de presión no están particularmente limitadas y la reacción puede tener lugar a presión atmosférica, subatmosférica o superatmosférica. Sin embargo, es preferente llevar a cabo la reacción sin ningún tipo de presión inducida desde el exterior o a una presión suficiente para forzar el avance de la mezcla de reacción a través de un lecho de catalizador, o forzar el flujo ascendente de la mezcla de reacción en un reactor vertical, o para mantener el contenido del recipiente de reacción en estado líquido si la reacción se lleva a cabo a una temperatura superior al punto de ebullición de alguno de los ingredientes. La presión y la temperatura se deben ajustar en condiciones tales que se mantengan los reactivos en fase líquida en la zona de reacción. La temperatura puede superar los 130°C, pero no debe ser tan elevada como para degradar alguno de los ingredientes del recipiente de reacción ni como para degradar el producto de reacción o facilitar la síntesis de una gran cantidad de subproductos no deseados. El tiempo de contacto está comprendido entre aproximadamente 15 minutos y aproximadamente 4 horas, o hasta que se alcanza el rendimiento deseado de polifenol. El tiempo de contacto de los reactivos de compuesto polifenólico y compuesto carbonílico sobre el catalizador ácido es equivalente a una velocidad espacial horaria en peso comprendida entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 10 h<sup>-1</sup>.

20 Los reactivos se introducen en la zona de reacción en condiciones que aseguran un exceso molar del compuesto fenólico con respecto al compuesto carbonílico. Preferentemente, el compuesto fenólico se hace reaccionar en un exceso molar considerable con respecto al compuesto carbonílico. Por ejemplo, preferentemente la relación molar de compuesto fenólico con respecto a compuesto carbonílico es, como mínimo, de aproximadamente 2:1, más preferentemente, como mínimo, de aproximadamente 4:1, y puede llegar hasta aproximadamente 25:1. Habitualmente, la relación molar de compuesto fenólico con respecto a compuesto carbonílico se mantiene en un valor comprendido entre aproximadamente 4:1 y aproximadamente 25:1.

30 Junto con el promotor de catalizador BMTP cargado en el sistema de reacción, es necesaria una pequeña cantidad de un agente de hidrólisis en dicha zona de reacción a fin de facilitar la disociación del promotor de catalizador BMTP en sus productos de disociación, por ejemplo, el metil mercaptano libre y la acetona. Un agente de hidrólisis adecuado es el agua, que se puede introducir en cualquiera de las cargas de alimentación, directamente a la zona de reacción, o se puede producir in situ mediante la reacción de condensación entre el compuesto carbonílico y el compuesto fenólico. Una relación molar de agua con respecto a promotor de catalizador BMTP comprendida entre aproximadamente 1:1 y aproximadamente 5:1 resulta suficiente para hidrolizar adecuadamente el promotor de catalizador BMTP. Esta cantidad de agua se produce in situ en condiciones típicas de reacción. Por lo tanto, no se necesita introducir más agua en la zona de reacción, aunque se puede añadir, opcionalmente, si se desea.

40 Normalmente, la reacción se lleva a cabo en un medio ácido con un pH comprendido entre 1 y 5. Los catalizadores de condensación utilizados en el procedimiento según la presente invención puede ser cualquiera de los catalizadores ácidos conocidos para la condensación de un compuesto fenólico con un compuesto carbonílico para preparar un polifenol. Dichos catalizadores ácidos pueden ser catalizadores heterogéneos. Entre los ejemplos de dichos catalizadores se incluyen los organopolisiloxanos que contienen grupos de ácido sulfónico, catalizadores sólidos de polímero perfluorado con grupos sulfónicos colgantes que se pueden neutralizar parcialmente, arcillas ácidas o resinas ácidas de intercambio iónico que presentan múltiples grupos sulfónicos colgantes.

45 A menudo, las resinas ácidas de intercambio iónico son resinas modificadas con mercaptano del tipo convencionalmente conocido en la técnica, que incluyen cualquier compuesto capaz de reaccionar con los grupos ácidos de la resina de intercambio catiónico para introducir un sustituyente mercapto en la resina. Entre los agentes modificadores de mercaptano adecuados para ser fijados en los lugares ácidos de la resina de intercambio iónico se incluyen alquil mercapto aminas tales como el propilaminopropil mercaptano, la bis-2-(mercaptoetil)-amina, la tiazolidina y similares.

55 Hasta cierto punto, la eficacia de la resina ácida de intercambio iónico en la etapa de condensación del procedimiento según la presente invención depende de su capacidad de intercambio, de tal modo que cuanto mayor es dicha capacidad de intercambio, más deseable resulta la resina. Preferentemente, la capacidad de intercambio catiónico es, como mínimo, de 0,5 y, más preferentemente, mayor de aproximadamente 4,0 meq/g de peso en seco. Además, las resinas de intercambio catiónico que presentan enlazados grupos de intercambio catiónico de los ácidos con un potencial de intercambio más fuerte resultan preferentes para su utilización en la etapa de condensación del procedimiento según la presente invención. Entre los ejemplos de resinas ácidas de intercambio catiónico adecuadas (para la modificación opcional con un agente de modificación de mercapto) para su utilización en la etapa de condensación del procedimiento según la presente invención se incluyen copolímeros sulfonados de estireno-divinilbenceno, polímeros de estireno sulfonados reticulados, resinas de fenol-formaldehído-ácido sulfónico, resinas de benceno-formaldehído-ácido sulfónico, resinas de ácido sulfónico perfluoradas y similares. Dichos ejemplos incluyen resinas comercializadas con nombres comerciales tales como Amberlites o Amberlysts (Rohm and Haas Co.), DOWEX (Dow Chemical Co.), Permutit QH (Permutit CO.), Chempro (Chemical Process Co.),

catalizadores de Purolite, Lewatit (LANXESS Deutschland GmbH), NAFIAN (DuPont) y similares. Resultan preferentes las resinas de copolímero de estireno-divinilbenceno sulfonadas de ácido fuerte.

5 Generalmente, las resinas aromáticas de ácido sulfónico están disponibles en el mercado o se pueden obtener en forma de sales sódicas y convertirse en la forma ácida antes de su utilización. Tanto las resinas macrorreticulares como las resinas microrreticulares resultan útiles en el procedimiento de condensación según la presente invención. Evidentemente, la selección de la resina depende de las materias primas, las condiciones de reacción y el efecto de una resina particular en las condiciones seleccionadas, determinación y selección que entra dentro de los conocimientos de la técnica.

10 La cantidad exacta de resina ácida de intercambio catiónico que se debe utilizar varía en cierta medida en función de la resina, la materia prima y las condiciones específicas utilizadas para el procedimiento. A modo de ejemplo, se carga catalizador suficiente en la zona de reacción para alcanzar un tiempo de contacto equivalente a una velocidad espacial horaria en peso comprendida entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 10 h<sup>-1</sup>. El flujo de alimentación que comprende el compuesto fenólico, el compuesto carbonílico y el promotor de catalizador ditioacetil pasa a través del catalizador de resina durante un período suficiente para llevar a cabo la formación del polifenol en función de la velocidad de alimentación, el tamaño del lecho de resina, la resina y el promotor de catalizador ditioacetil utilizados, y similares, tal como pueden determinar fácilmente los expertos en la materia.

15 Como zona de reacción se puede utilizar cualquier reactor adecuado. La reacción puede tener lugar en un único reactor o en múltiples reactores conectados en serie o en paralelo. El reactor puede ser un reactor de agitación continua o de flujo de pistón, la reacción se puede llevar a cabo en modo continuo o discontinuo y el reactor se puede orientar a fin de producir un flujo ascendente o descendente.

20 La presente invención no se limita a un método particular para recuperar el compuesto polifenólico, de modo que cualquier método conocido por los expertos en la materia resulta adecuado. Sin embargo, habitualmente el efluente de mezcla cruda de reacción procedente de la zona de reacción se suministra a un separador, tal como se ha mencionado anteriormente. El producto polifenólico, los isómeros polifenólicos, los compuestos fenólicos que no han reaccionado y una pequeña cantidad de diversas impurezas se extraen del separador en forma de producto de residuo. Dicho producto de residuo se puede suministrar a un separador adicional. La cristalización es un método común de separación de polifenoles, pero se puede utilizar cualquier método adecuado para separar dichos polifenoles del licor madre en función del grado de pureza que se desea para el producto polifenólico. Una vez separado, el licor madre que comprende los isómeros fenólicos y polifenólicos se puede retornar a la zona de reacción como reactivo.

25 A continuación, el polifenol separado del licor madre se puede suministrar de nuevo a otros procedimientos de separación y purificadores, como por ejemplo al procedimiento de recuperación de polifenoles. Esto puede ser particularmente importante cuando se requiere un producto muy puro, por ejemplo cuando el BPA se produce para su utilización en la preparación posterior de policarbonatos. Por lo general, dichas separaciones se pueden llevar a cabo beneficiosamente utilizando técnicas tales como recristalización.

30 A continuación, la presente invención se ilustra mediante los ejemplos siguientes, que no pretenden limitar en ningún sentido el espíritu y alcance de la invención tal como se describe en el presente documento.

#### 35 Ejemplo 1

La patente de EE.UU. 6.465.697, que se incorpora al presente documento como referencia, demuestra que la velocidad, la selectividad y la distribución de las especies de azufre para la fabricación catalizada por resina ácida de BPA mediante la introducción de BMTP libre como promotor de catalizador se comportan esencialmente del mismo modo que utilizando metil mercaptano (MeSH) incorporado como promotor del catalizador.

#### 40 Preparación de BMTP

45 Se introdujeron en un matraz de fondo redondo de tres bocas equipado con un agitador mecánico y un condensador de hielo seco de dedo frío 100 gramos de acetona, 5 gramos de CT122, una resina de gel de intercambio catiónico de estireno-divinilbenceno sulfonados y reticulados al 2% fuertemente ácida disponible en el mercado a través de Purolite y 96 g de metil mercaptano. Tras agitar a temperatura ambiente durante 3 horas y a 40°C durante 1 hora, la fase líquida se decantó en 200 ml de cloruro de metileno y la mezcla combinada y lavada se lavó con 100 ml de agua tres veces, se secó sobre sulfato de magnesio anhidro y se concentró mediante un rotavapor. El residuo se sometió a destilación fraccionada, obteniéndose 26 gramos de bismetiltiopropano (BMTP) con un punto de ebullición de 64-66°C a 27 torr. El análisis de la muestra por RMN <sup>13</sup>C dio un pico en δ12,35 ("δ" significa "delta"), que corresponde a la presencia del grupo CH<sub>3</sub>S, en δ29,63, que corresponde a un grupo CH<sub>3</sub>, y en δ54,47, que corresponde a la presencia de un átomo de carbono cuaternario.

Velocidad de reacción para la preparación de BPA

Se midieron mediante IR in situ las velocidades de condensación de acetona/fenol catalizada por la resina de intercambio catiónico fuertemente ácida CT122, por un lado, y potenciada con MeSH y BMTP, por otro. Se precalentó una mezcla de fenol, agua y CT122 a 75°C en un autoclave a presión autógena y a continuación se inyectó una solución de acetona y promotor. La composición molar relativa de la materia prima en la reacción potenciada con MeSH fue de 100 moles de fenol, 8,1 moles de acetona, 2,8 moles de agua y 1,04 moles de MeSH. La composición relativa molar de la materia prima en la reacción potenciada con BMTP fue la misma, excepto porque el MeSH se sustituyó por la mitad de moles de BMTP. La relación de pesos de fenol con respecto a CT122 fue de 100 a 3,17 en ambas reacciones. La mezcla se hizo reaccionar durante un período de aproximadamente 3 horas, tiempo durante el cual se midió la velocidad de reacción. Los resultados de este experimento demostraron que no hubo ningún período de inducción en la reacción potenciada con BMTP y su velocidad de primer orden para la conversión de la acetona fue prácticamente idéntica a la de una reacción potenciada con MeSH.

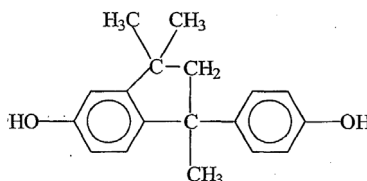
15 **Análisis de la selectividad**

Se midió por HPLC la selectividad de las soluciones de promotor de catalizador con respecto a la formación de BPA. Los siguientes datos de distribución del producto muestran que sustituir el MeSH por BMTP no tiene ningún efecto sobre la selectividad de la formación de BPA. Todos los valores numéricos se refieren a unidades relativas.

20

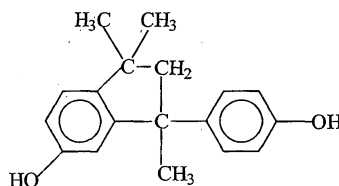
Promotor	% de conversión de acetona	p,p-BPA	o,p-BPA	o,o-BPA	CDA*	CDB**	BPX***	Unk. H****
MeSH	90	100	3,58	0,094	0,39	0,092	1,13	0,094
BMTP	90	100	3,52	0,091	0,4	0,1	1,2	0,11

\*Dímero cíclico A:

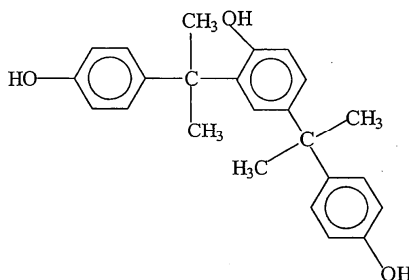


25

\*\*Dímero cíclico B:

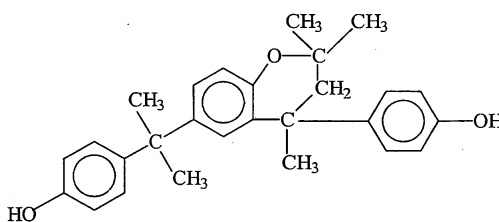


30 \*\*\*Trisfenol:



35

\*\*\*\*Codímeros de hidroxicumilo:



### Análisis de especies de azufre

- 5 Se midió la presencia de subproductos de azufre en las reacciones potenciadas con MeSH y BMTP mediante CG-EM de las mezclas de reacción. Los análisis pusieron de manifiesto la presencia de tres especies de azufre en cada caso: metil mercaptano (MeSH), BMTP y 4-tiometil-4-metil-2-pentanona (TMP). Las concentraciones relativas de las tres especies de azufre fueron prácticamente las mismas en las reacciones potenciadas con MeSH y BMTP. Este hecho es coherente con un rápido equilibrio de BMTP y MeSH que conduce a la misma distribución de especies de azufre en condiciones de reacción. Se demostró que la pequeña cantidad de disulfuro de dimetilo encontrada en la reacción potenciada con MeSH era una impureza presente en el MeSH. Todos los valores numéricos se refieren a áreas relativas.

Promotor	% de conversión de acetona	MeSH	BMTP	TMP	Disulfuro de dimetilo
MeSH	90	32,2	54,6	11,7	1,5
BMTP	90	37,8	51,8	10,4	0

### Ejemplo 2

Este ejemplo muestra el grado de disociación del BMTP en mezclas con fenol, acetona, agua y licor madre fenólico, tal como se muestra en la siguiente tabla.

Muestra nº.		1	2	3	4	5
		BMTP puro	BMTP y fenol	Alimentación del CR (fenol)	Alimentación del CR (licor madre)	Producto del CR
BMTP	% del S total	98,9	97,8	96,2	86,9	7,2
Agua	% en peso	-	-	0,08	0,34	1,75

- 20 La muestra 1 es BMTP sin diluir utilizado como promotor de catalizador. La muestra 2 es una mezcla de BMTP y fenol de grado comercial. La muestra 3 es una mezcla de BMTP, fenol de grado comercial y acetona de grado CL preparada como alimentación del reactor de condensación CR. La muestra 4 es una mezcla de BMTP, fenol de grado comercial, acetona de grado CL y flujo de reciclaje de licor madre procedente de la purificación del BPA. La muestra 5 es el flujo de efluente del reactor de condensación (flujo -3-) utilizando la muestra 4 como flujo de alimentación. Todas las muestras se analizan mediante cromatografía de gases con un detector específico para azufre. El porcentaje de área total de pico representado por el pico de BMTP se indica para cada muestra. La concentración de agua para las muestras 3 a 5 se determina mediante CG/DCT.

### Ejemplo 3

- Este ejemplo muestra la puesta en marcha del sistema de reacción representado en la figura 1 para la fabricación de BPA utilizando BMTP como promotor de la reacción de condensación catalizada por ácido entre fenol y acetona. Con el flujo de compuesto carbonílico -2- sin flujo, se carga fenol líquido en el reactor de condensación CR que contiene una resina ácida de intercambio iónico con una capacidad de intercambio catiónico mayor de aproximadamente 4,0 meq/g de peso en seco a través del flujo de compuesto fenólico/licor madre -1- y el flujo de alimentación del reactor de condensación -126-, y a través del primer flujo de compuesto fenólico -5- hacia la columna de absorción de promotor PC. La temperatura del contenido del reactor de condensación CR se lleva hasta aproximadamente 60°C. El fenol fluye desde el reactor de condensación CR hacia la columna de deshidratación DC a través del flujo de efluente del reactor de condensación -3- y sale de la columna de deshidratación DC a través del flujo de residuo de la columna de deshidratación -8- y el flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4-. El flujo de fenol también se establece desde la parte inferior de la columna de absorción de promotor PC hacia el flujo de residuo -6- de la columna de absorción de promotor y el segundo flujo de compuesto fenólico -9-. Se introduce agua en el reactor de condensación CR a través del flujo -126- incorporándolo a los flujos -1-, -2- y/o -6- para generar un nivel de agua de aproximadamente el 0,75% en peso de las existencias del reactor de condensación CR (aproximadamente el 3,75% molar). A continuación se introduce BMTP en el sistema a través del punto de inyección A hasta que el nivel de metil mercaptano en el reactor de condensación CR llega aproximadamente al 0,5% en peso

(0,95% molar). El agua se mantiene en exceso durante este procedimiento controlando la velocidad de inyección de BMTP en el punto A a fin de asegurar que el agua se encuentra en exceso molar con respecto al metil mercaptano. Por ejemplo, la relación molar agua/metil mercaptano en el reactor de condensación se mantiene por encima de aproximadamente 1,0, preferentemente por encima de aproximadamente 2,0. El BMTP total introducido en el sistema es tal que es equivalente aproximadamente al 0,5% en peso (0,95% molar) de las existencias del reactor de condensación CR. El punto A se encuentra dentro del circuito de recirculación creado por el flujo de recirculación de vapor -11- que sale de la columna de absorción de promotor PC y el punto en el que éste se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación -4-, antes de la bomba P1. Cabe señalar que el BMTP no se inyecta a un flujo casi estancado durante la puesta en marcha.

#### Ejemplo 4

En el sistema de reacción puesto en marcha tal como se describe en el ejemplo 3, se incorpora acetona líquida en el flujo de compuesto carbonílico -2- para alcanzar el equilibrio de materia en la operación de fabricación de BPA del siguiente modo: el flujo de efluente del reactor de condensación -3- comprende aproximadamente 540 partes de fenol, 257 partes de BPA, 18 partes de agua, 5 partes de acetona, 9 partes de metil mercaptano y 90 partes de otras especies. El flujo de vapor de cabeza de la columna de deshidratación -4- comprende aproximadamente 5 partes de acetona, 1 parte de agua y 9 partes de metil mercaptano, y el flujo líquido de residuo de la columna de deshidratación -8- comprende aproximadamente 257 partes de BPA y 538 partes de fenol. El flujo líquido de residuo de la columna de absorción de promotor -6- comprende aproximadamente 249 partes de fenol, 5 partes de acetona, 9 partes de metil mercaptano y 1 parte de agua.

Todas las patentes, solicitudes de patente, procedimientos de ensayo, documentos de prioridad, artículos, publicaciones, manuales y otros documentos citados en el presente documento se incorporan en su totalidad como referencia en todo aquello que no sea incoherente con la presente invención y todas las jurisdicciones en las que se permite dicha incorporación.

Cuando en el presente documento se indican límites numéricos inferiores y límites numéricos superiores, se contemplan intervalos comprendidos entre cualquier límite inferior y cualquier límite superior.

Aunque las realizaciones ilustrativas de la presente invención se han descrito con precisión, debe entenderse que el experto en la materia reconocerá y será capaz de aplicar fácilmente diversas modificaciones sin apartarse del espíritu y el alcance de la presente invención. De este modo, no se pretende que el alcance de las reivindicaciones adjuntas se limite a los ejemplos y descripciones desarrollados en el presente documento, sino que se pretende que las reivindicaciones se interpreten de tal modo que abarquen todas las características de novedad patentable que comprende la presente invención, incluidas todas las características que los expertos en la materia a la que pertenece la invención considerarían equivalentes de la misma.

En los puntos siguientes se describen realizaciones preferentes de la invención:

1. Un sistema de reacción de procedimiento para la fabricación de polifenol en condiciones de fabricación de polifenol, que comprende un flujo de compuesto fenólico/líquido madre, un flujo de compuesto carbonílico, un reactor de condensación que comprende un catalizador ácido y se mantiene en condiciones de fabricación de polifenol, un flujo de efluente del reactor de condensación hacia una columna de deshidratación, una columna de deshidratación, un flujo de cabeza de la columna de deshidratación sometido a vacío generado por una primera bomba posterior que se dirige a una columna de absorción de promotor, un flujo de salida lateral de la columna de deshidratación, un flujo de residuo de la columna de deshidratación, una columna de absorción de promotor, un flujo de evacuación desde la columna de absorción de promotor, un flujo de recirculación de vapor desde la columna de absorción de promotor hacia el flujo de cabeza de la columna de deshidratación en un punto anterior a la primera bomba, un flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, un primer flujo de compuesto fenólico, un segundo flujo de compuesto fenólico hacia el orificio de entrada del anillo líquido de la primera bomba y un flujo de alimentación del reactor de condensación que comprende el flujo de compuesto fenólico/licor madre, el flujo de compuesto carbonílico y el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor hacia el reactor de condensación que comprende un catalizador ácido, comprendiendo dicho sistema de reacción de procedimiento un reactivo de compuesto fenólico, un reactivo de compuesto carbonílico y composiciones promotoras de catalizador de bismetiltiopropano, incorporándose dicha composición promotora de catalizador de bismetiltiopropano a dicho sistema de reacción de procedimiento, como mínimo, en uno de los puntos siguientes: (a) el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (aa) el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto anterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (b) el segundo flujo de compuesto fenólico hacia el orificio de entrada del anillo líquido de la primera bomba que genera vacío en dicha columna de deshidratación, (c) la columna de absorción de

promotor, (d) el flujo de compuesto carbonílico, en un punto anterior a la intersección con el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, (e) el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, en un punto anterior a la intersección con el flujo de compuesto carbonílico, o (f) el flujo de compuesto fenólico/licor madre.

5 2. El sistema de procedimiento, según el punto 1, en el que el compuesto fenólico comprende fenol y el compuesto carbonílico comprende acetona.

10 3. El sistema de procedimiento, según el punto 1, en el que dicho catalizador ácido comprende una resina ácida de intercambio catiónico con una capacidad de intercambio catiónico mayor de 4,0 meq/g de peso en seco.

15 4. El procedimiento, según el punto 1, en el que las condiciones de fabricación de polifenol incluyen una temperatura comprendida entre aproximadamente 20°C y aproximadamente 130°C y un tiempo de contacto de los compuestos polifenólicos y carbonílicos sobre el catalizador ácido equivalente a una velocidad espacial horaria en peso comprendida entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 10 h<sup>-1</sup>.

20 5. El sistema de procedimiento, según el punto 1, en el que dicho producto polifenólico comprende bisfenol A.

25 6. El sistema de procedimiento, según el punto 1, en el que dicha composición promotora de catalizador se incorpora a dicho sistema de reacción de procedimiento, como mínimo, en uno de los puntos siguientes: (a) el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (aa) el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto anterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (b) el segundo flujo de compuesto fenólico hacia el orificio de entrada del anillo líquido de la primera bomba que genera vacío en dicha columna de deshidratación, (c) la columna de absorción de promotor, o (d) el flujo de compuesto carbonílico en un punto anterior a la intersección con el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor.

35 7. El sistema de procedimiento, según el punto 6, en el que dicha composición promotora de catalizador se incorpora a dicho sistema de reacción de procedimiento en el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación.

40 8. El sistema de procedimiento, según el punto 7, en el que el compuesto fenólico comprende fenol y el compuesto carbonílico comprende acetona.

45 9. El sistema de procedimiento, según el punto 7, en el que dicho catalizador ácido comprende una resina ácida de intercambio catiónico con una capacidad de intercambio catiónico mayor de 4,0 meq/g de peso en seco.

50 10. El sistema de procedimiento, según el punto 7, en el que las condiciones de fabricación de polifenol incluyen una temperatura comprendida entre aproximadamente 20°C y aproximadamente 130°C y un tiempo de contacto de los compuestos polifenólicos y carbonílicos sobre el catalizador ácido equivalente a una velocidad espacial horaria en peso comprendida entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 10 h<sup>-1</sup>.

55 11. El sistema de procedimiento, según el punto 7, en el que dicho producto polifenólico comprende bisfenol A.

60 12. El sistema de procedimiento, según el punto 1, que se inicia con unas etapas que comprenden: (1) introducir el compuesto fenólico líquido en el reactor de condensación, que se mantiene a una temperatura comprendida entre aproximadamente 20°C y aproximadamente 130°C y que contiene catalizador ácido a través del flujo de alimentación del reactor de condensación que comprende el contenido del flujo de compuesto fenólico/licor madre y el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, (2) introducir el compuesto fenólico en la columna de absorción de promotor, (3) incorporar agua a la columna de absorción de promotor o al flujo de alimentación del reactor de condensación a una velocidad suficiente para obtener una cantidad de agua comprendida entre aproximadamente el 0,5% en peso y aproximadamente el 2,0% en peso de las existencias del reactor de condensación, (4) incorporar bismetilpropano al sistema de reacción por un punto de inyección a una velocidad suficiente para mantener una relación molar agua/metil mercaptano en el reactor de condensación mayor de aproximadamente 1,0 hasta que el metil mercaptano presente en el reactor de condensación alcanza una cantidad comprendida entre el 0,25% en peso y el 2,0%

5 en peso, en el que el punto de inyección de bismetiltiopropano es, como mínimo, uno de los siguientes: (a) el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (b) el segundo flujo de compuesto fenólico hacia el orificio de entrada del anillo líquido de la primera bomba que genera vacío en dicha columna de deshidratación, (c) la columna de absorción de promotor, o (d) el flujo de compuesto carbonílico en un punto anterior a la intersección con el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, y en el que la velocidad de inyección de bismetiltiopropano se controla a fin de asegurar que el agua se encuentra en exceso molar con respecto al metil mercaptano en el reactor de condensación.

10  
15 13. El sistema de procedimiento, según el punto 12, en el que el compuesto fenólico comprende fenol y el bismetiltiopropano se incorpora al sistema de reacción a través de un punto de inyección a una velocidad suficiente para mantener una relación molar agua/metil mercaptano en el reactor de condensación mayor de aproximadamente 1,0 hasta que el metil mercaptano presente en el reactor de condensación alcanza una cantidad comprendida entre el 0,5% en peso y el 1% en peso.

20 14. El sistema de procedimiento, según el punto 12, en el que el bismetiltiopropano se incorpora a dicho sistema de reacción de procedimiento en un punto de inyección del flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación.

25 15. El sistema de procedimiento, según el punto 1, en el que la relación molar de compuesto fenólico con respecto a compuesto carbonílico en el reactor de condensación es, como mínimo, de aproximadamente 2.

30 16. El sistema de procedimiento, según el punto 15, en el que la relación molar de compuesto fenólico con respecto a compuesto carbonílico en el reactor de condensación está comprendida entre aproximadamente 4 y aproximadamente 25.

35 17. El sistema de procedimiento, según el punto 15, en el que la cantidad de bismetiltiopropano que se incorpora a dicho sistema de reacción es suficiente para mantener una cantidad de metil mercaptano en el reactor de condensación comprendida entre aproximadamente el 0,25 y aproximadamente el 2,0% en peso.

40 18. El sistema de procedimiento, según el punto 2, en el que la relación molar de fenol con respecto a acetona en el reactor de condensación es, como mínimo, de aproximadamente 2.

45 19. El sistema de procedimiento, según el punto 18, en el que la relación molar de fenol con respecto a acetona en el reactor de condensación está comprendida entre aproximadamente 4 y aproximadamente 25.

50 20. El sistema de procedimiento, según el punto 18, en el que la cantidad de bismetiltiopropano que se incorpora a dicho sistema de reacción es suficiente para mantener una cantidad de metil mercaptano en el reactor de condensación comprendida entre aproximadamente el 0,25 y aproximadamente el 2,0% en peso.

55 21. El sistema de procedimiento, según el punto 6, en el que la relación molar de compuesto fenólico con respecto a compuesto carbonílico en el reactor de condensación es, como mínimo, de aproximadamente 2.

60 22. El sistema de procedimiento, según el punto 21, en el que la relación molar de compuesto fenólico con respecto a compuesto carbonílico en el reactor de condensación está comprendida entre aproximadamente 4 y aproximadamente 25.

65 23. El sistema de procedimiento, según el punto 21, en el que la cantidad de bismetiltiopropano que se incorpora a dicho sistema de reacción es suficiente para mantener una cantidad de metil mercaptano en el reactor de condensación comprendida entre aproximadamente el 0,25 y aproximadamente el 2,0% en peso.

24. El sistema de procedimiento, según el punto 7, en el que la relación molar de compuesto fenólico con respecto a compuesto carbonílico en el reactor de condensación es, como mínimo, de aproximadamente 2.

60 25. El sistema de procedimiento, según el punto 24, en el que la relación molar de compuesto fenólico con respecto a compuesto carbonílico en el reactor de condensación está comprendida entre aproximadamente 4 y aproximadamente 25.

65 26. El sistema de procedimiento, según el punto 24, en el que la cantidad de bismetiltiopropano que se incorpora a dicho sistema de reacción es suficiente para mantener una cantidad de metil mercaptano en el reactor de condensación comprendida entre aproximadamente el 0,25 y aproximadamente el 2,0% en peso.

27. El sistema de procedimiento, según el punto 8, en el que la relación molar de fenol con respecto a acetona en el reactor de condensación es, como mínimo, de aproximadamente 2.
- 5 28. El sistema de procedimiento, según el punto 27, en el que la relación molar de fenol con respecto a acetona en el reactor de condensación está comprendida entre aproximadamente 4 y aproximadamente 25.
- 10 29. El sistema de procedimiento, según el punto 27, en el que la cantidad de bismetiltiopropano que se incorpora a dicho sistema de reacción es suficiente para mantener una cantidad de metil mercaptano en el reactor de condensación comprendida entre aproximadamente el 0,25 y aproximadamente el 2,0% en peso.
- 15 30. Procedimiento de fabricación de un compuesto polifenólico en presencia de un catalizador ácido, en el que se introduce en una zona de reacción que contiene dicho catalizador ácido y se mantiene en condiciones de fabricación de polifenol un reactivo de compuesto fenólico, un reactivo de compuesto carbonílico y un promotor de catalizador que comprende bismetiltiopropano, comprendiendo dicho perfeccionamiento la adición de dicho promotor de catalizador a dicho procedimiento, como mínimo, en uno de los puntos siguientes: (a) un flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que un flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a una primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (aa) un flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a una columna de deshidratación, en un punto anterior al punto en el que un flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a una primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (b) un segundo flujo de compuesto fenólico hacia el orificio de entrada del anillo líquido de una primera bomba que genera vacío en una columna de deshidratación, (c) una columna de absorción de promotor, (d) un flujo de compuesto carbonílico, en un punto anterior a la intersección con un flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, (e) un flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, en un punto anterior a la intersección con un flujo de compuesto carbonílico, o (f) un flujo de compuesto fenólico/licor madre.
- 20 31. El procedimiento, según el punto 30, en el que el compuesto fenólico comprende fenol y el compuesto carbonílico comprende acetona.
- 25 32. El procedimiento, según el punto 30, en el que el catalizador ácido comprende una resina ácida de intercambio catiónico con una capacidad de intercambio catiónico mayor de 4,0 meq/g de peso en seco.
- 30 33. El procedimiento, según el punto 30, en el que las condiciones de fabricación de polifenol incluyen una temperatura comprendida entre aproximadamente 20°C y aproximadamente 130°C y un tiempo de contacto de los compuestos polifenólicos y carbonílicos sobre el catalizador ácido equivalente a una velocidad espacial horaria en peso comprendida entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 10 h<sup>-1</sup>.
- 35 34. El procedimiento, según el punto 30, en el que dicho producto polifenólico comprende bisfenol A.
- 40 35. El procedimiento, según el punto 30, en el que dicho promotor de catalizador se incorpora a dicho procedimiento, como mínimo, en uno de los puntos siguientes: (a) un flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que un flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a una primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (aa) un flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a una columna de deshidratación, en un punto anterior al punto en el que un flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a una primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (b) un segundo flujo de compuesto fenólico hacia el orificio de entrada del anillo líquido de una primera bomba que genera vacío en una columna de deshidratación, (c) una columna de absorción de promotor, (d) un flujo de compuesto carbonílico, en un punto anterior a la intersección con un flujo de residuo de la columna de absorción de promotor.
- 45 36. El procedimiento, según el punto 35, en el que dicha composición promotora de catalizador se incorpora a dicho procedimiento en un flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que un flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación.
- 50 37. El procedimiento, según el punto 36, en el que el compuesto fenólico comprende fenol y el compuesto carbonílico comprende acetona.
- 55 38. El procedimiento, según el punto 36, en el que el catalizador ácido comprende una resina ácida de intercambio catiónico con una capacidad de intercambio catiónico mayor de 4,0 meq/g de peso en seco.
- 60 65



5

39. El procedimiento, según el punto 36, en el que las condiciones de fabricación de polifenol incluyen una temperatura comprendida entre aproximadamente 20°C y aproximadamente 130°C y un tiempo de contacto de los compuestos polifenólicos y carbonílicos sobre el catalizador ácido equivalente a una velocidad espacial horaria en peso comprendida entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 10 h<sup>-1</sup>.

40. El sistema de procedimiento, según el punto 36, en el que dicho producto polifenólico comprende bisfenol A.

## REIVINDICACIONES

1. Sistema de reacción de procedimiento para la fabricación de polifenol en condiciones de fabricación de polifenol, que comprende un flujo de compuesto fenólico/líquido madre, un flujo de compuesto carbonílico, un reactor de condensación que comprende un catalizador ácido y se mantiene en condiciones de fabricación de polifenol, un flujo de efluente del reactor de condensación hacia una columna de deshidratación, una columna de deshidratación, un flujo de cabeza de la columna de deshidratación sometido a vacío generado por una primera bomba posterior que se dirige a una columna de absorción de promotor, un flujo de salida lateral de la columna de deshidratación, un flujo de residuo de la columna de deshidratación, una columna de absorción de promotor, un flujo de evacuación desde la columna de absorción de promotor, un flujo de recirculación de vapor desde la columna de absorción de promotor hacia el flujo de cabeza de la columna de deshidratación en un punto anterior a la primera bomba, un flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, un primer flujo de compuesto fenólico, un segundo flujo de compuesto fenólico hacia el orificio de entrada del anillo líquido de la primera bomba y un flujo de alimentación del reactor de condensación que comprende el flujo de compuesto fenólico/licor madre, el flujo de compuesto carbonílico y el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor hacia el reactor de condensación que comprende un catalizador ácido, comprendiendo dicho sistema de reacción de procedimiento un reactivo de compuesto fenólico, un reactivo de compuesto carbonílico y composiciones promotoras de catalizador de bismetiltiopropano, incorporándose dicha composición promotora de catalizador de bismetiltiopropano a dicho sistema de reacción de procedimiento, como mínimo, en uno de los puntos siguientes: (a) el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (aa) el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto anterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (b) el segundo flujo de compuesto fenólico hacia el orificio de entrada del anillo líquido de la primera bomba que genera vacío en dicha columna de deshidratación, (c) la columna de absorción de promotor, (d) el flujo de compuesto carbonílico, en un punto anterior a la intersección con el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, (e) el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, en un punto anterior a la intersección con el flujo de compuesto carbonílico, o (f) el flujo de compuesto fenólico/licor madre.
2. Sistema de procedimiento, según la reivindicación 1, en el que dichas composiciones promotoras de catalizador se incorporan a dicho sistema de reacción de procedimiento, como mínimo, en uno de los puntos siguientes: (a) el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (aa) el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto anterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (b) el segundo flujo de compuesto fenólico hacia el orificio de entrada del anillo líquido de la primera bomba que genera vacío en dicha columna de deshidratación, (c) la columna de absorción de promotor, o (d) el flujo de compuesto carbonílico en un punto anterior a la intersección con el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor.
3. Sistema de procedimiento, según la reivindicación 2, en el que dicha composición promotora de catalizador se incorpora a dicho sistema de reacción de procedimiento en el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación,
4. Sistema de procedimiento, según la reivindicación 1 o la reivindicación 3, en el que el compuesto fenólico comprende fenol y el compuesto carbonílico comprende acetona.
5. Sistema de procedimiento, según la reivindicación 1 o la reivindicación 3, en el que dicho catalizador ácido comprende una resina ácida de intercambio catiónico con una capacidad de intercambio catiónico mayor de 4,0 meq/g de peso en seco.
6. Sistema de procedimiento, según la reivindicación 1 o la reivindicación 3, en el que las condiciones de fabricación de polifenol incluyen una temperatura comprendida entre 20°C y 130°C y un tiempo de contacto de los compuestos polifenólicos y carbonílicos sobre el catalizador ácido equivalente a una velocidad espacial horaria en peso comprendida entre 0,1 y 10 h<sup>-1</sup>.
7. Sistema de procedimiento, según la reivindicación 1 o la reivindicación 3, en el que dicho compuesto polifenólico comprende bisfenol A.
8. Sistema de procedimiento, según la reivindicación 1, que se inicia con unas etapas que comprenden: (1) introducir el compuesto fenólico líquido en el reactor de condensación, que se mantiene a una temperatura comprendida entre

- 20°C y 130°C y que contiene catalizador ácido a través del flujo de alimentación del reactor de condensación que comprende el contenido del flujo de compuesto fenólico/licor madre y el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, (2) introducir el compuesto fenólico en la columna de absorción de promotor, (3) incorporar agua a la columna de absorción de promotor o al flujo de alimentación del reactor de condensación a una velocidad suficiente para obtener una cantidad de agua comprendida entre el 0,5% en peso y el 2,0% en peso de las existencias del reactor de condensación, (4) incorporar bismetiltiopropano al sistema de reacción por un punto de inyección a una velocidad suficiente para mantener una relación molar agua/metil mercaptano en el reactor de condensación mayor de aproximadamente 1,0 hasta que el metil mercaptano presente en el reactor de condensación alcanza una cantidad comprendida entre el 0,25% en peso y el 2,0% en peso, en el que el punto de inyección de bismetiltiopropano es, como mínimo, uno de los siguientes: (a) el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (b) el segundo flujo de compuesto fenólico hacia el orificio de entrada del anillo líquido de la primera bomba que genera vacío en dicha columna de deshidratación, (c) la columna de absorción de promotor, o (d) el flujo de compuesto carbonílico en un punto anterior a la intersección con el flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, y en el que la velocidad de inyección de bismetiltiopropano se controla a fin de asegurar que el agua se encuentra en exceso molar con respecto al metil mercaptano en el reactor de condensación.
- 5 9. Sistema de procedimiento, según la reivindicación 8, en el que el compuesto fenólico comprende fenol y el bismetiltiopropano se incorpora al sistema de reacción a través de un punto de inyección a una velocidad suficiente para mantener una relación molar agua/metil mercaptano en el reactor de condensación mayor de aproximadamente 1,0 hasta que el metil mercaptano presente en el reactor de condensación alcanza una cantidad comprendida entre el 0,5% en peso y el 1% en peso.
- 10 10. Sistema de procedimiento, según la reivindicación 8, en el que el bismetiltiopropano se incorpora a dicho sistema de reacción de procedimiento en un punto de inyección del flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación.
- 15 11. Sistema de procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la relación molar de compuesto fenólico con respecto a compuesto carbonílico en el reactor de condensación es, como mínimo, 2, preferentemente entre 4 y 25.
- 20 12. Sistema de procedimiento, según la reivindicación 11, en el que la cantidad de bismetiltiopropano que se incorpora a dicho sistema de reacción es suficiente para mantener una cantidad de metil mercaptano en el reactor de condensación comprendida entre el 0,25 y el 2,0% en peso.
- 25 13. Procedimiento de fabricación de un compuesto polifenólico en presencia de un catalizador ácido, en el que se introduce en una zona de reacción que contiene dicho catalizador ácido y se mantiene en condiciones de fabricación de polifenol un reactivo de compuesto fenólico, un reactivo de compuesto carbonílico y un promotor de catalizador que comprende bismetiltiopropano, comprendiendo dicho perfeccionamiento la adición de dicho promotor de catalizador a dicho procedimiento, como mínimo, en uno de los puntos siguientes: (a) un flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que un flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a una primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (aa) un flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a una columna de deshidratación, en un punto anterior al punto en el que un flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a una primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (b) un segundo flujo de compuesto fenólico hacia el orificio de entrada del anillo líquido de una primera bomba que genera vacío en una columna de deshidratación, (c) una columna de absorción de promotor, (d) un flujo de compuesto carbonílico, en un punto anterior a la intersección con un flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, (e) un flujo de residuo de la columna de absorción de promotor, en un punto anterior a la intersección con un flujo de compuesto carbonílico, o (f) un flujo de compuesto fenólico/licor madre.
- 30 14. Procedimiento, según la reivindicación 13, en el que dicho promotor de catalizador se incorpora a dicho procedimiento, como mínimo, en uno de los puntos siguientes: (a) el flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que el flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación, (aa) un flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto anterior al punto en el que un flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a una primera bomba que genera vacío en una columna de deshidratación, (c) una columna de absorción de promotor, (d) un flujo de compuesto carbonílico, en un punto anterior a la intersección con un flujo de residuo de la columna de absorción de promotor.
- 35 40 45 50 55 60 65

- 5 15. Procedimiento, según la reivindicación 14, en el que dicha composición promotora de catalizador se incorpora a dicho procedimiento en un flujo de cabeza de la columna de deshidratación posterior a la columna de deshidratación, en un punto posterior al punto en el que un flujo de recirculación de vapor se cruza con el flujo de cabeza de la columna de deshidratación y anterior a la primera bomba que genera vacío en dicho flujo de cabeza de la columna de deshidratación.
- 10 16. Procedimiento, según la reivindicación 13 o la reivindicación 15, en el que el compuesto fenólico comprende fenol, el compuesto carbonílico comprende acetona y el compuesto polifenólico comprende bisfenol A.
17. Procedimiento, según la reivindicación 13 o la reivindicación 15, en el que el catalizador ácido comprende una resina ácida de intercambio catiónico con una capacidad de intercambio catiónico mayor de 4,0 meq/g de peso en seco.
- 15 18. Procedimiento, según la reivindicación 13 o la reivindicación 15, en el que las condiciones de fabricación de polifenol incluyen una temperatura comprendida entre 20°C y 130°C y un tiempo de contacto de los compuestos polifenólicos y carbonílicos sobre el catalizador ácido equivalente a una velocidad espacial horaria en peso comprendida entre 0,1 y 10 h<sup>-1</sup>.

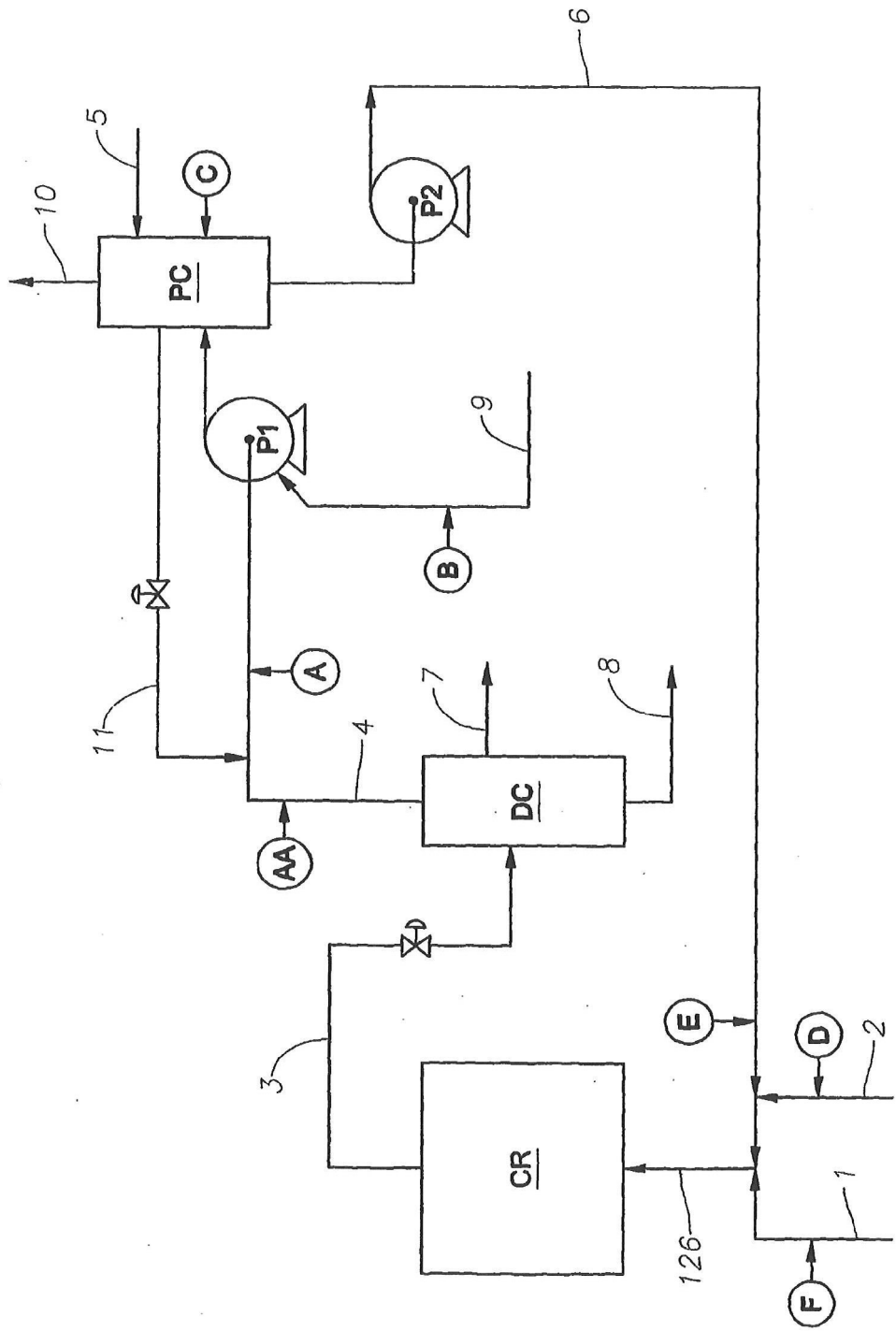


FIG. 1