

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 378 993**

51 Int. Cl.:
C07C 37/86 (2006.01)
C07C 39/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **05712610 .4**
96 Fecha de presentación: **03.02.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1776326**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **25.04.2007**

54 Título: **Método para la eliminación de acetol a partir de fenol**

30 Prioridad:
09.08.2004 US 915723
16.09.2004 US 944315

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
19.04.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
19.04.2012

73 Titular/es:
Honeywell International Inc.
101 Colombia Road P.O. Box 2245
Morristown NJ 07962-2245, US

72 Inventor/es:
WIJESEKERA, Tilak P. y
BHINDE, Manoj V.

74 Agente/Representante:
Lehmann Novo, Isabel

ES 2 378 993 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

Método para la eliminación de acetol a partir de fenol

CAMPO DEL INVENTO

- 5 El presente invento se refiere al campo de la producción de fenol de alta pureza. Más particularmente, el presente invento se refiere a la eliminación de acetol a partir de fenol para obtener la deseada alta pureza.

ANTECEDENTES DEL INVENTO

10 El procedimiento corrientemente practicado para la producción de fenol implica la oxidación de cumeno para dar hidroperóxido de cumeno, seguida por la descomposición de éste, catalizada en condiciones ácidas, para dar fenol y acetona. El aislamiento del fenol a partir del producto de reacción implica la neutralización del catalizador de carácter ácido, seguido por una serie de etapas de destilación y separación. Los componentes de mas bajo punto de ebullición, tales como acetona, cumeno sin reaccionar así como α -metil-estireno (AMS), se recuperan en primer lugar, a partir del producto crudo, por destilación. El material remanente se introduce en una columna para la recuperación de fenol, en la que el fenol es separado por destilación con respecto de las impurezas de más alto punto de ebullición. Dependiendo de los procesos de destilación que se usen para recuperar acetona, cumeno y AMS, el fenol destilado puede contener unas cantidades secundarias de impurezas tales como óxido de mesitilo (MO), acetol (hidroxi-acetona) y otros compuestos carbonílicos alifáticos, compuestos olefinicos, acetofenona, cumil-fenoles así como 2- y 3-metil-benzofurano (MBF), además de unas cantidades residuales de acetona, cumeno y AMS. Tales impurezas son indeseables en un fenol usado en ciertas aplicaciones tales como la producción de bisfenol-A.

25 El MBF es un contaminante particularmente indeseable de un fenol que se usa para ciertas aplicaciones, tal como en la producción de bisfenol-A, que es un precursor para resinas de policarbonatos. Debido a la similar volatilidad, el MBF no puede ser separado del fenol por destilación fraccionada. Los documentos de patentes de los EE.UU. 5.064.507 y 4.857.151 describen un procedimiento de destilación en la presencia de agua (también denominado de eliminación de materiales volátiles por arrastre con vapor de agua) para reducir la cantidad de MBF en el fenol. Sin embargo, debido a los altos costos de la energía y a la necesidad de usar grandes columnas de destilación, este proceso es costoso en términos de inversión de capital y costos de funcionamiento. La patente de los EE.UU. 5.414.154 describe el uso de una resina intercambiadora de iones de carácter ácido fuerte para reducir el nivel de MBF por conversión del mismo en compuestos de más alto punto de ebullición. La patente de los EE.UU. 5.414.154 también mostró que la eficacia de la eliminación de MBF mediante un tratamiento con una resina aumenta con un incremento de la temperatura.

30 Aunque las resinas intercambiadoras de iones de carácter ácido fuerte eliminan también compuestos carbonílicos desde el fenol al entrar en contacto, el acetol reacciona con el fenol para producir más cantidad de MBF. La patente de los EE.UU. 5.414.154 enseña la necesidad de eliminar acetol a partir de fenol (p.ej. por tratamiento con una amina) antes de entrar en contacto con la resina para eliminar el MBF.

35 Aunque es eficaz, un tratamiento con aminas implica el uso de un reaccionante costoso, que se debe de purgar subsiguientemente a partir de la corriente de fenol.

40 Ambas patentes de los EE.UU. 3.810.946 y 6.489.519 describen el tratamiento de una corriente de fenol que contiene acetol con un ácido o con una resina de carácter ácido para eliminar el acetol. La patente británica 0 865 677 describe un procedimiento para eliminar acetol a partir de una corriente de fenol, en el que la corriente de fenol es calentada en la presencia o ausencia de un catalizador. Sin embargo, en todas estas patentes, el acetol es eliminado haciéndolo reaccionar con fenol para formar MBF, que subsiguientemente es purgado a partir de la corriente de fenol.

La patente europea 0 004 168 y la patente de los EE.UU. 4.857.151 describen unos procesos de destilación para eliminar acetol a partir de corrientes de fenol. Sin embargo, estos métodos implican el uso de aparatos de destilación con intensa inversión de capital.

45 La solicitud de patente europea EP 1 024 128 A describe un procedimiento para eliminar hidroxi-acetona a partir de un fenol que la contiene, cuyo procedimiento comprende tratar el fenol con unas bases en la fase de vapor.

50 La patente de los EE.UU. 6.486.365 B1 describe un procedimiento para la eliminación de acetol a partir de corrientes de fenol por calentamiento en la presencia de un catalizador del tipo de hidrotalcita para convertir el acetol en compuestos de punto de ebullición más alto, seguido por una destilación. Similarmente, el documento EP 0656 342 A describe un procedimiento para la eliminación de acetol a partir de corrientes de fenol por calentamiento en la presencia de un catalizador del tipo de zeolita durante 5 horas y por una subsiguiente rectificación.

Subsiste una necesidad de un método eficiente de bajo costo para la eliminación de acetol a partir de una corriente de fenol, que no afecte desfavorablemente a los rendimientos de fenol por formación de una importante cantidad de MBF adicional.

SUMARIO DEL INVENTO

5

El presente invento proporciona unas metodologías eficientes de bajo costo para la eliminación de acetol a partir de una corriente de fenol.

10

En el presente invento, un método para la eliminación eficiente con bajo costo de acetol a partir de fenol comprende calentar la corriente de fenol a una temperatura más alta que aproximadamente 175°C para convertir el acetol en compuestos de punto de ebullición más alto, distintos del metil-benzofurano. Éste se lleva a cabo con un hidróxido de metal alcalino (compuesto cáustico) añadido. Luego la corriente de fenol es destilada para separar el fenol desde los compuestos de punto de ebullición más alto.

15

En el presente invento, el acetol es eliminado de una manera efectiva sin hacer reaccionar una gran parte del acetol con fenol, y por lo tanto el presente método da como resultado una formación reducida de MBF y unos mejorados rendimientos de fenol.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La Figura 1 Ilustra la eliminación de acetol a partir de una corriente de fenol por calentamiento en un sistema cerrado a 198°C.

20

La Figura 2 Ilustra la eliminación de acetol a partir de una corriente de fenol por calentamiento en un sistema cerrado a 198°C en la presencia de 266 ppm (partes por millón) de un hidróxido de metal alcalino al 50 %.

DESCRIPCIÓN DEL INVENTO

25

Se ha descubierto que se puede eliminar acetol de una manera eficiente a partir de fenol con un bajo costo, al mismo tiempo que se reduce al mínimo la formación de metil-benzofurano (MBF). El tratamiento para eliminar acetol implica un tratamiento de un fenol destilado que contiene acetol a una temperatura elevada con una pequeña cantidad de un hidróxido de metal alcalino. Por este tratamiento, el acetol presente en el fenol crudo es convertido primariamente en productos de alto punto de ebullición distintos del MBF. Estos productos de alto punto de ebullición pueden luego ser separados del fenol a través de una destilación.

30

La eliminación de acetol es clave para la subsiguiente eliminación eficiente de MBF a partir del fenol crudo. Como es conocido, a las altas temperaturas y en las condiciones ácidas que se usan para convertir el MBF en productos separables con respecto del fenol, el acetol reacciona con el fenol para producir más cantidad en MBF. Esta reacción tiene el efecto doble de reducir la recuperación de fenol y hacer menos eficiente la eliminación de MBF a partir del producto.

35

En el invento, una corriente destilada de fenol que contiene acetol es calentada en un sistema cerrado a una temperatura elevada para convertir el acetol en compuestos de punto de ebullición más alto, distintos del MBF. El tratamiento térmico se lleva a cabo con adición de una pequeña cantidad de un hidróxido de metal alcalino. Si el tratamiento térmico se lleva a cabo sin la adición de un hidróxido de metal alcalino, el pH de la corriente de fenol deberá estar por encima de 2, de manera preferida por encima de 2,5. En general, éste es el pH de la corriente destilada de fenol procedente del producto de reacción neutralizado. Un pH más bajo puede conducir a unas cantidades adicionales de MBF. El hidróxido de metal alcalino es añadido preferiblemente como una solución concentrada, p.ej. al 50 por ciento en peso. De nuevo, el fenol es separado con respecto de los compuestos de punto de ebullición más alto a través de una destilación. Las temperaturas usadas para el tratamiento térmico serán desde por lo menos 175 hasta 225°C. El período de tiempo de tratamiento, la temperatura y la cantidad de hidróxido de metal alcalino usado (si se requiere) variarán basándose en la cantidad de acetol que se haya de eliminar desde la corriente de fenol. Como se ilustra en la Figura 1, en un tratamiento ilustrativo, 1.036 ppm de acetol se redujeron hasta menos de 10 ppm por calentamiento a 198°C durante alrededor de 4 horas sin la adición de nada de hidróxido de metal alcalino. En este ejemplo solamente 1 por ciento del acetol fue convertido en MBF. Como se ilustra en la Figura 2, en la presencia de 266 ppm de un hidróxido de metal alcalino al 50 %, 1.045 ppm de acetol fueron reducidos hasta menos de 10 ppm en solamente alrededor de 2 horas. Sin embargo, una proporción ligeramente más alta de acetol (~1,6 %) se convirtió en MBF. Se deberá puntualizar que la eliminación eficiente de acetol a temperaturas elevadas requiere un bajo contenido de agua en la corriente de fenol que se está tratando, por ejemplo menos de 1,5 por ciento basado en el fenol. Preferiblemente, el contenido de agua es reducido hasta aproximadamente 0,1 por ciento en peso. Se conocen en la especialidad diversos métodos para reducir el contenido de agua de unas corrientes orgánicas, y de fenol en particular. Otros ejemplos para reducir la cantidad de acetol desde 1.800 ppm se muestran en la Tabla 1 siguiente.

55

TABLA 1

Eliminación de acetol por tratamiento térmico con un hidróxido de metal alcalino añadido			
Desde 1.800 ppm de acetol hasta 10 ppm	Concentración del hidróxido de metal alcalino al 50 %		
Temperatura	260 ppm	525 ppm	1.100 ppm
175°C	> 7 h		
190°C	5 h	5 h	
198°C	4,5 h	3,5 h	2,3 h*

* 2,75 h en una concentración de agua de 1,5 %.

5 A continuación del tratamiento para eliminar acetol, el fenol es destilado a partir de los compuestos de punto de ebullición más alto, y se puede hacer pasar a un tratamiento con una resina de carácter ácido a una temperatura elevada para eliminar el MBF, tal como se describe en las patentes de los EE.UU. 5.414.154 y 6.388.144 B1.

10 El presente método para eliminar acetol a partir de fenol tiene la ventaja de ser mas barato que los métodos de la técnica anterior que implicaban el uso de unos aparatos de destilación tales como unas columnas super disociadoras (en inglés splitter) y de unos métodos de la técnica anterior que usaban unas costosas aminas. Además, el presente método tiene la ventaja de producir menos cantidad de MBF a partir del acetol que se está eliminando, que otros métodos de la técnica anterior, que utilizaban altas concentraciones de un hidróxido de metal alcalino o recurrían a múltiples tratamientos a altas temperaturas con resinas de carácter ácido.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para eliminar acetol a partir de una corriente de fenol, comprendiendo dicho método:
5 proporcionar una corriente de fenol que contiene acetol y que tiene un contenido de agua de 1,5 por ciento en peso o menos basado en el fenol,
añadir un hidróxido de metal alcalino a la corriente de fenol para obtener una concentración de metal alcalino de 600 ppm en peso o menos basada en el fenol,
calentar dicha corriente de fenol a una temperatura mayor que 175°C con el fin de convertir el acetol en compuestos de punto de ebullición más alto, distintos del metil-benzofurano, y
10 destilar dicha corriente de fenol para separar el fenol con respecto de dichos compuestos de punto de ebullición más alto.
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho hidróxido de metal alcalino es hidróxido de sodio.
3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la corriente de fenol es calentada a una temperatura de 175°C a 225°C.
- 15 4. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha corriente de fenol contiene hasta 1.800 ppm de acetol.
5. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha destilación es una destilación por evaporación súbita.
6. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho calentamiento se lleva a cabo durante un período de tiempo de 2 a 8 horas.
- 20 7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha corriente de fenol es tratada para reducir el contenido de agua hasta 0,1 por ciento en peso o menos basado en el fenol, antes de dicha adición de un hidróxido de metal alcalino.

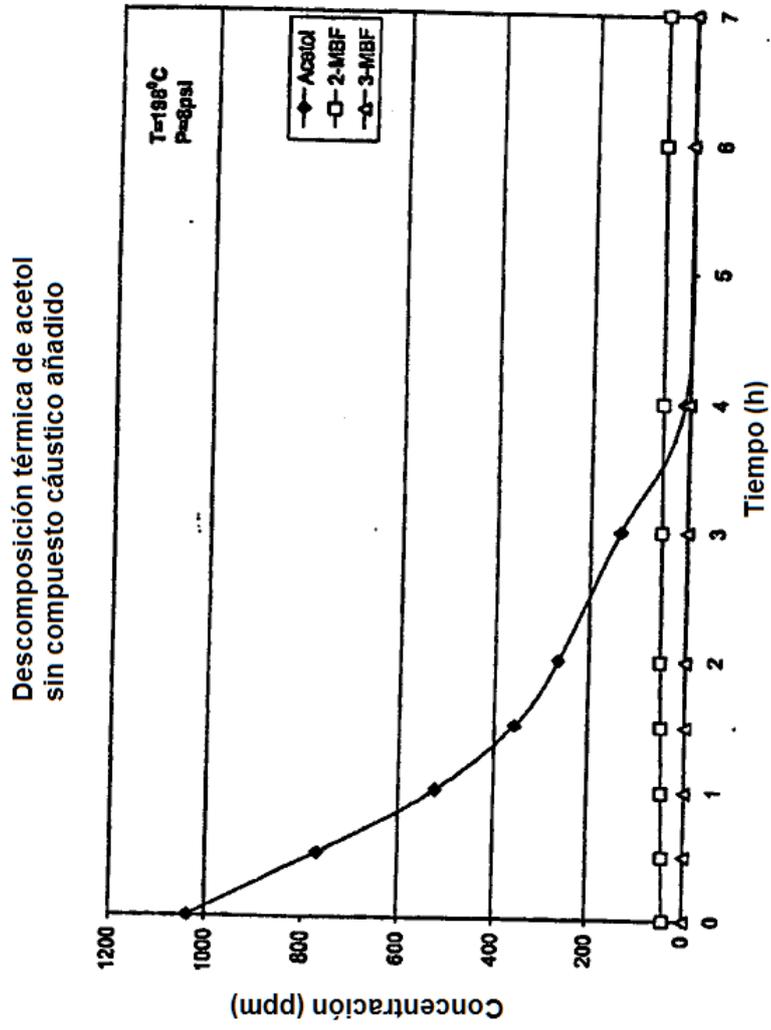


Figura 1

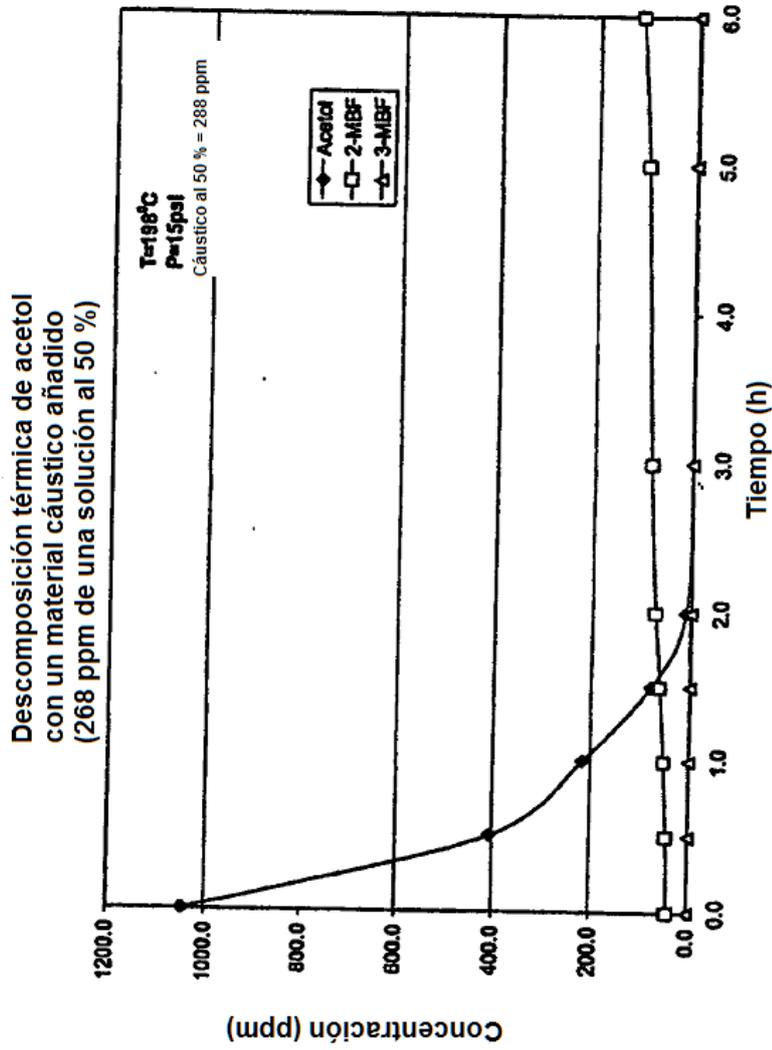


Figura 2