

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 406 364**

51 Int. Cl.:

C07C 409/10 (2006.01)

C07C 407/00 (2006.01)

B01J 19/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.12.2009 E 09799271 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.02.2013 EP 2376446**

54 Título: **Oxidación multietapa de cumeno**

30 Prioridad:

17.12.2008 EP 08171941

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

06.06.2013

73 Titular/es:

**BOREALIS AG (100.0%)
IZD Tower Wagramerstrasse 17-19
1220 Vienna, AT**

72 Inventor/es:

PUROLA, VELI-MATTI

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 406 364 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

Oxidación multietapa de cumeno.

Fundamento de la invención**Campo de la invención**

- 5 La presente invención tiene que ver con un proceso para la oxidación de cumeno a hidroperóxido de cumeno, en que se ha mejorado la configuración del proceso.

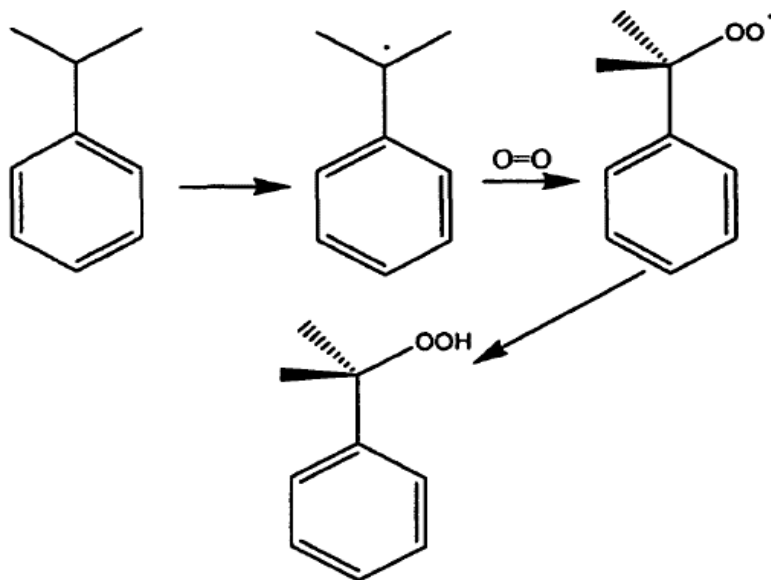
Descripción de la técnica relacionada

10 El fenol se fabrica normalmente a través de un procedimiento de cumeno, en donde el cumeno se oxida a hidroperóxido de cumeno (HPC) y la mezcla de productos de oxidación resultante se concentra y se somete a una reacción de escisión. Posteriormente, la mezcla del producto de escisión se conduce a una sección de destilación, en donde los productos principales de la reacción de escisión, es decir, fenol y acetona, se separan primero y después se purifican a través de una serie de etapas de destilación u otras etapas de purificación.

15 En la técnica anterior, la oxidación del cumeno se lleva a cabo generalmente usando un procedimiento llamado de oxidación húmeda, en que la oxidación tiene lugar en disolución con la ayuda de una disolución acuosa de, por ejemplo, un carbonato. Los procedimientos de oxidación seca, donde los únicos compuestos introducidos en la mezcla de reacción son el material de partida (cumeno) y el gas de oxidación, se están volviendo más comunes. Una desventaja de los procedimientos húmedos es que necesitan, entre otras, una etapa de eliminación del carbonato y neutralización de la mezcla oxidada acuosa, que se ha vuelto alcalina por el carbonato, antes de que el producto de oxidación (HPC) pueda concentrarse.

20 La oxidación en fase líquida del cumeno se explica en términos de un mecanismo radical por Kazua Hattori *et al.*, en Journal of Chemical Engineering of Japan, vol. 3, núm. 1, (1970), p. 72-78. Los productos secundarios principales formados en la oxidación son acetofenona y carbinol.

Se cree que el proceso sigue generalmente el siguiente esquema



25 La formación de acetofenona (AcPh) es problemática, ya que no se separa de la mezcla de producto corriente abajo de la oxidación. El carbinol, particularmente dimetilbencilalcohol (DMBA), se recupera parcialmente convirtiéndolo a α -metilestireno (AMS) y mediante la posterior hidrogenación de AMS a cumeno. Sin embargo, AMS como tal es una fuente de productos pesados, tales como dímeros de AMS, que no se recuperan corriente abajo.

La selectividad se calcula normalmente en una base molar desde los productos de oxidación de cumeno:

30 $2HPC / (HPC + AcPh + DMBA + 2PDC)$

(PDC = peróxido de dicumilo). Los valores típicos para la selectividad total en la oxidación están en el intervalo de 92-94%.

5 Los parámetros de operación y diseño de la oxidación, tal como la presión, la temperatura, la concentración de HPC, el tiempo de residencia, el número de reactores, los tratamientos de las corrientes de reciclado, los tratamientos del gas de salida y el enfriamiento de los reactores, tienen un efecto en la selectividad. Así, la combinación correcta de estos parámetros es importante. También es importante que las alimentaciones de cumeno y aire se traten apropiadamente para eliminar los inhibidores, tales como fenol, AMS, azufre y dióxido de carbono, u otras impurezas, tal como ácidos o bases inorgánicos o compuestos generadores de radicales libres, ya que estas impurezas pueden provocar la descomposición prematura de los HPC formados recientemente. La descomposición prematura de los HPC puede estar provocada también por el uso excesivo de bombas.

10 La oxidación del cumeno en hidroperóxido de cumeno (HPC) se ha descrito completamente en la técnica anterior (como en los documentos GB 1006319, JP 4305564, JP 2000290249, JP 2000302752 y JP 2003231674, además de en la patente europea EP 0816335 y el documento US 6.465.695), aunque hay aún una necesidad para mejorar adicionalmente el proceso mejorando la combinación de parámetros.

15 Se han intentado mejoras en la técnica anterior, por ejemplo, colocando los reactores de oxidación a alturas reducidas, como en el documento JP 2000290249, por lo que la necesidad de bombas u otros medios similares para mover la mezcla de reacción de oxidación de un reactor al siguiente se elimina, o haciendo la capacidad de los reactores de oxidación menores uno a uno, como en el documento JP 2000302752, por lo que el índice de reacción será mayor en el primer reactor. En el documento JP 2003231674, se ha intentado optimizar la reacción de oxidación limitando la velocidad del gas que contiene oxígeno burbujeado a través del reactor de oxidación.

Compendio de la invención

20 Es un objetivo de la presente invención proporcionar un proceso mejorado para la oxidación de cumeno.

Particularmente, es un objetivo de la presente invención proporcionar un proceso de oxidación, en donde los parámetros ventajosos del proceso se combinan en una forma nueva e inventiva.

Estos y otros objetos, junto con las ventajas de los mismos sobre procesos conocidos, se alcanzan mediante la presente invención, como se describe y reivindica en adelante.

25 La presente invención tiene que ver con un proceso para oxidar cumeno en hidroperóxido de cumeno usando aire u otro gas que contiene oxígeno. La presente invención tiene que ver además con un aparato adecuado para dicha oxidación.

30 Más específicamente, el proceso, aparato y uso de la presente invención, se definen en las reivindicaciones. Así, visto desde un aspecto, la invención proporciona un proceso para oxidar cumeno a hidroperóxido de cumeno usando un gas que contiene oxígeno, preferiblemente aire, cuyo proceso comprende

- conducir una alimentación de cumeno y una alimentación de gas que contiene oxígeno a al menos el primer reactor de oxidación en una serie de 3-8 reactores, formando así una mezcla de oxidación, y
- conducir la mezcla de oxidación formada de dicho reactor a al menos un reactor posterior en donde
- 35 - los reactores comprenden al menos un aparato de oxidación a menor presión (1) como el primer reactor en la serie y al menos un aparato de oxidación a mayor presión (2) como el último reactor en la serie;
- dicho al menos un aparato de oxidación a menor presión se opera a una presión de al menos presión atmosférica y dicho al menos un aparato de oxidación a mayor presión se opera a una presión de al menos 50 kPa (0,5 bar) más que dicho al menos un aparato de oxidación a menor presión.

40 Visto desde otro aspecto, la invención proporciona un proceso para oxidar cumeno a hidroperóxido de cumeno usando aire, cuyo proceso comprende

- conducir una alimentación de cumeno y una alimentación de aire a la sección del fondo de cada reactor de oxidación en una serie de 3-8 reactores, formando así una mezcla de oxidación, y
- conducir la mezcla de oxidación formada de un reactor al siguiente después de que una reacción de oxidación haya tenido lugar,

45 caracterizado por

- los reactores que consisten en aparatos de oxidación a baja presión (1) en el principio de la serie y aparatos de oxidación a alta presión (2) al final de la serie, operándose los aparatos de oxidación a baja presión a una presión de al menos presión atmosférica y operándose los aparatos de oxidación a alta presión a una presión de al menos 100 kPa (1 bar) más que los aparatos de oxidación a baja presión dichos.

50 Se apreciará que los términos reactor y aparato de oxidación se usan de forma intercambiable en este documento. Se obtienen considerables ventajas por medio de la invención. Así, la presente invención proporciona un proceso de

oxidación, en donde las etapas del proceso con bajas concentraciones de HPC pueden operarse con altas temperaturas, recipientes grandes, largos tiempos de residencia, pequeñas presiones estructurales y un compresor de aire a baja presión, enfocando así principalmente a maximizar la concentración de HPC y minimizar la formación de impurezas ligeras y ácidas, tales como ácido fórmico, mientras las etapas del proceso con mayores concentraciones de HPC pueden operarse con mayores temperaturas, recipientes más pequeños (y menores inventarios líquidos), tiempos de residencia más cortos, evitando el uso de bombas en la transferencia de líquido y evitando el uso de adsorbentes, tales como lechos de carbono, en el tratamiento de gases de salida, enfocando así principalmente en una alta selectividad sin pérdida de compuestos valiosos y una seguridad mejorada.

Después, la invención se describirá más detalladamente con referencia a los dibujos anexados y la siguiente descripción detallada.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 representa el proceso y el aparato según una realización preferida de la presente invención, para oxidar cumeno a hidroperóxido de cumeno usando aire.

Descripción detallada de las realizaciones preferidas de la invención

La presente invención tiene que ver con un proceso para oxidar cumeno a hidroperóxido de cumeno usando un gas que contiene oxígeno tal como aire. La alimentación de gas que contiene oxígeno es preferiblemente aire. Sin embargo, puede usarse gas con oxígeno más concentrado. El contenido en oxígeno del gas que contiene oxígeno puede ser hasta 100%, preferiblemente aproximadamente 22-80% en oxígeno. Los otros componentes de la alimentación de gas que contiene oxígeno serían gases inertes, típicamente nitrógeno. En una realización preferida, se usa aire sin modificación (es decir, sin un enriquecimiento en oxígeno) distinto de los procedimientos de limpieza/purificación documentados posteriormente.

El proceso de la invención comprende dirigir el cumeno a al menos el primer reactor en la serie. Típicamente esta alimentación de cumeno es bastante pura y contiene esencialmente cumeno y cantidades menores de impurezas. Preferiblemente por lo tanto, esta alimentación es al menos 95% en peso de cumeno, preferiblemente al menos 99% en peso de cumeno. Puede contener cumeno reciclado como se explica en más detalle posteriormente o el cumeno reciclado puede alimentarse de forma separada al primer (u otro) reactores en la serie. Esta alimentación de cumeno es preferiblemente una alimentación líquida. Aunque esta alimentación de cumeno fresco puede alimentarse a más de un reactor en la serie, se prefiere especialmente si el cumeno fresco (es decir, cumeno que no es parte de la mezcla de oxidación) se alimenta solo al primer reactor.

Junto con el cumeno, se alimenta también un gas que contiene oxígeno a al menos el primer reactor en la serie para formar así una mezcla de oxidación. La alimentación de cumeno y la alimentación de gas que contiene oxígeno se alimentan preferiblemente de forma separada, aunque de forma concebible éstas podrían alimentarse juntas.

Una vez que la mezcla de oxidación se forma en el primer reactor, forma HPC. Esta parte de la mezcla de oxidación que se desplaza por el líquido que se alimenta en un reactor, se conduce entonces del primer reactor a al menos un reactor posterior, preferiblemente el siguiente en la serie. Está dentro del alcance de la invención, sin embargo, que la mezcla de oxidación se rompa y se alimente a uno o más reactores posteriores. También está dentro del alcance de la invención que algunas transferencias se den en serie y algunas transferencias se rompan y se alimenten a diferentes reactores.

Así, los reactores pueden disponerse en paralelo o en serie o una mezcla de los mismos. Aparte de en el último reactor, la mezcla de oxidación procedente de un reactor se transferiría a al menos un reactor corriente abajo en la serie. La mezcla de oxidación de cada reactor se transfiere preferiblemente a al menos el siguiente reactor corriente debajo de la misma en la serie.

Los reactores en el proceso de la invención se conectan preferiblemente solo en serie, de manera que la mezcla de oxidación pasa de un reactor al siguiente en la serie. Se apreciará que el proceso de la invención marchará de forma continua por lo que habrá siempre nuevo material de alimentación entrando y material reaccionado dejando el reactor.

Así, a cada reactor posterior en la serie (es decir, no el primero), el material se transfiere preferiblemente desde el reactor previo. Así, una alimentación líquida que comprende cumeno no reaccionado, su producto de oxidación y las impurezas, se alimenta preferiblemente de reactor a reactor en la serie como la mezcla de oxidación. Así, aunque el cumeno se transfiere formalmente a cada reactor en la serie, es preferiblemente solo el primer reactor el que tiene una alimentación de cumeno dedicada y preferiblemente esencialmente pura. A todos los demás reactores, cualquier cumeno se añade preferiblemente solo como una parte no reaccionada de la mezcla de oxidación de transferencia y eso no se considera una "alimentación de cumeno" en este documento.

Se apreciará que la cantidad de cumeno en la mezcla de oxidación se reducirá mientras la mezcla de oxidación pasa de reactor a reactor ya que más cumeno se convierte a HPC y más se elimina desde los gases superiores. Mientras

la reacción progresa por tanto, cada mezcla de transferencia contiene preferiblemente menos cumeno y más HPC que la mezcla de transferencia previa.

5 Se alimenta también un gas que contiene oxígeno, preferiblemente a la sección del fondo, de cada reactor de oxidación, en la serie de 3-8 reactores, manteniendo así una mezcla de oxidación en cada reactor. A diferencia del cumeno por lo tanto, se añade preferiblemente gas fresco que contiene oxígeno a cada reactor en la serie. La alimentación de mezcla de oxidación y la alimentación de gas que contiene oxígeno se alimentan preferiblemente de forma separada aunque de forma concebible, éstas pueden alimentarse juntas.

Típicamente, el tiempo de residencia en los reactores a menor presión es de 1 a 4 horas. Típicamente, el tiempo de residencia en los reactores a mayor presión es de 1 a 4 horas.

10 Se prefiere si la alimentación de cumeno entra por la sección del fondo del primer reactor a menor presión aunque esto no es de ninguna manera crítico. El término "sección del fondo" de un reactor se entenderá fácilmente por el experto. Esto significa menos que la mitad del camino hacia arriba (de forma vertical) del reactor en cuestión.

15 También se prefiere si la alimentación de gas que contiene oxígeno entra por la sección del fondo del primer reactor a menor presión. Se prefiere si un gas que contiene oxígeno se alimenta a todos los reactores en la serie, de forma ideal a la sección del fondo de todos estos reactores. De forma ideal, todos los reactores en la serie se alimentan, por tanto, con gas fresco que contiene oxígeno.

20 El material transferido desde cualquier reactor al siguiente reactor en la serie puede alimentarse a cualquier punto del siguiente reactor aunque preferiblemente la mezcla de oxidación se alimenta a la sección del fondo del siguiente reactor. Esta transferencia puede darse dentro del reactor en si mismo ya que el conducto entre reactores pasaría a través de la sección superior del siguiente reactor y hacia abajo la longitud del siguiente reactor (dentro del siguiente reactor) hacia la base del mismo. Esto se ilustra en la Figura 1.

25 Al menos el primer reactor al comienzo de la serie es un aparato de oxidación a menor presión, mientras al menos un reactor posterior es un aparato de oxidación a mayor presión. Cualquier aparato de oxidación a menor presión se opera a una presión de al menos presión atmosférica. Cualquier aparato de oxidación a mayor presión se opera a una presión de al menos 50 kPa (0,5 barg) más, preferiblemente más de 100 kPa (1 barg) más, que dicho aparato de oxidación a menor presión. Donde hay múltiples reactores a menor y mayor presión, se apreciará que la presión en cualquier reactor a mayor presión debe ser al menos 50 kPa (0,5 barg) más que la mayor presión en cualquiera de los reactores a menor presión.

30 Por "menor presión" se entiende preferiblemente una presión de presión atmosférica hasta 400 kPa (3,0 barg), preferiblemente 101-400 kPa (0,01-3,0 barg), más preferiblemente 101-300 kPa (0,01-2,0 barg), tal como 105 a 250 kPa (0,05 a 1,5 barg). Preferiblemente, cualquier aparato de oxidación a menor presión se opera a alrededor de la presión atmosférica, por ejemplo, la presión atmosférica que prevalece donde está colocado el reactor.

Por "mayor presión" se entiende preferiblemente 201-1100 kPa (1,01-10,0 barg), preferiblemente 300-900 kPa (2,0-8,0 barg), más preferiblemente 350-700 kPa (2,5-6,0 barg), y lo más preferiblemente 400-550 kPa (3,0-4,5 barg).

35 Se aprecia que hay superposición entre los intervalos aquí. Se apreciará por lo tanto que para cualquier aparato de oxidación a mayor presión que tenga una presión de 250 kPa (1,5 barg) se necesitará que la presión en el(los) aparato(s) de oxidación a menor presión sea 200 kPa (1,0 barg) o menos, etcétera.

40 En una realización altamente preferida adicional, cualquier reactor a menor presión opera a una presión de 101 a 300 kPa (0,01 a 2,0 barg) y cualquier reactor a mayor presión opera a una presión de 400 a 550 kPa (3,0 a 4,5 barg).

El número de reactores a menor y mayor presión pueden variar. Debe haber, sin embargo, al menos uno de cada. De forma ideal, hay uno o dos reactores a menor presión al comienzo de la serie (reactores 1 y 2). Lo más preferiblemente, el primer reactor es un reactor a menor presión y es el único reactor a menor presión empleado.

45 El número de reactores a alta presión es preferiblemente 2 o más, tal como 3 a 5, preferiblemente 4. El número preferido de reactores totales es preferiblemente 5 o 6. El montaje más preferido implica un aparato de oxidación a menor presión seguido por cuatro aparatos de oxidación a mayor presión.

Se apreciará que donde hay múltiples reactores a menor presión, no hay necesidad de que todos ellos se operen a la misma presión. De forma similar, donde hay múltiples reactores a mayor presión no hay necesidad para que todos ellos se operen a la misma presión.

50 Lo que se prefiere, sin embargo, es que la menor presión en cualquier reactor a mayor presión sea al menos 50 kPa (0,5 bar) mayor que la mayor presión en cualquier reactor a menor presión.

Donde hay múltiples aparatos de oxidación a menor presión se prefiere si todos éstos se operan a la misma presión, más preferible alrededor de presión atmosférica.

Los aparatos de oxidación a mayor presión pueden operarse a diferentes presiones. Se prefiere sin embargo, si la presión en los reactores a mayor presión es la misma en todos los reactores.

5 Según una realización preferida de la presente invención, donde hay varios aparatos de oxidación a alta presión, en particular aquellos con la misma presión, éstos operan a niveles de líquido reducidos. En el contexto de la presente invención, el término "niveles de líquido reducidos" significa que la superficie superior de la mezcla de oxidación baja en cada reactor de oxidación después del primero a alta presión. El término no pretende limitar la forma en que están colocados los reactores, aunque los reactores pueden estar situados a alturas reducidas respecto al nivel del mar. El término niveles de líquido reducidos no significa por tanto que esté presente menos mezcla de oxidación, solo que la superficie superior de la mezcla de oxidación está más baja respecto al nivel del mar que el aparato de oxidación previo.

10 Según una realización preferida de la invención, en particular cuando las presiones entre reactores a alta presión son iguales, la mezcla de oxidación pasa hacia adelante por gravedad, mientras que desde un reactor a menor presión, la mezcla de oxidación puede pasarse de un reactor al siguiente usando una bomba. Preferiblemente, la mezcla pasa del último reactor a menor presión al primer reactor a mayor presión usando una bomba.

15 Según otra realización preferida de la invención, los gases de salida se separan de la mezcla de oxidación en la sección superior de cada reactor, después de lo cual se combinan y enfrían, por lo cual se forma un condensado que contiene cumeno no reaccionado. Este condensado de cumeno puede lavarse y reciclarse a la alimentación de cumeno.

20 En la presente invención, las impurezas, tal como ácido fórmico, metanol, formaldehído u otros componentes, cuyo equilibrio vapor líquido (EVL) favorece su separación del cumeno y el HPC a una presión baja, y que pueden entrar en los reactores con la alimentación o pueden formarse en los reactores durante la oxidación, se quitan de la mezcla de oxidación junto con el gas de oxidación en cualquiera de los aparatos de oxidación a menor presión.

25 Los componentes ácidos se condensan y neutralizan parcialmente en el sistema de condensación del gas de salida. Un lavado caustico realizado en el cumeno, que se ha separado de los gases de salida por condensación, elimina los ácidos además de otros componentes solubles en agua, que pueden tener un efecto en la oxidación.

El aparato de la presente invención contiene preferiblemente las siguientes partes (Fig. 1):

- 1 aparato de oxidación a menor presión
- 2 aparatos de oxidación a mayor presión
- 3 condensador(es) para los gases de salida de la oxidación a menor presión
- 30 4 condensador(es) para los gases de salida de la oxidación a mayor presión
- 5 adsorbente de carbono
- 6 aparato de oxidación térmica

Además, el aparato puede combinarse con lo siguiente (Fig. 1):

- 7 lavado de cumeno
- 35 8 depurador de aire en dos etapas para aire a menor presión
- 9 depurador de aire en dos etapas para aire a mayor presión
- 10 compresor de aire a menor presión
- 11 compresor de aire a mayor presión
- 12 sección de concentración de HPC

40 El aparato contiene así una serie de 3-8 reactores de oxidación, de los que uno o más, preferiblemente uno a tres, son aparatos de oxidación a menor presión 1, preferiblemente en forma de tanques o recipientes, y los restantes son aparatos de oxidación a mayor presión 2, preferiblemente en forma de columnas. Cada reactor 1, 2 puede estar provisto de un burbujeador de aire en el fondo del reactor 1, 2 para distribuir uniformemente el aire conducido al reactor 1, 2. La mezcla de oxidación puede pasarse a cada reactor 1, 2 a través de cualquier parte del reactor, por ejemplo, el fondo o la parte superior del reactor 1, 2 posterior. Preferiblemente, la mezcla de oxidación se transfiere desde la parte superior de cualquier aparato de oxidación al fondo del siguiente aparato de oxidación.

Como la oxidación es una reacción exotérmica, los reactores 1, 2 pueden necesitar enfriamiento externo. Por lo tanto, cada reactor 1, 2 puede estar equipado con un sistema de enfriamiento para la mezcla de oxidación.

Preferiblemente, se usan bobinas de enfriamiento interno en los reactores a mayor presión 2 para evitar bombeo adicional de la mezcla de oxidación.

Según una realización preferida, los aparatos de oxidación a mayor presión 2 se operan con niveles de líquido reducidos de manera que el primer aparato de oxidación a mayor presión se opera con el nivel de líquido más alto.

- 5 Según otra realización preferida de la presente invención, el aparato comprende además al menos uno, preferiblemente al menos dos, condensadores de gas de salida 3, 4 equipados con una inyección caustica y un lavado de condensado, para condensar el cumeno y los demás componentes orgánicos que siguen al aire a la sección superior de los reactores 1, 2. Un condensador de gas de salida 3 o 4 puede estar conectado a cada reactor 1, 2, o puede haber un condensador 3 para los gases de salida combinados de los aparatos de oxidación a menor presión 1 y un condensador 4 para los gases de salida combinados de los aparatos de oxidación a mayor presión 2.

El condensado procedente de los condensadores de gas de salida 3, 4 se lava preferiblemente con una disolución caustica en el condensador 3, 4 antes de ser conducidos además al lavado de cumeno 7, para lavar el cumeno reciclado.

- 15 Según otra realización de la invención, los gases de salida conducidos desde la oxidación, y opcionalmente desde los condensadores del gas de salida 3, 4, pueden conducirse además a un sistema de recuperación de cumeno. Un ejemplo de dicho sistema es un adsorbente de carbono 5. Este sistema de recuperación de cumeno podría utilizarse particularmente con los aparatos de oxidación a menor presión 1.

Los gases de salida no condensados pueden conducirse a un aparato de oxidación térmica 6, conectado a los condensadores 3, 4 para tratar los gases de salida.

- 20 Según otra realización preferida, el aparato comprende además depuradores de aire (u otro gas que contiene oxígeno) en dos etapas separados 8, 9 para purificar el aire a conducir en los reactores a menor presión 1 y los reactores a mayor presión 2, además de compresores de aire separados 10, 11 para comprimir el aire a conducir a los depuradores 8, 9.

- 25 El proceso de oxidación y el aparato de la presente invención pueden usarse para oxidar cualquier compuesto orgánico en su hidroperóxido. Preferiblemente, el aparato está dispuesto en un proceso de producción de fenol. El proceso de producción de fenol comprende típicamente etapas de proceso, en donde el fenol y la acetona se producen a través de la oxidación de cumeno a hidroperóxido de cumeno (HPC) y, posteriormente, en donde el HPC se concentra y se escinde en fenol, acetona y otros productos de escisión, cuyos productos se lavan y desalan, y finalmente en donde la acetona se separa del fenol y ambos productos se purifican.

- 30 Antes de la etapa de oxidación de cumeno mencionada, la alimentación de gas que contiene oxígeno necesaria para la oxidación y a menos la parte reciclada de la alimentación de cumeno, se purifican de impurezas ácidas, tales como ácidos y componentes sulfúricos, usando al menos una disolución caustica. Posteriormente, el cumeno se somete a oxidación, tal como oxidación seca, preferiblemente usando aire como el suministro necesario de oxígeno. La concentración del HPC formado durante la oxidación se aumenta en una serie de etapas de concentración.

- 35 Según un aspecto preferido de la invención, el HPC concentrado se procesa más, por ejemplo, sometiéndolo a un proceso de escisión. Según este aspecto preferido, la mezcla de producto de escisión obtenida se conduce adicionalmente a la sección de destilación del proceso de producción de fenol. En la sección de destilación, la mezcla de productos de escisión se destila, primero para separar un destilado en bruto, que contiene, por ejemplo, acetona, agua, cumeno, AMS, hidroxiacetona y óxido de mesitilo, desde un producto base en bruto, que contiene, por ejemplo, fenol, acetofenona, carbinol, óxido de mesitilo e hidrocarburos pesados, y además para separar impurezas del producto fenol y del producto acetona.

- 45 Según la presente invención, la oxidación se lleva a cabo o bien como una oxidación húmeda, es decir, en una disolución que comprende un compuesto básico, preferiblemente un carbonato, un bicarbonato o un hidróxido, más preferiblemente como una sal sódica o de potasio, o como una oxidación seca, es decir, sin la presencia de ningún compuesto básico y sin la presencia de ninguna fase acuosa en los reactores de oxidación 1, 2. Preferiblemente, la oxidación se lleva a cabo como una oxidación seca.

- 50 El cumeno puro se conduce preferiblemente a la sección del fondo de al menos el primer reactor a menor presión 1. Está dentro del alcance de la invención que el cumeno puro se alimente a alguno o todos los reactores en la serie. En una realización, el cumeno puro se alimenta a todos los reactores en la serie. En una realización preferida, el cumeno puro se alimenta solo al primer reactor a menor presión.

Un gas que contiene oxígeno se alimenta preferiblemente a al menos el primer reactor a menor presión 1. Está dentro del alcance de la invención que el gas que contiene oxígeno se alimente a alguno o todos los reactores en la serie. En la realización más preferida, el gas que contiene oxígeno se alimenta a todos los reactores en la serie.

- 55 El gas que contiene oxígeno, preferiblemente aire, puede distribuirse igualmente en el cumeno mediante un burbujeador de aire. El gas se lava preferiblemente en un depurador de aire en dos etapas 8, 9 antes de distribuirse,

usando primero una disolución caustica diluida y después agua para eliminar todas las trazas ácidas, tales como SO₂ y CO₂, y después todas las trazas causticas. Este proceso de lavado se lleva a cabo lo más preferiblemente como se describe en la solicitud de patente Europea núm. 07150212.

5 El cumeno que no se ha oxidado después de pasar el último reactor de oxidación 2 puede separarse del HPC y reciclarse para usarse como alimentación de cumeno después de lavarse. Este cumeno reciclado se lava preferiblemente usando primero una disolución caustica, que contiene preferiblemente 0,2 a 2,0% de NaOH, más preferiblemente aproximadamente 0,5% de NaOH, para purificarlo de ácidos, fenol y metanol, y después agua para purificarlo de trazas causticas. Asimismo, los condensados formados a partir de los gases de salida se combinan y se lavan usando primero una disolución caustica, que contiene preferiblemente 0,2 a 2,0% de NaOH, más
10 preferiblemente aproximadamente 0,5% de NaOH, para purificarlos de contaminantes que comprenden ácidos, fenol y metanol, y posteriormente usando agua, para purificarlos del exceso caustico, fenol y metanol. Estos procesos de lavado se llevan a cabo más preferiblemente como se describe en la solicitud de patente Europea núm. 07150215.

15 Los aparatos de oxidación a alta presión 2 se operan preferiblemente con niveles de líquido reducidos, y se colocan más preferiblemente a alturas reducidas, de manera que el primer reactor 2 que opera a una presión mayor se opera con el mayor nivel líquido, y se coloca preferiblemente en la altura más elevada, mientras que el último se opera con el nivel líquido menor, y se coloca preferiblemente en la altura más baja (en comparación al nivel del mar). Así, la mezcla de oxidación puede conducirse desde el primer reactor a menor presión al siguiente, y de los reactores a menor presión 1 a los reactores a mayor presión 2, usando una bomba, mientras que la única fuerza de conducción de líquido necesaria para pasar la mezcla de oxidación del primer reactor a mayor presión al siguiente es la
20 gravedad, por lo cual, en este punto no se necesitan bombas.

Esto da por resultado un tiempo de residencia minimizado de la mezcla de oxidación en los reactores a mayor presión 2. Además, no hay entrada de calor de las bombas que afecte a la descomposición de HPC.

Los reactores a menor presión se colocan preferiblemente a nivel del suelo.

25 Según una realización preferida de la presente invención, los reactores de oxidación a mayor presión 2 se operan a una presión que es al menos 100 kPa (1 bar) mayor que en los reactores a menor presión 1. Preferiblemente, los aparatos de oxidación a mayor presión 2 operan a una presión de 201-1100 kPa (1,01-10,0 barg), más preferiblemente aproximadamente 300-900 kPa (2,0-8,00 barg), incluso más preferiblemente 350-700 kPa (2,5-6,0 barg), y lo más preferiblemente 400-550 kPa (3,0-4,5 barg), mientras los reactores a baja presión 1 operan a una presión menor, hasta 400 kPa (3,0 barg), preferiblemente 101-400 kPa (0,01-3,0 barg), más preferiblemente 101-300
30 kPa (0,01-2,00 barg), tal como 105 a 250 kPa (0,05 a 1,5 barg) o 105 a 200 kPa (0,05 a 1,0 barg).

Los inventarios líquidos de los reactores a menor presión 1 son preferiblemente mayores en comparación a los inventarios líquidos de cualquiera de los reactores a mayor presión 2. Más preferiblemente, la diferencia en inventarios es 30-500%, lo más preferiblemente 150-300%. En los reactores a menor presión 1, la concentración de HPC es baja y la alta selectividad del reactor individual es posible. El grado de producción de HPC es tal que la
35 producción de HPC por volumen líquido de reactor disminuye corriente abajo en la serie de reactores.

Uno de los beneficios de la invención por lo tanto, es la capacidad para tener mayores inventarios líquidos en el aparato de oxidación a menor presión y mejor selectividad simultánea para una mayor cantidad de mezcla de oxidación. Además, el aparato de oxidación a menor presión no necesita soportar altas presiones de manera que la presión de diseño de dicho recipiente es menor. Esto permite por lo tanto al reactor de oxidación a menor presión
40 tomar la forma de un tanque. Además, éste puede colocarse a nivel del suelo y a una distancia más segura de los reactores a mayor presión, si fuera necesario por las limitaciones de espacio de la planta. Los montajes para la oxidación de cumeno convencionales emplean menores y más caros recipientes a presión.

Así, visto desde otro aspecto, la invención proporciona un aparato para oxidar cumeno a hidroperóxido de cumeno usando un gas que contiene oxígeno, que comprende

- 45
- una serie de 3-8 reactores de oxidación (1, 2) y
 - un burbujeador en la sección del fondo de cada reactor (1, 2) para distribuir de forma uniforme el gas conducido al reactor (1, 2),

En donde los reactores incluyen al menos un aparato de oxidación a menor presión (1) en forma de un tanque y al menos un aparato de oxidación a mayor presión (2) en forma de una columna, estando dicho aparato de oxidación a menor presión (1) conectado a un compresor de gas a menor presión y estando dichos aparatos de oxidación a mayor presión (2) conectados a un compresor de gas a mayor presión.
50

Preferiblemente, el término tanque se usa en este documento para denotar un envase en que la dimensión vertical es menor que dos veces el diámetro de sección transversal del recipiente. De forma alternativa o adicional, en un tanque, el flujo de material puede ser en toda clase de direcciones.

Preferiblemente, el término columna se usa en este contexto para denotar un envase en que la dimensión vertical es al menos dos veces tan grande como el diámetro de sección transversal. En particular, las columnas de aparato de oxidación permiten el flujo principalmente en la dirección vertical.

5 Se preferirá si todos los reactores a menor presión están en forma de tanques y todos los reactores a mayor presión están en forma de columnas.

La temperatura generalmente disminuye cuando se va corriente abajo desde el primer reactor a menor presión. Así, el primer reactor se opera a la mayor temperatura y el último reactor, es decir, el último reactor a mayor presión, se opera a la menor temperatura.

10 Según una realización de la presente invención, la temperatura de operación es 115-90°C, preferiblemente 110-95°C. Generalmente, la diferencia de temperatura entre el primer y último reactor en la serie es mayor cuanto mayor sea el número de reactores empleados.

Según la presente invención, la concentración de HPC a la salida del último aparato de oxidación es preferiblemente 22-32%, más preferiblemente 24-28%.

15 Además, el grado de producción de HPC es preferiblemente 10 a 30 kg/m³ del volumen del reactor, más preferiblemente 15 a 25 kg/m³.

20 Según una realización preferida de la presente invención, el hidroperóxido de cumeno formado en la oxidación se concentra posteriormente a la oxidación. La concentración puede llevarse a cabo usando un concentrador 12 que funciona preferiblemente en 2-3 etapas de destilación, más preferiblemente 3 etapas. El objetivo principal de la concentración es eliminar el cumeno no reaccionado de la mezcla de reacción que contiene el HPC. La primera etapa de destilación puede ser una evaporación rápida o una destilación con reflujo, preferiblemente una evaporación rápida. La(s) siguiente(s) etapa(s) es (son) etapa(s) de destilación con reflujo. La última etapa de destilación funciona con la menor carga, ya que la mayor parte de cumeno se elimina en la(s) primera(s) etapa(s). El cumeno no reaccionado eliminado se condensa preferiblemente y se lava, y finalmente se recicla a la etapa de oxidación.

25 Usando el proceso de la invención, la selectividad calculada en una base molar desde los productos de oxidación de cumeno:

$$\text{HPC} / (\text{HPC} + \text{AcPh} + \text{DMBA} + 2\text{PDC})$$

30 (PDC = peróxido de dicumilo) puede aumentarse a por encima de 94,5%, por ejemplo, al menos 94,7 o al menos 94,9%. El consumo de cumeno respecto a la formación de fenol puede también reducirse usando el proceso descrito en este documento.

35 La presente invención proporciona ahorros significativos en inversión de capital si, por ejemplo, la capacidad de una planta existente se aumenta y el área de proceso no tiene el espacio necesario para que ningún nuevo equipo se sitúe cerca del área de oxidación existente. Según la presente invención, los aparatos de oxidación a menor presión 1 pueden estar situados a una distancia de los aparatos de oxidación a mayor presión 2, y el HPC puede bombearse de forma segura a baja concentración a los aparatos de oxidación a mayor presión 2 existentes. La presente invención proporciona además ahorros en inversión de capital provocados por una necesidad de baja presión de aire de oxidación y una disminución del consumo de energía del compresor.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para oxidar cumeno a hidroperóxido de cumeno usando un gas que contiene oxígeno cuyo proceso comprende
 - 5 - conducir una alimentación de cumeno y una alimentación de gas que contiene oxígeno a al menos el primer reactor de oxidación en una serie de 3-8 reactores, formando así una mezcla de oxidación, y
 - conducir la mezcla de oxidación formada desde dicho reactor a al menos un reactor posterior, preferiblemente después de que una reacción de oxidación ha tenido lugar,
 en donde
 - 10 - los reactores comprenden al menos un aparato de oxidación a menor presión (1) como el primer reactor en la serie y al menos un aparato de oxidación a mayor presión (2) como el último reactor en la serie;
 - dicho al menos un aparato de oxidación a menor presión se opera a una presión de al menos presión atmosférica y dicho al menos un aparato de oxidación a mayor presión se opera a una presión de al menos 50 kPa (0,5 bar) más que dicho al menos un aparato de oxidación a menor presión.
2. Un proceso como se reivindica en la reivindicación 1, en donde hay un reactor a baja presión.
- 15 3. Un proceso como se reivindica en cualquier reivindicación precedente, en donde hay 4 o 5 reactores a alta presión.
4. Un proceso como se reivindica en cualquier reivindicación precedente, en donde se alimenta gas fresco que contiene oxígeno a todos los reactores en la serie.
- 20 5. Un proceso según se reivindica en cualquier reivindicación precedente, en donde el cumeno se alimenta solo al primer reactor en la serie.
6. Un proceso según se reivindica en cualquier reivindicación precedente, caracterizado por lavar el gas que contiene oxígeno con compuesto caustico diluido y agua para eliminar todas las trazas ácidas o causticas antes de conducirlo a un reactor de oxidación.
- 25 7. El proceso según cualquier reivindicación precedente, caracterizado por operar la oxidación como una oxidación seca.
8. El proceso según cualquier reivindicación precedente, caracterizado por operar los aparatos de oxidación a mayor presión (2) con niveles de líquido reducidos de manera que el nivel del líquido del primer reactor a alta presión (2) es el mayor; y/o
 - 30 manteniendo inventarios líquidos mayores en cualquiera de los aparatos de oxidación a menor presión (1) que en cualquiera de los aparatos de oxidación a mayor presión (2).
9. El proceso según cualquier reivindicación precedente, caracterizado por operar la oxidación a una presión de 101-400 kPa (0,01-3,0 barg) en los aparatos de oxidación a menor presión (1), y 201-1100 kPa (1,01-10,0 barg), en los aparatos de oxidación a mayor presión (2) en donde cualquier aparato de oxidación a mayor presión se opera a una presión de al menos 50 kPa (0,5 bar) más que cualquier aparato de oxidación a menor presión.
- 35 10. El proceso según cualquier reivindicación precedente, caracterizado por producir un producto de oxidación que tiene una concentración de HPC de 22-32%.
11. El proceso según cualquier reivindicación precedente, en donde la mezcla de oxidación se transfiere a cada reactor en serie (es decir, reactor 1 a 2 solo, reactor 2 a 3 solo, etcétera).
- 40 12. El proceso según cualquier reivindicación precedente, caracterizado por eliminar cumeno no reaccionado en el gas superior de al menos un reactor en la serie, condensar el cumeno, combinar el cumeno no reaccionado en los condensados formados y posteriormente lavar el cumeno condensado usando una disolución caustica para purificarlos de contaminantes que comprenden ácidos, fenol y metanol.
13. Un aparato para oxidar cumeno a hidroperóxido de cumeno usando un gas que contiene oxígeno, que comprende
 - 45 - una serie de 3-8 reactores de oxidación (1, 2) y
 - un burbujeador en la sección del fondo de cada reactor (1, 2) para distribuir de manera uniforme el gas conducido al reactor (1, 2),

en donde los reactores incluyen al menos un aparato de oxidación a menor presión (1) en forma de un tanque y al menos un aparato de oxidación a mayor presión (2) en forma de una columna, estando dicho aparato de oxidación a menor presión (1) conectado a un compresor de gas a menor presión y estando dichos aparatos de oxidación a mayor presión (2) conectados a un compresor de gas a mayor presión.

5 14. El aparato de la reivindicación 13, en donde los aparatos de oxidación a mayor presión (2) se colocan a alturas reducidas de manera que el primer aparato de oxidación a mayor presión se coloca a la mayor altura.

15. El aparato de la reivindicación 13 o 14, que comprende además bobinas de enfriamiento interno en cada reactor a alta presión (2) para enfriar la mezcla de reacción.

10 16. El aparato según cualquiera de las reivindicaciones 13 a 15, que comprende además condensador(es) (3, 4) conectado(s) a cada reactor (1, 2) y un aparato de oxidación térmica (6) conectado al(a los) condensador(es) (3, 4) para tratar los gases de salida no condensados; y/o

depurador(es) de aire de dos etapas (8, 9) para purificar el aire a conducir a los reactores (1, 2), además de compresores de aire (10, 11) para comprimir el aire.

Fig. 1

