

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 432 364**

51 Int. Cl.:

C07C 37/82 (2006.01)

C07C 39/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.04.2007 E 07723910 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2013 EP 2010472**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de fenol**

30 Prioridad:

18.04.2006 EP 06007950

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

03.12.2013

73 Titular/es:

**INEOS PHENOL GMBH (100.0%)
Dechenstrasse 3
45966 Gladbeck, DE**

72 Inventor/es:

**LOHMER, GUNTHER;
WEBER, MANFRED;
WEBER, MARKUS y
SCHNURR, OTTO**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 432 364 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

Procedimiento para la preparación de fenol

La presente invención se refiere a un procedimiento para el tratamiento de fenol, en particular a un procedimiento continuo para la eliminación de hidroxiacetona, así como metilbenzofurano de una corriente de fenol bruto.

5 Antecedentes de la invención

10 El procedimiento para la preparación de fenol a partir de cumeno es muy conocido. En este procedimiento, el cumeno se oxida en primer lugar por el oxígeno del aire para dar hidroperóxido de cumeno. Esta etapa del procedimiento se suele llamar oxidación. En la segunda etapa de reacción, la llamada escisión, el hidroperóxido de cumeno se escinde en fenol y acetona usando un ácido mineral fuerte como catalizador, por ejemplo, ácido sulfúrico. El producto de esta segunda etapa de reacción, el llamado producto de escisión, se fracciona por destilación.

15 Los requisitos de pureza para la comercialización del fenol son cada vez más estrictos. Por consiguiente, con el fin de operar una planta de producción de fenol económicamente, el rendimiento global y la selectividad para dar el producto final deseado tiene que ser mejorado y las impurezas formadas durante cualquiera de las etapas de reacción descritas anteriormente tienen que ser eliminadas lo más cuantitativamente posible con la menor pérdida posible del producto final deseado, especialmente fenol y acetona, con baja inversión y costes variables, especialmente los costes de energía. Los subproductos predominantes formados en las etapas de oxidación son el alcohol dimetilbencilo y la acetofenona. La acetofenona sale del procedimiento con los componentes de alto punto de ebullición de la destilación. El alcohol dimetilbencílico se deshidrata en la etapa de escisión dando el alfa-metilestireno que forma parcialmente dímeros de alto punto de ebullición y cumilfenoles en la etapa de escisión del catalizador ácido. Los componentes de alto punto de ebullición se separan del fenol en la etapa de destilación. El alfa-metilestireno sin reaccionar se separa y se hidrogena con el fin de formar cumeno que se recicla en el procedimiento. Dependiendo de la demanda del mercado, el alfa-metil-estireno también se puede purificar aún más y venderse como producto de valor. Por lo tanto, uno de los puntos de atención en el estado de la técnica es cómo operar la etapa de oxidación, así como la etapa de escisión con el fin de reducir la formación de estos componentes de alto punto de ebullición que pueden ser considerados como pérdidas de cumeno directas. Por ejemplo, la escisión de estos procedimientos se describe en los documentos US-A-4.358.618, US-A-5.254.751, WO98/27039 y US-6.555.719.

30 Pero además de estos componentes de alto punto de ebullición, se forman otros componentes en la escisión, como por ejemplo, hidroxiacetona, 2-metilbenzofurano y óxido de mesitilo. Estas denominadas microimpurezas no son fáciles de separar del fenol en la destilación. La hidroxiacetona es el componente más crítico, ya que es casi imposible separarlo del fenol por destilación. La hidroxiacetona es normalmente también la impureza con la concentración más alta en el producto obtenido de la etapa de escisión. La concentración de hidroxiacetona en el producto de escisión puede variar entre 200 y 3.000 ppm (partes por millón) en peso.

35 Por lo tanto, se han hecho grandes esfuerzos en la técnica anterior para eliminar y separar la hidroxiacetona del producto obtenido de la etapa de escisión (véase, por ejemplo, los documentos US 6.066.767, US 6.630.608, US 6.576.798 y US 6.875.898). La desventaja de todos estos procedimientos es que el elevado flujo de volumen del producto de escisión debe ser procesado. Además, en el documento US 6.875.898, el elevado flujo de volumen del producto de escisión debe ser tratado con un agente oxidante, lo que puede causar enormes esfuerzos para operar el procedimiento de forma segura.

40 Antes de la destilación, el producto de escisión se neutraliza con una solución acuosa básica, tal como fenato de sodio o sosa cáustica. El producto de escisión, que está saturado con agua se procesa a continuación por destilación. Un procedimiento bien conocido es el de separar la mayor parte de la hidroxiacetona con una fase acuosa que se separa en la primera columna de destilación, mientras que el fenol bruto junto con los componentes de alto punto de ebullición se recogen como el producto del fondo, como se describe en el documento US 3.405.038 o en el documento US 6.657.087. En cualquier caso, el fenol bruto que se procesará adicionalmente en columnas sucesivas todavía tendrá concentraciones de hidroxiacetona, 2-metilbenzofurano y óxido de mesitilo de unas 100 ppm en peso que no son tolerables en el fenol puro ni siquiera en el fenol de alta pureza.

50 El documento DE-AS 1 668 952 divulga un procedimiento para eliminar los componentes que contienen carbonilo, como óxido de mesitilo, isoóxido de mesitilo, metilisobutilcetona, hidroxiacetona y acetofenona, a partir de fenol bruto haciendo pasar el fenol bruto sobre resinas ácidas de intercambio iónico a temperaturas entre 45 y 200 °C, preferiblemente entre 80 y 150 °C.

55 Esta referencia divulga también la posibilidad de usar dos resinas de intercambio iónico diferentes por lo que cuando se utiliza una combinación de tales catalizadores, se pueden utilizar diferentes temperaturas con el fin de optimizar la eficiencia de cada tipo de catalizador. Esta referencia no dice absolutamente nada con respecto a la eliminación de metilbenzofurano ni divulga esta referencia que los reactores que contienen la resina de intercambio iónico se accionan con un perfil de temperatura bien definida a lo largo de la serie de reactores.

Como se evidencia en la parte introductoria del documento DE-A 199 51 373, el procedimiento divulgado en DE-AS 1 668 952 no es adecuado para eliminar compuestos de carbonilo de baja actividad como metilisobutilcetona y metilciclopentenona y compuestos como metilbenzofurano. En consecuencia, el procedimiento descrito en el documento DE-AS 1 668 952 no resuelve el problema de la eliminación de hidroxiacetona, ni tampoco del metilbenzofurano a partir de una corriente de fenol bruto.

En el documento US-A-5.414.154 se describe un procedimiento para la purificación de fenol en el que una corriente de fenol se pone en contacto con una resina de intercambio iónico a temperaturas de entre 70 y 120 °C. Se hace hincapié en la patente en que la eficacia del tratamiento con una resina de intercambio iónico aumenta al aumentar la temperatura, teniendo en cuenta el intervalo de estabilidad de la temperatura de la resina. Pero es evidente que, además, el metilbenzofurano sólo se puede separar de la corriente de fenol bruto si la concentración de hidroxiacetona inicial en la corriente de fenol bruto está por debajo de 260 ppm en peso y preferiblemente la hidroxiacetona se elimina por completo con el fin de tener hidroxiacetona presente en una cantidad de 10 ppm en peso con el fin de eliminar eficazmente el metilbenzofurano cuando se pone en contacto la corriente de fenol bruto con la resina de intercambio iónico.

En consecuencia, el procedimiento descrito en el documento US-5.414.154 requiere una eliminación eficaz de la hidroxiacetona en unidades de etapas anteriores a la purificación en la resina de intercambio iónico. Esto es una desventaja, ya que cualquier retirada de hidroxiacetona en unidades de etapas anteriores a la purificación de la resina de intercambio iónico significa un esfuerzo adicional en términos de costes de inversión y costes variables. Ejemplos de tales procedimientos se describen en los documentos US-A-6.066.767, US-A-6.630.608, US-A-6.576.798 y US-A-6.875.898.

El documento DE-A 1 995 373, teniendo en cuenta las desventajas del documento DE-A 1 668 952 de que el 2-metilbenzofurano no se puede separar efectivamente por el procedimiento divulgado en este documento y la desventaja de la enseñanza del documento US-5.414.154 de que el metilbenzofurano sólo se puede eliminar eficazmente del fenol bruto si el contenido de hidroxiacetona de la corriente de fenol bruto tratada con la resina de intercambio iónico está por debajo de un cierto límite, sugiere un procedimiento de dos pasos de poner en contacto la corriente de fenol bruto con una resina de intercambio iónico con un paso de separación térmica, como una etapa de destilación, entre los dos pasos de contacto con el fenol bruto con una resina de intercambio iónico ácida. Este procedimiento tiene la gran desventaja de que es necesaria una etapa de destilación adicional, lo que aumenta considerablemente los costes de inversión y energía de todo el procedimiento.

Por último, la enseñanza del documento US 2005/0137429 trata de evitar estos inconvenientes de la purificación de varios pasos de fenol bruto con el fin de eliminar la hidroxiacetona y el metilbenzofurano mediante el uso de un procedimiento de un solo paso mediante el cual el fenol bruto se pone en contacto con una resina de intercambio iónico a bajas temperaturas entre 50 y 100 °C. Aunque este procedimiento de un solo paso es de hecho muy efectivo en reducir la hidroxiacetona, así como el metilbenzofurano, este procedimiento necesita volúmenes relativamente altos del reactor y/o resinas de intercambio iónico altamente activadas, debido a la velocidad de reacción más baja a estas temperaturas relativamente bajas.

En vista de la técnica anterior como se discutió anteriormente, todavía hay una necesidad de un procedimiento eficaz y económico para la purificación de fenol bruto para reducir hidroxiacetona, así como metilbenzofurano y otras impurezas con el fin de producir fenol de alta pureza.

Resumen de la invención

Este objetivo ha sido sorprendentemente conseguido con un procedimiento continuo para el tratamiento de una corriente de fenol bruto que comprende metilbenzofurano e hidroxiacetona y haciendo pasar la corriente de fenol bruto a través de al menos dos reactores conectados en serie que contienen una resina de intercambio iónico ácida, por lo que la temperatura en los reactores sucesivos disminuye en la dirección del flujo de la corriente de fenol de manera que la temperatura en el primer reactor en la dirección del flujo de la corriente de fenol está entre 100 °C y 200 °C y la temperatura en el último reactor en la dirección del flujo de la corriente de fenol está entre 50 °C y 90 °C sin una etapa de separación térmica entre cualquiera de dos reactores sucesivos.

Contrariamente a las enseñanzas de las referencias de la técnica anterior, los presentes inventores se han dado cuenta de que mediante el uso de una pluralidad de reactores en serie que contienen la resina de intercambio iónico ácida y, lo que es más importante, ajustando un perfil de temperatura a lo largo de la serie de reactores como se definió anteriormente, se puede purificar una corriente de fenol bruto hasta un bajo contenido de hidroxiacetona, así como metilbenzofurano sin retirar inicialmente la hidroxiacetona antes del contacto con la resina de intercambio iónico ácida y sin una etapa de destilación que consume energía entre los dos reactores que comprenden la resina de intercambio iónico ácida. Además es sorprendente que, aunque al menos haya que utilizar dos reactores, la velocidad espacial en peso por hora global del procedimiento de acuerdo con la presente invención es considerablemente más alta que para el procedimiento de una etapa descrita en el documento US 2005/0137429 con el efecto de que el volumen total del reactor requerido de acuerdo con la presente invención sea aún más bajo que para el procedimiento de un solo paso, como se describe en el documento US 2005/0137429.

El procedimiento para el tratamiento de una corriente de fenol bruto se puede integrar fácilmente en un procedimiento para la preparación de fenol. Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un procedimiento para la preparación de fenol que comprende:

- 5 a) oxidar cumeno para formar un producto de oxidación que contiene hidroperóxido de cumeno;
- b) escindir dicho producto de oxidación usando un catalizador ácido para formar un producto de escisión que contiene fenol, acetona e impurezas;
- c) separar dicho producto de escisión en una pluralidad de corrientes de producto, una de dichas corrientes de producto es una corriente de fenol bruto que comprende hidroxiacetona y metilbenzofurano;
- 10 d) tratar dicha corriente de fenol bruto con el procedimiento tal como se define anteriormente, para formar una corriente de fenol tratada, con un contenido reducido hidroxiacetona y metilbenzofurano y
- e) someter dicha corriente de fenol tratada a una destilación para obtener un fenol purificado.

Descripción detallada de la presente invención

El fenol bruto que puede ser purificado eficazmente por el procedimiento de la presente invención contiene como impurezas predominantemente hidroxiacetona, así como metilbenzofurano. La concentración de hidroxiacetona puede ser de hasta 1000 ppm en peso y la concentración de metilbenzofurano puede ser de hasta 200 ppm. Una de las ventajas de la presente invención es que la hidroxiacetona, así como el metilbenzofurano se puede quitar con eficacia incluso si la concentración de hidroxiacetona es más de 260 ppm en peso. Por lo tanto, una corriente de fenol bruto que comprende hasta 1000 ppm en peso, preferiblemente más de 260 ppm en peso a 1000 ppm en peso de hidroxiacetona y hasta 200 ppm en peso, preferiblemente de 50 a 200 ppm en peso de metilbenzofurano puede ser purificada con éxito.

Además de hidroxiacetona y metilbenzofurano pueden estar presentes otras impurezas:

- 25 Óxido de mesitilo hasta 1000 ppm en peso,
- 2-fenilpropionaldehído hasta 500 ppm en peso,
- metilisobutilcetona hasta 500 ppm en peso,
- acetofenona hasta 500 ppm en peso,
- 3-metilciclohexanona hasta 500 ppm en peso,
- alfa-metilestireno hasta 2000 ppm en peso,
- fenilbutenos hasta 1000 ppm en peso.

Estos intervalos de concentración cubren las concentraciones pertinentes de estos componentes en el fenol bruto, que se separa de la acetona, cumeno y alfa-metil-estireno, agua y componentes de alto punto de ebullición antes de la purificación sobre una resina de intercambio iónico.

Al entrar en contacto la corriente de fenol bruto con la resina de intercambio iónico ácida, la hidroxiacetona y el metilbenzofurano reaccionan con los productos de alto punto de ebullición. El óxido de mesitilo reacciona con el fenol y da lugar a componentes de alto punto de ebullición y agua. En presencia de agua, que también se forma por la reacción entre fenol y hidroxiacetona, partes del óxido de mesitilo se pueden descomponer en acetona en la resina de intercambio iónico ácida. La acetona puede reaccionar adicionalmente con fenol para dar bisfenol A. Además de la hidroxiacetona y del óxido de mesitilo hay otros componentes carbonílicos que todavía pueden estar presentes en el fenol en pequeñas cantidades, como fenilpropionaldehído, metilisobutilcetona, acetofenona y 3-metilciclohexanona. Además, el fenol puede tener trazas finales de hidrocarburos insaturados, tales como alfa-metilestireno y fenilbutenos que son componentes indeseables en el fenol purificado. Al igual que los componentes que contienen carbonilo, los hidrocarburos insaturados forman componentes de alto punto de ebullición con el fenol cuando entran en contacto con resinas de intercambio iónico ácidas. Se observó que, incluso si estas otras impurezas están presentes en el fenol impuro, la conversión de hidroxiacetona y metilbenzofurano no se ve afectada de manera adversa. Por otra parte, la conversión de estos componentes de impurezas adicionales en componentes de alto punto de ebullición siempre se completa cuando se completa la conversión de hidroxiacetona y metilbenzofurano. Por consiguiente, el procedimiento de la presente invención permite la conversión de todas las impurezas no deseadas en el fenol bruto en componentes de alto punto de ebullición que se pueden eliminar fácilmente del fenol purificado en una etapa de destilación final, después de que el fenol bruto haya entrado en contacto con la resina de intercambio iónico ácida de acuerdo con el procedimiento de acuerdo con la presente invención.

Después del contacto del fenol bruto con la resina de intercambio iónico ácida, se puede obtener una concentración final de hidroxiacetona de menos de 1 ppm en peso y concentraciones de metilbenzofurano de menos de 20 ppm en peso, preferiblemente menos de 10 ppm en peso. Como se mencionó anteriormente, el resto de las impurezas se convirtieron cuantitativamente en componentes de alto punto de ebullición. Por lo tanto, el procedimiento de acuerdo con la presente invención es muy adecuado para preparar fenol de alta pureza. El número de reactores que contienen la resina de intercambio iónico ácida conectados en serie y, por lo tanto, el número de diferentes niveles de temperatura de acuerdo con la presente invención no está particularmente restringido, pero teniendo en cuenta las consideraciones económicas en términos de costes de inversión y los costes variables, se prefiere un número de dos a cuatro reactores conectados en serie, siendo los más preferidos dos reactores conectados en serie. Por lo

tanto, de acuerdo con esta forma de realización más preferida, el procedimiento se lleva a cabo a dos niveles de temperatura distinguidos.

5 Como se explicará con más detalle en los ejemplos, los presentes inventores han encontrado que la desactivación de la resina de intercambio iónico comercial se correlaciona muy bien con el grado de utilización. El grado de utilización se define como la cantidad total de fenol tratado que se pone en contacto con la resina de intercambio iónico durante un cierto período de tiempo. Para un reactor continuo de flujo de pistón esta es la cantidad total de fenol tratado por área de sección transversal del reactor.

10 Después de un alto grado de utilización, la actividad del catalizador es sólo cierto porcentaje de la del catalizador nuevo. Sorprendentemente, la temperatura que es necesaria para compensar la desactivación a una velocidad espacial en peso por hora (WHSV) constante, aumenta proporcionalmente al grado de utilización, tal como se muestra en la figura. 1. Desde el punto de vista de las consideraciones prácticas, la temperatura máxima es de 200 °C con el fin de evitar cualquier degradación térmica de las resinas de intercambio iónico comerciales.

15 Por otra parte, se encontró que para una corriente de fenol que comprende metilbenzofurano, así como cantidades considerables de hidroxiacetona, por ejemplo, de hasta 200 ppm en peso de metilbenzofurano y hasta 1.000 ppm en peso de hidroxiacetona, es necesaria una temperatura en el último reactor por debajo de 90 °C para obtener una cantidad residual de metilbenzofurano por debajo de 20 ppm en peso, preferiblemente por debajo de 70 °C para obtener una cantidad residual de metilbenzofurano por debajo de 10 ppm en peso. Desde el punto de vista de las consideraciones prácticas, la temperatura no debe estar por debajo de 50 °C con el fin de evitar un volumen demasiado alto del reactor incluso con catalizador fresco.

20 Una de las ventajas de tener una pluralidad de niveles de temperatura diferentes para el contacto del fenol bruto con la resina de intercambio iónico ácida es que la resina de intercambio iónico ácida utilizada o parcialmente utilizada puede ponerse en contacto a temperaturas relativamente elevadas que, por ejemplo, favorecen la conversión de la hidroxiacetona, pero no la conversión del metilbenzofurano, con el resultado de que incluso con un catalizador usado o parcialmente usado debido a las altas temperaturas, se puede mantener una alta actividad del catalizador ya gastado. Por otra parte, en el nivel de baja temperatura, se puede emplear catalizador fresco o sólo parcialmente utilizado, favoreciendo las bajas temperaturas la conversión de metilbenzofurano y puesto que el catalizador es todavía relativamente fresco, se puede conseguir una alta actividad de catalizador incluso a bajas temperaturas. En consecuencia, se puede conseguir un equilibrio óptimo de selectividad del contacto con la resina de intercambio iónico ácida al mismo tiempo que se garantiza una actividad óptima del catalizador resultante en una velocidad espacial en peso por hora comparativamente alta, reduciendo así el volumen de catalizador necesario para el tratamiento de una corriente específica de fenol.

Este efecto sinérgico de la optimización de la selectividad del catalizador con respecto a la hidroxiacetona y al metilbenzofurano y la actividad del catalizador en función del grado de desactivación del catalizador utilizando el perfil de temperatura reivindicado nunca se había conocido ni era derivable de la técnica anterior.

35 Una ventaja adicional de la presente invención es que, cuando varios reactores están conectados en serie, incluyendo al menos un reactor de repuesto, en un procedimiento continuo, el catalizador completamente gastado se puede eliminar fácilmente de la línea del procedimiento. El reactor con el catalizador más gastado que está en el nivel de temperatura más alta y, por lo tanto, en el extremo superior puede ser desconectado de la línea, y el reactor con catalizador fresco entrará en la línea en el nivel de temperatura más bajo, por lo tanto en el extremo inferior de la línea. En el reactor que está desconectado de la línea, el catalizador gastado se sustituirá por catalizador fresco o regenerado en una etapa de procedimiento separada con el fin de retener la actividad inicial del catalizador fresco. Este reactor reactivado a continuación, puede entrar en la línea del nivel de temperatura más bajo, tan pronto como el reactor en el nivel de temperatura más alta, en el que el catalizador se ha desactivado a un nivel no deseado, se retira de la línea. Esto permite un procedimiento continuo en el que la eficiencia de la purificación es aproximadamente constante a lo largo del tiempo, resultando en un producto de especificación casi constante que es extremadamente importante para un producto de gran volumen como el fenol.

Se prefiere el uso de reactores del mismo tamaño. Por lo tanto, en cada posición en la línea, la WHSV para una determinada corriente de fenol es la misma y no cambia al cambiar las posiciones de los reactores en la línea. Las temperaturas necesarias en los reactores con resinas de intercambio iónico de diferentes actividades se pueden determinar fácilmente con la Figura 1.

Además, se puede usar una pluralidad de reactores conectados en paralelo para cada nivel de temperatura. Por lo tanto, es muy fácil adaptar el procedimiento de tratamiento para un rendimiento cambiante. Una vez más, se prefiere usar reactores del mismo tamaño y el mismo número de reactores en cada nivel de temperatura.

55 Adicionalmente, es posible utilizar una integración de calor de la corriente de fenol que va a través de los reactores con el fin de minimizar el consumo de energía. Por ejemplo, la corriente de fenol se puede pasar a través de un intercambiador de calor entre un primer reactor y un segundo reactor sucesivo utilizando un efluente de fenol más frío procedente de un reactor situado posteriormente al primer reactor como refrigerante en el intercambiador de calor. Esta forma de realización permite enfriar la corriente de fenol entre dos reactores sucesivos mientras que al

mismo tiempo la corriente de fenol que sale del último reactor en el nivel de temperatura más bajo, cuando se usa como refrigerante en el intercambiador de calor, se calienta de modo que se reduce el consumo de energía en la etapa de destilación posterior para eliminar los componentes de alto punto de ebullición.

5 Además, se pueden usar intercambiadores de calor adicionales entre dos reactores sucesivos que emplean refrigerantes convencionales, como agua de enfriamiento para ajustar la temperatura de la corriente de fenol al nivel deseado.

10 De acuerdo con una realización de la presente invención, se utilizan vasos alargados como reactores, donde los vasos se disponen preferiblemente en una orientación vertical de modo que el fenol fluye desde la parte superior a la parte inferior del reactor. Aunque también es posible utilizar un flujo en dirección ascendente en recipientes verticales o utilizar recipientes horizontales.

De acuerdo con una forma de realización preferida de la presente invención, los reactores contienen la resina de intercambio iónico ácida en un lecho fijo. Preferiblemente, la velocidad superficial del líquido en el lecho fijo de la resina de intercambio iónico es de 0,5 a 5 mm/seg, preferiblemente de 1,0 a 3,0 mm/seg y más preferido de 1,5 a 2 mm/seg.

15 Cualquier resina de intercambio iónico ácida se puede utilizar como el catalizador de acuerdo con la presente invención. Tal como se utiliza en la presente memoria, la expresión "resina de intercambio iónico ácida" se refiere a una resina de intercambio catiónico en la forma de hidrógeno, en la que los iones de hidrógeno están unidos a las partes activas que se pueden eliminar ya sea por la disociación en solución o por la sustitución con otros iones positivos. Las partes activas de las resinas tienen diferentes fuerzas de atracción para los diferentes iones y esta atracción selectiva sirve como medio para el intercambio de iones. Ejemplos de resinas de intercambio iónico ácidas adecuadas incluyen la serie de copolímeros de estireno reticuladas con divinilbenceno sulfonado, tales como, por ejemplo Amberlyst 16, disponible comercialmente de Rohm & Haas, K2431, disponible comercialmente de Lanxess, CT-151, disponible comercialmente de Purolite.

25 Otras resinas adecuadas pueden ser obtenidas comercialmente de productores, tales como Lanxess, Rohm and Haas Chemical Company y Dow Chemical Company.

El punto clave de la presente invención es el uso de un determinado perfil de temperatura a lo largo de la serie de reactores que contienen la resina de intercambio iónico ácida como se definió anteriormente. De acuerdo con la presente invención, la temperatura en el primer reactor en la dirección del flujo de la corriente de fenol es de al menos 100 °C y la temperatura del último reactor en la dirección del flujo de la corriente de fenol es menos de 90 °C, preferiblemente menos de 70 °C.

30 La temperatura en el primer reactor en la dirección del flujo de la corriente de fenol es de 200 °C como máximo, preferiblemente de 150 °C como máximo y lo más preferido 120 °C como máximo. La temperatura en el último reactor en la dirección del flujo de la corriente de fenol es de al menos 50 °C.

35 La invención se describirá ahora con más detalle con referencia a las realizaciones específicas mostradas en las figuras adjuntas.

La figura 1 muestra la función de la actividad del catalizador y la temperatura del reactor dependiente de la utilización de catalizador tal como se determina en el ejemplo 1.

La figura 2 muestra una ilustración esquemática de una realización de acuerdo con la presente invención con dos reactores conectados en serie.

40 La Figura 3 muestra una realización alternativa de la presente invención con tres grupos de tres reactores en paralelo conectados en serie.

Haciendo referencia a la Figura 2, el fenol impuro se hace pasar a través de un reactor de lecho fijo 2 que se llena con una resina de intercambio iónico ácida. La temperatura puede ser de hasta 200 °C. Después de dejar el primer reactor, el fenol se enfría en el intercambiador de calor 3 con fenol 8 más frío procedente de la salida del segundo reactor 7. El fenol finalmente se enfría hasta la temperatura baja deseada en el intercambiador de calor 4 utilizando una corriente de refrigeración 5 adecuada, como por ejemplo agua o cualquier otra corriente del procedimiento que permite que se enfríe el fenol, pero evitando cualquier cristalización del fenol en el sistema de tuberías. La temperatura final del fenol 6 es de al menos 50 °C. El fenol 6 se pasa sobre el segundo reactor 7 para completar la conversión de todas las impurezas relevantes. La corriente de fenol 9 se envía a una columna de destilación final para separar los componentes de alto punto de ebullición que se forman durante el tratamiento en la resina de intercambio iónico ácida en los reactores 2 y 7. Debido a la flexibilidad de la temperatura, son tolerables cantidades relativamente altas de hidroxiacetona además de metilbenzofurano en la alimentación incluso cuando se utilizan resinas gastadas con baja actividad en el primer reactor. Esto se ilustrará en los ejemplos a continuación en más detalle.

55

Haciendo referencia a la Figura 3, el fenol 1 impuro se hace pasar a través de tres reactores 7 a 9 en paralelo a una temperatura alta. El fenol procedente de estos reactores se recombina con la corriente de 2 y se enfría hasta una temperatura intermedia en el intercambiador de calor 3. El fenol 4 se trata de nuevo en tres reactores en paralelo a4 a a6. El fenol procedente de estos reactores se recombina con la corriente 5 y se enfría hasta la temperatura final en el intercambiador de calor 6. El fenol 7 se trata finalmente a la temperatura más baja en los tres reactores en paralelo a1 a a3. La corriente de fenol 8 se envía a una columna de destilación final para separar los componentes de alto punto de ebullición que se forman durante el tratamiento de la resina de intercambio iónico ácida en los reactores a1 a a9. Las resinas en los reactores a1 a a3 tienen la actividad más alta. Las resinas de los reactores a4 a a6 tienen una actividad media y las resinas de los reactores a7 a a9 tienen la actividad más baja. Por consiguiente, después de un cierto período de tiempo de utilización de la resina, la posición de los reactores a1 a a3 se cambiará sucesivamente a la fila del medio y la posición de los reactores a4 a a6 se cambiará sucesivamente a la fila de la izquierda, como se indica por la línea discontinua. La resina residual 10 de los reactores a7 a a8 será regenerada o descargada. Los reactores a7 a a9 que contienen resina 11 fresca regenerada o repuesta están posicionados en la fila de la derecha como se muestra por la línea discontinua. Estos cambios en las secuencias del reactor se puede hacer fácilmente mediante el uso de una red de tuberías de interconexión entre todos los reactores incluyendo los reactores de repuesto. Como se muestra en la Figura 2, es por supuesto posible cualquier integración de calor entre las corrientes de fenol más frías y más calientes en las secuencias de reactor como se muestra en la Figura 3.

Con el fin de demostrar los efectos beneficiosos de la presente invención se dan los siguientes ejemplos.

Ejemplos

20 Ejemplo 1:

Una corriente de fenol impuro de 1 kg/h con 200 ppm en peso de hidroxiacetona se trata en una resina de intercambio iónico K2431 de Lanxess. El reactor de flujo de pistón tiene un diámetro de 0,025 m y una altura de 1,2 m. Por lo tanto velocidad espacial en peso por hora WHSV (toneladas de fenol por hora y por m³) en el reactor de flujo de pistón fue 1,7. La temperatura se ajustó para obtener una concentración final de aproximadamente 10 ppm en peso de hidroxiacetona después del tratamiento. Se ha usado catalizador fresco, así como muestras de catalizador de una unidad de producción con diferentes grados de utilización. La Figura 1 muestra la temperatura que es necesaria para compensar la desactivación con respecto a la conversión de la hidroxiacetona. La actividad del catalizador fresco se puede definir como "1,0". Una temperatura de 70 °C es suficiente para convertir la hidroxiacetona desde 200 hasta 10 ppm en peso de esta resina de intercambio iónico fresca. La temperatura debe aumentarse para obtener la misma conversión en resinas de intercambio iónico que están parcialmente utilizadas. Por ejemplo, la temperatura debe ser aumentada hasta 123 °C para obtener la misma conversión de hidroxiacetona en una resina de intercambio iónico que tiene una cantidad acumulada de fenol de alrededor de 85.000 t/m².

Ejemplo Comparativo 1:

El fenol impuro que contiene 1.000 ppm en peso de hidroxiacetona y 200 ppm en peso de metilbenzofurano es tratado continuamente en un lecho fijo fresco de resina de intercambio iónico CT 151 de Purolite a 120 °C. La velocidad espacial en peso por hora WHSV es 3,3. Después de la etapa de purificación, la concentración de hidroxiacetona es < 1 ppm en peso, pero la concentración de metilbenzofurano es 78 ppm en peso y, por lo tanto, demasiado alta. Esta concentración de metilbenzofurano no puede reducirse aún más a esta temperatura añadiendo un reactor sucesivo, lo que implica la disminución de la WHSV.

40 Ejemplo Comparativo 2

El fenol impuro según el ejemplo comparativo 1 se trata continuamente en un lecho fijo fresco de resina de intercambio iónico CT 151 de Purolite a 70 °C. La velocidad espacial en peso por hora WHSV debe ser 0,7 para obtener concentraciones finales de hidroxiacetona de <1 ppm en peso y de metilbenzofurano de hasta < 10 ppm en peso.

45 Ejemplo 2

El fenol impuro de acuerdo con el ejemplo comparativo 1 usando un aparato de acuerdo con la Figura 2 se trata al principio de forma continua en un lecho fijo fresco de resina de intercambio iónico de Purolite CT a 151 a 120 °C con una velocidad espacial en peso por hora WHSV de 10. A continuación, el reactor con el fenol se enfría a 70 °C y se trata continuamente en un lecho fijo fresco de resina de intercambio iónico CT 151 de Purolite a 70 °C con una velocidad espacial en peso por hora WHSV de 2. La concentración final de hidroxiacetona es < 1 ppm en peso y para el metilbenzofurano < 10 ppm en peso. En comparación con el ejemplo comparativo 2, la misma especificación con una concentración de metilbenzofurano < 10 ppm en peso se logra con menos de la mitad del volumen de reacción en total.

Ejemplo 3

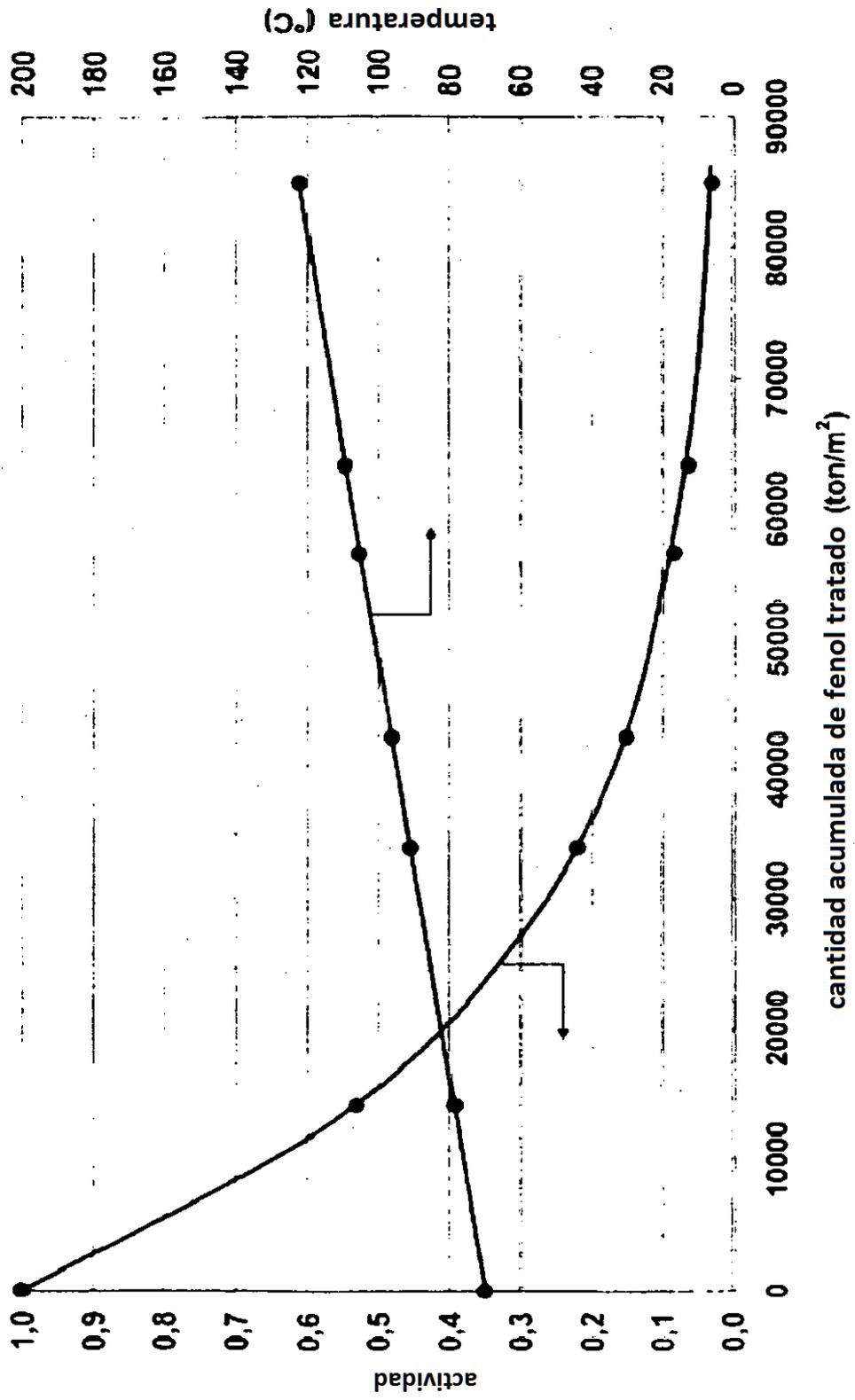
55 Al igual que en el ejemplo 2, el fenol impuro de acuerdo con el ejemplo comparativo 1 se trata primeramente de forma continua en un lecho fijo de resina de intercambio iónico de Purolite CT 151 a 120 °C. La actividad es de sólo

5 20 % en comparación con una resina de intercambio iónico fresca. La velocidad espacial en peso por hora WHSV es 2. A continuación, el fenol se enfría a 70 °C y se trata continuamente en un lecho fijo fresco de resina de intercambio iónico a 70 °C con una velocidad espacial en peso por hora WHSV de 2. La concentración final de hidroxiacetona es <1 ppm en peso y para el metilbenzofurano 10 ppm en peso. En comparación con el ejemplo comparativo 2, la misma especificación con una concentración de metilbenzofurano < 10 ppm en peso se logra con sólo el 70 % del volumen total de reacción. Además, de nuevo, en comparación con el ejemplo comparativo 2, la mitad del volumen total del reactor se llena con una resina que tiene una baja actividad de sólo 20 % en comparación con una resina fresca, permitiendo así un uso más prolongado y, por lo tanto, mucho mayor de la resina de intercambio iónico.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento continuo para el tratamiento de una corriente de fenol bruto que comprende metilbenzofurano e hidroxiacetona haciendo pasar la corriente de fenol bruto a través de al menos dos reactores conectados en serie, conteniendo los reactores una resina de intercambio iónico ácida, en donde la temperatura en los reactores sucesivos disminuye en la dirección del flujo de la corriente de fenol de modo que la temperatura en el primer reactor en la dirección del flujo de la corriente de fenol está entre 100 °C y 200 °C y la temperatura en el último reactor en la dirección del flujo de la corriente de fenol está 50 °C y 90 °C sin una etapa de separación térmica entre cualquiera de dos reactores sucesivos.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que se emplean de 2 a 4 reactores conectados en serie.
3. El procedimiento de la reivindicación 2, en el que el número de reactores es 2.
4. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que en cada nivel de temperatura están conectados en paralelo una pluralidad de reactores.
5. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura en el primer reactor en la dirección del flujo de la corriente de fenol está entre 100 °C y 150 °C.
6. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura en el último reactor en la dirección del flujo de la corriente de fenol está entre 50 °C y 70 °C.
7. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la concentración inicial de hidroxiacetona en la corriente de fenol bruto es de más de 0 a 1.000 ppm en peso.
8. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la concentración inicial de metilbenzofurano en la corriente de fenol bruto es de más de 0 ppm en peso a 200 ppm en peso.
9. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la corriente de fenol bruto comprende además menos de 1.000 ppm en peso de óxido de mesitilo, menos de 500 ppm en peso de 2-fenilpropionaldehído, menos de 500 ppm en peso de metilisobutilcetona, menos de 500 ppm en peso de acetofenona, menos de 500 ppm en peso de 3-metilciclohexanona, menos de 2000 ppm en peso de alfa-metil-estireno y menos de 1.000 ppm en peso de fenilbuteno.
10. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que los reactores contienen la resina de intercambio iónico ácida en disposición de lecho fijo.
11. El procedimiento de la reivindicación 10, en el que la velocidad superficial del líquido en el lecho fijo de la resina de intercambio iónico es de 0,5 a 5 mm/s.
12. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que los reactores son vasos alargados en orientación vertical.
13. El procedimiento de la reivindicación 12, en el que la corriente de fenol fluye desde la parte superior a la parte inferior del recipiente.
14. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la corriente de fenol se hace pasar a través de un intercambiador de calor entre un primer reactor y un sucesivo segundo reactor utilizando como refrigerante en el intercambiador de calor un efluente de fenol más frío procedente de un reactor situado corriente abajo del primer reactor.
15. Un procedimiento para producir fenol, que comprende:
 - a) oxidar cumeno para formar un producto de oxidación que contiene hidroperóxido de cumeno;
 - b) escindir dicho producto de oxidación usando un catalizador ácido para formar un producto de escisión que contiene fenol, acetona e impurezas;
 - c) separar dicho producto de escisión en una pluralidad de corrientes de producto, una de dichas corrientes de producto es una corriente de fenol bruto que comprende hidroxiacetona y metilbenzofurano;
 - d) tratar dicha corriente de fenol bruto con el procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14 para formar una corriente de fenol tratada, con un contenido reducido de hidroxiacetona y metilbenzofurano y
 - e) someter dicha corriente de fenol tratada a una destilación para obtener un fenol purificado.

Figura 1



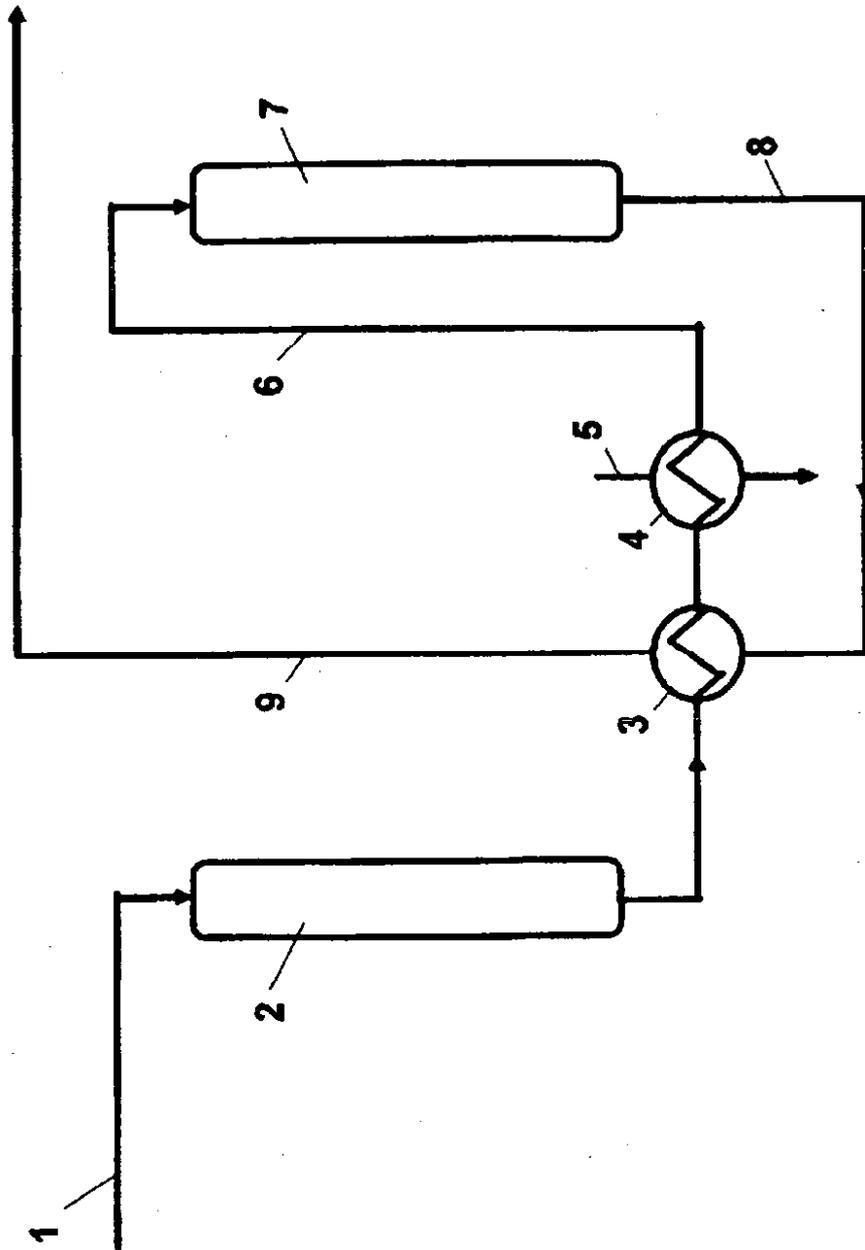


FIGURA 2

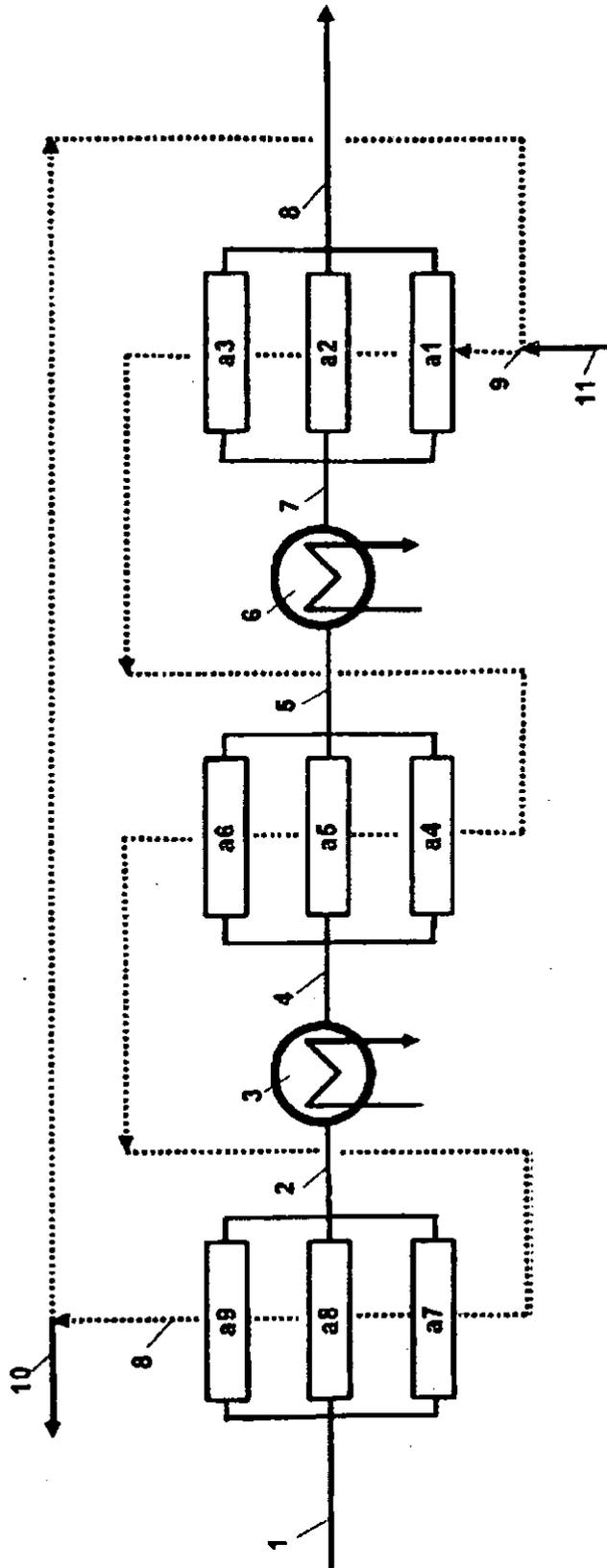


FIGURA 3