

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 483 894**

51 Int. Cl.:

C07C 2/86 (2006.01)

B01J 29/072 (2006.01)

B01J 29/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.12.2002 E 02796749 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.04.2014 EP 1456154**

54 Título: **Procedimiento para la alquilación de benceno**

30 Prioridad:

20.12.2001 IT MI20012707

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

08.08.2014

73 Titular/es:

**VERSALIS S.P.A. (100.0%)
Piazza Boldrini 1
20097 San Donato Milanese (MI) , IT**

72 Inventor/es:

**GIROTTI, GIANNI;
RIVETTI, FRANCO y
RAMELLO, STEFANO**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 483 894 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 alquilación de benceno.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la alquilación de benceno que comprende hacer reaccionar benceno con acetona e hidrógeno en presencia de una composición catalítica que comprende un material ácido sólido y cobre. Un aspecto preferido es que la composición catalítica también contenga uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos. Un aspecto particularmente preferido es que la composición catalítica contenga uno o
10 más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA y VIB.

En particular, la invención se refiere a un procedimiento para la producción de cumeno a partir de los reactivos acetona, benceno e hidrógeno, que se hacen reaccionar en una única etapa de reacción en presencia de dicho sistema catalítico.

15 Incluso más específicamente, la invención se refiere a un procedimiento de alquilación de benceno, con acetona e hidrógeno en presencia de una composición catalítica que contiene un material ácido sólido, cobre y uno o más elementos seleccionados de entre Cr y Al, en el que el material ácido sólido comprende o consiste en una zeolita, preferentemente zeolita beta.

20 La nueva preparación de cumeno según la presente invención puede utilizarse en particular en un procedimiento de producción de fenol que comprende las siguientes etapas:

25 (a) hacer reaccionar benceno, acetona e hidrógeno en presencia del sistema catalítico según lo que se especificó anteriormente, que comprende un material ácido sólido y cobre,

(b) oxidar el cumeno para dar hidroperóxido de cumeno,

30 (c) tratar el hidroperóxido de cumeno con ácidos para obtener una transposición para dar fenol y acetona.

Un aspecto preferido es que la composición catalítica utilizada en la etapa (a) también contenga uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos. Un aspecto particularmente preferido es que la composición catalítica de la etapa (a) contenga uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA y VIB.

35 La acetona que se forma en la etapa (c) puede recircularse a la etapa (a) para la síntesis de cumeno.

Según lo que se especificó anteriormente, la composición catalítica utilizada en la etapa (a) comprende preferentemente zeolita beta y cobre. Un aspecto particularmente preferido es utilizar en la etapa (a) una composición catalítica que contiene zeolita beta, Cu y un metal seleccionado de entre Cr y Al.

40 Cumeno o isopropil-benceno es un producto intermedio importante en la industria química básica utilizado principalmente como precursor para la producción de fenol, a su vez útil como producto intermedio en la preparación de caprolactama a partir de la cual se produce el nailon.

45 La síntesis industrial de fenol comprende las etapas de alquilación de benceno para dar cumeno, la oxidación de cumeno para dar hidroperóxido de cumilo y la posterior transposición para dar fenol y acetona.

50 En lo que se refiere a la alquilación de benceno para dar cumeno, en la industria petroquímica todavía se utilizan ampliamente catalizadores basados en ácido fosfórico y tierra de infusorios para reactores de lecho fijo o $AlCl_3$ en suspensión, y propileno como agente alquilante.

55 Sin embargo, estos procedimientos crean problemas relacionados con el impacto medioambiental y la seguridad: de hecho, la utilización de estos catalizadores es particularmente problemática debido a la corrosión, la producción de subproductos orgánicos tóxicos y la eliminación de los catalizadores gastados.

60 Sin embargo, en 1965 se describió por primera vez la preparación de cumeno, utilizando zeolita X o zeolita Y como catalizador (Minachev, Kr. M., *et al*, Neftekhimiya 5 (1965) 676). Posteriormente se describió la utilización de zeolitas con una estructura faujasítica para la alquilación de benceno con olefinas ligeras tales como propileno por Venuto *et al*. (J. Catal. 5, (1966) 81).

El documento US nº 4.292.457 describe la utilización de zeolitas de tipo ZSM-5 para alquilar benceno con propileno.

65 El documento US-A-2.410.553 da a conocer un procedimiento para preparar compuestos aromáticos alquilados haciendo reaccionar un compuesto aromático y una cetona en presencia de un catalizador, en particular de un catalizador de cloruro de zinc.

5 El documento US-A-2.412.230 da a conocer un procedimiento para producir hidrocarburos aromáticos sometiendo un hidrocarburo aromático en contacto con un compuesto de alcoxilo en condiciones alquilantes en presencia de una cantidad catalíticamente eficaz de pirofosfato de un metal pesado seleccionado de entre los miembros de la columna derecha columna del grupo I de la tabla periódica.

10 Se han obtenido excelentes resultados en cuanto a la aplicación industrial en la síntesis de cumeno utilizando zeolitas con una estructura de tipo beta, tal como se describe en el documento EP 432 814, y en particular utilizando catalizadores que comprende beta-zeolita según lo que se describe en el documento EP 687 500 y en el documento EP 847 802.

15 Una vez obtenido el cumeno, se transforma en fenol por medio de una etapa de oxidación para dar hidroperóxido de cumeno, seguido por una etapa de tratamiento ácido que provoca la rotura del enlace peróxido con la formación de fenol y acetona.

20 La síntesis de fenol a través de cumeno, en la que se basan la mayoría de las plantas industriales que existen en todo el mundo para la producción de fenol, conduce a la coproducción de una cantidad de acetona igual a 0,61 kg por kg de fenol.

25 El fenol se utiliza principalmente en la producción de bisfenol A (aproximadamente el 35%), resinas fenólicas (aproximadamente el 35%), caprolactama (aproximadamente el 15%), anilina, alquifenoles, xilenoles y otros productos, mientras que la acetona se utiliza principalmente en la producción de metacrilato de metilo (aproximadamente el 45%), bisfenol A (aproximadamente el 20%), disolventes (aproximadamente el 17%) y metil isobutil cetona (aproximadamente el 8%).

30 Por tanto existe una situación desequilibrada, por lo menos potencial, en la demanda de fenol y acetona, que se derivan intrínsecamente de su producción conjunta, que no permite una modulación de su suministro en relación con los márgenes de crecimiento de los diferentes sectores y comercios de salida para los dos productos.

35 Para evitar esta situación se han propuesto nuevos procedimientos basados en la reutilización de acetona (producida conjuntamente con fenol) en la síntesis aguas arriba de cumeno. En el documento EP 361 755, el propileno utilizado como agente de alquilación de benceno para la síntesis de cumeno se obtiene, o bien total o bien parcialmente, a partir de acetona, tras la reducción con hidrógeno para dar isopropanol y posterior deshidratación para dar propileno.

40 La reutilización del posible exceso de acetona para la nueva producción de propileno según el procedimiento descrito anteriormente es extremadamente onerosa, particularmente debido al alto número de etapas asociadas con las transformaciones de reducción química para dar alcohol isopropílico y la posterior deshidratación del alcohol para dar propileno.

45 Una alternativa que reduce el número de transformaciones químicas necesarias para la reutilización de acetona consiste en la utilización directa de isopropanol, obtenido mediante la reducción de acetona con hidrógeno, como agente de alquilación de benceno en la síntesis de cumeno, tal como se describe por ejemplo en el documento EP 1069100.

50 El documento WO 01/62692 se refiere a un procedimiento para la preparación de cumeno haciendo reaccionar isopropanol o una mezcla de isopropanol y propeno con benceno en presencia de un catalizador de beta-zeolita que presenta una razón molar de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ superior a 10:1. También se enseña un procedimiento para preparar fenol a partir de benceno, que comprende las etapas:

- I. Preparación de cumeno según el procedimiento anterior,
- II. Oxidación de cumeno para dar hidroperóxido de cumeno,
- III. Escisión catalizada por ácido de hidroperóxido de cumeno para dar fenol y acetona y
- IV. Hidrogenación de acetona para formar isopropanol.

55 El documento EP 1 069 100 se refiere a un procedimiento para la alquilación de compuestos aromáticos mediante la reacción del compuesto aromático de interés con isopropanol, solo o mezclado con propileno, que consiste en llevar a cabo dicha reacción en presencia de una composición catalítica basada en zeolita, en condiciones de fase gaseosa-líquida mixta o en condiciones de fase completamente líquida, a una temperatura y presión tales que la concentración de agua en la fase líquida de reacción no es superior a 8.000 ppm, independientemente del contenido de agua total presente en la mezcla de reacción. También se enseña un procedimiento para la preparación de fenol que comprende dicho procedimiento de alquilación, la oxidación del cumeno así obtenido, el tratamiento ácido de hidroperóxido de cumilo, la hidrogenación de la acetona que se forma como subproducto y la recirculación del isopropanol que se forma de ese modo.

65 La alquilación directa de benceno con isopropanol, obtenido mediante la reducción de acetona producida

conjuntamente con fenol, representa una mejora, desde un punto de vista industrial, con respecto a la opción que implica la nueva producción de propileno que va a utilizarse como agente de alquilación de benceno, pero la mejor solución, desde un punto de vista industrial y del procedimiento, consistiría obviamente en la utilización directa de acetona como agente de alquilación de benceno, en presencia de hidrógeno, en la síntesis de cumeno.

5 Ahora se ha encontrado un sistema catalítico que puede fomentar la síntesis de cumeno a partir directamente de los reactivos acetona, benceno e hidrógeno.

10 El cumeno, obtenido según el procedimiento industrial reivindicado en la presente memoria, puede utilizarse para la producción posterior de fenol por medio de oxidación para dar hidroperóxido de cumeno y la posterior transposición del hidroperóxido para dar fenol y acetona. La acetona así obtenida puede utilizarse a su vez para la síntesis de cumeno mediante la alquilación directa de benceno con acetona e hidrógeno llevada a cabo según el procedimiento industrial reivindicado en la presente memoria.

15 Por tanto, el objetivo de la presente invención se refiere a un procedimiento para la alquilación de benceno para dar cumeno que comprende hacer reaccionar acetona, benceno e hidrógeno, que se hacen reaccionar en una única etapa de reacción, en presencia de un sistema catalítico que comprende un material ácido sólido y cobre. Un aspecto preferido es que la composición catalítica utilizada para la alquilación de benceno para dar cumeno contenga adicionalmente uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, 20 VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos. Un aspecto particularmente preferido es que la composición catalítica contenga uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA y VIB, preferentemente Cr o Al.

25 El procedimiento de alquilación, objetivo de la presente invención, permite simplificar considerablemente la preparación de fenol a partir de cumeno; de hecho, no es necesario realizar en primer lugar la transformación de reducción química de acetona para dar isopropanol tal como se describe por ejemplo en el documento US nº 5.160.497, la posterior transformación de deshidratación química de isopropanol para dar propileno tal como se describe por ejemplo en el documento US nº 5.017.729 y por consiguiente la posterior transformación de 30 alquilación química de benceno con propileno tal como se describe por ejemplo en el documento EP 439 632.

Las transformaciones químicas descritas anteriormente se llevan a cabo normalmente en condiciones de reacción algo diferentes para cada una de las reacciones en cuestión y en presencia de catalizadores igualmente diferentes.

35 El sistema catalítico utilizado en el procedimiento de la presente invención permite que todas las transformaciones químicas necesarias para la preparación de cumeno a partir de los reactivos acetona, benceno e hidrógeno, se lleven a cabo de manera simultánea en una única etapa de reacción, maximizando el rendimiento en cumeno y minimizando las reacciones secundarias de los diversos reactivos, productos intermedios y productos.

40 Reacciones secundarias e indeseadas particularmente significativas para determinar el rendimiento global que pueden esperar los expertos en el campo son las reacción de reducción paralela de benceno con hidrógeno para dar ciclohexeno, ciclohexano y hexano, la reacción de condensación paralela de acetona para dar 4-metil-3-penten-2-ona y las reacciones posteriores de estos subproductos con los diversos reactivos y productos de las reacciones principales tales como por ejemplo la alquilación de benceno para dar fenilciclohexano debido al ciclohexeno y la 45 reducción de 4-metil-3-penten-2-ona para dar 4-metil-2-pentanona y 4-metil-2-pentanol debido al hidrógeno.

El sistema catalítico utilizado en el procedimiento de la presente invención permite de manera inesperada orientar la conversión de los reactivos hacia el producto deseado, reduciendo la formación de productos indeseados al mínimo.

50 El sistema catalítico utilizado en el procedimiento de alquilación de benceno, que es objetivo de la presente invención, comprende un material ácido sólido y cobre, en el que el cobre está preferentemente en forma de un óxido.

55 Según un aspecto preferido, la composición catalítica también contiene uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos. Estos elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, también están preferentemente en forma de óxidos. En particular, el cobre y estos elementos pueden estar contenidos en la composición catalítica en forma de un óxido mixto.

60 Según un aspecto particularmente preferido, la composición catalítica contiene uno o más elementos seleccionados de entre los elementos de los grupos IIIA y VIB. Según lo que se especificó anteriormente, estos elementos de los grupos IIIA y VIB están preferentemente en forma de óxidos. En particular, el cobre y estos elementos pueden estar contenidos en la composición catalítica en forma de un óxido mixto.

65 Un aspecto particularmente preferido de la presente invención es utilizar composiciones catalíticas que contienen cobre y un elemento seleccionado de entre cromo y aluminio. En particular, el cobre y estos elementos pueden estar contenidos en la composición catalítica en forma de un óxido mixto.

En particular, el cobre y el cromo pueden estar contenidos en la composición catalítica en forma de cromita de cobre. La cromita de cobre se representa por la fórmula empírica $\text{CuO} \cdot \text{CuCr}_2\text{O}_4$. CuCr_2O_4 se conoce como C.A.S. R.N. 12018-10-9 y se describe en "Gmelins Handbuch der An-organischen Chemie, 8ª ed., Vol. Kupfer, parte B, capítulo 3, número de sistema 60, página 60". En el procedimiento de la presente invención, pueden utilizarse materiales disponibles comercialmente denominados cromita de cobre, que contienen Cu (II) y Cr (III), que presentan proporciones variables de CuO y CuCr_2O_4 . Estos materiales, que también pueden contener opcionalmente pequeñas cantidades de promotores tales como Ba y Mn, los conocen bien los expertos en el campo y se describen por ejemplo en J. D. Stoupe, "An X-Ray Diffraction Study of the Copper Chromites and of the "Copper-Chromium Oxide" Catalyst" J. Am. Chem. Soc., vol. 71, 1949, página 589; en A. Imura *et al.*, "Catalysis by "Copper Chromite", I, The effect of hydrogen Reduction on the composition, structure and catalytic activity for methanol decomposition", Bull. Chem. Soc. Jp., 56, 2203-2207 (1983); en R.B.C. Pillai, "A study of the pre-activation of a copper chromite catalyst", Catalysis Letters 26 (1994) 365-371.

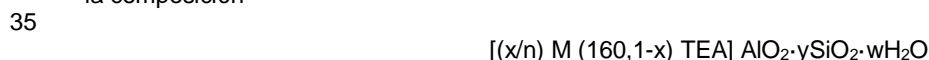
El cobre y el aluminio pueden estar contenidos en la composición catalítica utilizada en la presente invención en forma de los correspondientes óxidos.

Según lo que se especificó anteriormente, la composición catalítica que contiene cromita de cobre puede contener, como promotores, bario y/o manganeso, preferentemente en forma de óxidos. El contenido en bario o manganeso es inferior al 15% en peso con respecto al peso total de la composición y preferentemente oscila entre el 0,1 y el 5% en peso. Los porcentajes en peso de bario y manganeso se refieren a su contenido expresado como elemento.

El material ácido sólido contenido en la composición catalítica utilizada en el procedimiento de alquilación de benceno de la presente invención es preferentemente de naturaleza zeolítica y puede contener uno o más materiales zeolíticos. Zeolitas que pueden utilizarse son zeolita beta, zeolita Y, ZSM-12 y mordenita. Estas zeolitas se describen en "Atlas of zeolite structure types", Ch. Baerlocher, W. M. Meier y D.H. Olson, 2001, 5ª edición, Elsevier. Un aspecto preferido es utilizar zeolita beta.

Las zeolitas se utilizan en forma ácida, es decir en la forma en la que todas las cargas negativas que se derivan del aluminio presente en la estructura están contrarrestadas por iones hidrógeno, o prevalentemente ácida.

La zeolita beta utilizada como componente de la composición catalítica del procedimiento según la presente invención corresponde a la descrita en el documento US 3.308.069, y es un material cristalino poroso que presenta la composición



en la que n es el estado de oxidación de M, x es inferior a 1, y oscila entre 5 y 100, w oscila entre 0 y 4, M es un metal seleccionado de entre los de los grupos IA, IIA, IIIA del sistema periódico o de metales de transición y TEA es hidróxido de tetraetilamonio.

Un aspecto preferido de la presente invención es que la zeolita beta esté en forma ácida, es decir en la forma en la que el ión H^+ ha sustituido parcial o totalmente a los cationes metálicos inicialmente presentes.

Esta sustitución se realiza según los procedimientos conocidos por medio de un intercambio con iones amonio, lavado y posterior calcinación.

Las composiciones catalíticas que pueden utilizarse en el procedimiento de alquilación de la presente invención, que comprenden un material ácido sólido y cobre, pueden comprender agentes de unión adecuados, por ejemplo óxidos de los grupos IIIA, IVA y IVB. Más preferentemente, el sistema catalítico puede contener un óxido de Si o Al como portador de unión. Incluso más preferentemente, el sistema catalítico puede contener γ -alúmina como portador de unión.

La γ -alúmina es un material conocido y está disponible comercialmente en forma, preferida para los fines de la invención, de los precursores bohemita o p-bohemita, transformada posteriormente en γ -alúmina durante la preparación del sistema catalítico, en la fase de calcinación final.

El agente de unión se utiliza preferentemente en una cantidad relativa en peso con respecto al sistema catalítico comprendido 5:95 y 95:5.

Un aspecto particularmente preferido de la presente invención es utilizar un sistema catalítico que contiene cromita de cobre y una zeolita de tipo beta, en su forma ácida. Esta composición puede contener un agente de unión inorgánico según lo que se describió anteriormente.

El cobre está contenido preferentemente en la composición catalítica de la presente invención en una razón en peso del metal con respecto al material ácido sólido comprendida entre 0,001 y 10, más preferentemente comprendido

entre 0,01 y 2. Cuando la composición catalítica contiene uno o más elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, cada elemento está preferentemente contenido en una razón en peso del metal con respecto al material ácido sólido comprendida entre 0,001 y 10, más preferentemente entre 0,01 y 2.

5 El sistema catalítico utilizado en la presente invención, tal como se describió anteriormente, contiene un componente ácido sólido con una funcionalidad de alquilación y un componente metálico que contiene cobre y opcionalmente uno o más elementos seleccionados de entre los elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, con una funcionalidad de hidrogenación.

10 El sistema catalítico utilizado en la presente invención, que contiene un componente ácido sólido y un componente metálico que contiene cobre y opcionalmente uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, puede prepararse, a partir de los componentes descritos anteriormente, según diversos procedimientos de combinación prácticos, manteniendo cada uno las características específicas indicadas anteriormente.

15 Por tanto, el sistema catalítico de la presente invención puede consistir en una o más zonas diferenciadas que contienen cada una una única funcionalidad, o bien de hidrogenación vinculada al componente metálico o bien de alquilación vinculada al componente ácido, en particular zeolítico, o bien funcionalidades tanto de hidrogenación como de alquilación que presentan las características descritas anteriormente.

A continuación se indican ejemplos de algunos de los diversos procedimientos de preparación del sistema catalítico y se representan esquemáticamente en la figura 1.

25 En esta figura, I se refiere al componente metálico de la composición catalítica, que contiene cobre y opcionalmente uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, presentando dicho componente una funcionalidad de hidrogenación. Cuando el componente metálico contiene cobre solo, está preferentemente en forma de un óxido. Cuando el componente metálico también contiene un elemento seleccionado de entre los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, 30 VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, también está preferentemente en forma de un óxido. En este caso, el componente puede prepararse por ejemplo mediante el mezclado mecánico de los óxidos. En el caso particular en el que el cobre y el elemento o los elementos seleccionados de entre los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, están en forma de un óxido mixto, el componente I puede prepararse por ejemplo según las técnicas de precipitación conjunta conocidas, o mediante fusión de los 35 óxidos de metal presentes en el óxido mixto. El componente metálico I consiste preferentemente en cromita de cobre.

De nuevo con referencia a la figura 1, A se refiere al componente ácido sólido, preferentemente zeolítico, que contiene la funcionalidad de alquilación. Las zeolitas que pueden utilizarse son preferentemente zeolita beta, zeolita 40 Y, ZSM-12 y mordenita. Un aspecto preferido es utilizar zeolita beta. El componente ácido sólido, preferentemente zeolítico, puede utilizarse en una mezcla con agentes de unión adecuados, por ejemplo óxidos de los elementos de los grupos IIIA, IVA y IVB. El componente ácido sólido A contiene más preferentemente un óxido de Si o Al como portador de unión. Incluso más preferentemente, el componente ácido sólido A contiene γ -alúmina como portador de unión. La composición zeolítica con agente de unión puede prepararse según cualquiera de las técnicas conocidas. 45 En el caso de la zeolita beta, puede prepararse, por ejemplo, tal como se describe en los documentos EP 687500 y EP 847802.

De nuevo con referencia a la figura 1, Al se refiere a una composición que contiene funcionalidades tanto de hidrogenación como de alquilación. La composición indicada con Al también puede comprender agentes de unión 50 adecuados, por ejemplo óxidos de los grupos IIIA, IVA y IVB. La composición indicada con Al contiene más preferentemente un óxido de Si o Al como portador de unión. Incluso más preferentemente, la composición Al contiene γ -alúmina como portador de unión. La composición Al puede prepararse según cualquiera de las técnicas bien conocidas por los expertos en el campo, tales como por ejemplo a) impregnación, b) intercambio iónico o c) extrusión, descritas a continuación en la presente memoria:

55 a) es posible trabajar, por ejemplo, impregnando el material ácido sólido, preferentemente de naturaleza zeolítica, con una disolución acuosa que contiene una sal de cobre y opcionalmente una sal de un elemento seleccionado de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, secando y calcinando el producto resultante. Pueden utilizarse disoluciones separadas para la 60 sal de cobre y la sal del elemento de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos. El producto obtenido con este procedimiento puede utilizarse opcionalmente en una mezcla con agentes de unión adecuados, por ejemplos óxidos de los grupos IIIA, IVA y IVB, tal como se describió anteriormente. Alternativamente, es posible trabajar impregnando una mezcla de material ácido sólido y agente de unión con una disolución acuosa que contiene una sal de cobre y opcionalmente una sal 65 seleccionada de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, secando y calcinando el producto resultante.

- 5 b) Cuando se utiliza la técnica de intercambio iónico, el material ácido sólido, preferentemente de naturaleza zeolítica, se pone por ejemplo en una disolución acuosa que contiene una sal de cobre y opcionalmente una sal seleccionada de entre los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, y se deja la mezcla con agitación durante algunas horas. Se recupera el sólido en suspensión mediante filtración, se lava con agua desmineralizada y se seca: se obtiene un material ácido sólido en forma sometida a intercambio con iones de cobre y posiblemente iones de un metal seleccionado de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos. El material obtenido de esta manera puede utilizarse opcionalmente en una mezcla con un agente de unión adecuado, tal como se definió anteriormente. Alternativamente, se utiliza una composición de un material ácido sólido y de agentes de unión adecuados, que se somete al procedimiento de intercambio iónico descrito anteriormente.
- 10
- 15 c) Alternativamente, puede utilizarse un procedimiento de extrusión, en el que se mezcla en forma de pasta una mezcla mecánica de los dos componentes, es decir el material ácido sólido, preferentemente zeolítico, y el componente metálico, con una disolución de ácido peptizante, se extruye, se seca y se calcina con cualquier procedimiento tradicional. El producto obtenido de esta manera puede utilizarse opcionalmente en una mezcla con un agente de unión adecuado, definido anteriormente. Alternativamente, se somete una mezcla mecánica de los tres componentes, es decir el material ácido sólido, preferentemente zeolítico, el componente metálico y un agente de unión adecuado, definido anteriormente, a un procedimiento de extrusión. Según lo que se especificó anteriormente, el sistema catalítico puede consistir, por ejemplo (figura 1a), en una única zona de composición Al que contiene componentes tanto metálico como ácido, que presenta funcionalidades de alquilación y de hidrogenación.
- 20
- 25 Según otra realización, el sistema catalítico puede consistir, por ejemplo (figura 1b), en dos o más zonas de composición Al separadas, cada una de las cuales contiene los componentes tanto ácido como metálico, que presentan funcionalidades de alquilación y de hidrogenación, en el que la composición de las zonas individuales se diferencia en cuanto a la naturaleza química y la proporción entre la funcionalidad de alquilación y de hidrogenación. Cada zona individual de la composición Al se prepara con uno de los procedimientos conocidos descritos anteriormente, y entonces se ensamblan las zonas mediante estratificación dentro del reactor.
- 30
- Otro procedimiento de preparación (figura 1c) del sistema catalítico consiste por ejemplo en dos o más zonas diferenciadas, en una de las cuales está el componente metálico I que contiene la función de hidrogenación catalítica sola, mientras que en las zonas restantes hay una o más composiciones Al con diferentes combinaciones de los dos componentes que presentan funcionalidades de alquilación y de hidrogenación. Cada zona individual de la composición Al, que contiene dos funcionalidades, se prepara con uno de los procedimientos conocidos descritos anteriormente.
- 35
- 40 En otra realización (figura 1d), el sistema catalítico consiste por ejemplo en dos o más zonas diferenciadas, en una de las cuales está el componente I que contiene la función de hidrogenación catalítica sola, mientras que en la zona posterior está el componente A, que presenta una función catalítica de alquilación. El componente ácido A, preferentemente zeolítico, puede utilizarse en una mezcla con agentes de unión adecuados, definidos anteriormente.
- 45 En una realización adicional (figura 1e) el sistema catalítico consiste por ejemplo en una zona individual en la que están dispuestos los dos componentes de la composición catalítica, I y A respectivamente, mezclados mecánicamente entre sí. También en este caso, el componente ácido sólido A, preferentemente zeolítico, puede utilizarse en una mezcla con agentes de unión adecuados definidos anteriormente.
- 50 En aún otra realización (figura 1f), el sistema catalítico consiste por ejemplo en dos o más zonas diferenciadas, en una de las cuales está el componente I del sistema catalítico que contiene la función de hidrogenación catalítica sola mientras que en las zonas restantes hay uno o más pares diferentes de componentes I y A, mecánicamente mezclados, cada uno de los cuales contiene la función de hidrogenación catalítica sola o la función de alquilación catalítica sola. También en este caso, el componente ácido sólido, preferentemente zeolítico, puede utilizarse en una mezcla con agentes de unión adecuados definidos anteriormente.
- 55
- 60 Cuando el sistema catalítico presenta una zona que contiene el componente metálico I solo, que presenta una función de hidrogenación catalítica, es preferentemente la que entra en contacto en primer lugar con la corriente de benceno, acetona e hidrógeno. Además, resulta evidente que, basándose en los procedimientos descritos, un sistema catalítico caracterizado por la presencia simultánea de una función de hidrogenación, cuyo gradiente de actividad disminuye en un sentido, y una función de alquilación, cuyo gradiente de actividad disminuye en el sentido opuesto, puede producirse fácilmente por los expertos en el campo, si se desea.
- 65 El gradiente de actividad de la función de hidrogenación disminuye preferentemente a lo largo del sentido y flujo de alimentación de acetona, benceno e hidrógeno, mientras que el gradiente de actividad de la función de alquilación disminuye a lo largo del sentido y flujo opuestos.

Según un aspecto preferido del procedimiento de alquilación de la presente invención, es preferible trabajar a una temperatura de reacción que oscila generalmente entre 50 y 350°C, preferentemente entre 100 y 250°C. La presión es generalmente igual o superior a la presión atmosférica y preferentemente oscila entre 1 y 50 bar. En la alimentación se utiliza una razón molar entre benceno y acetona que no es inferior a 1 y preferentemente es superior a 2. En la alimentación se utiliza una razón molar entre hidrógeno y acetona que no es inferior a 1 y preferentemente es superior a 2. Preferentemente, la composición catalítica se activa previamente en una corriente de hidrógeno.

La reacción puede llevarse a cabo convenientemente en reactores de catalizador de lecho fijo, que contienen uno o más lechos catalíticos. En este caso, todos los reactivos pueden alimentarse al reactor, en las proporciones deseadas, en el primer lecho catalítico, o la alimentación de los reactivos o algunos de ellos puede alimentarse parcialmente a los diferentes lechos catalíticos.

Sin embargo, algunas de las composiciones preparadas con los procedimientos descritos anteriormente también pueden utilizarse convenientemente en reactores diferentes de los reactores de lecho fijo.

Según el procedimiento reivindicado en la presente memoria con referencia a la figura 2, se hacen reaccionar benceno, acetona e hidrógeno en una única etapa en presencia del sistema catalítico descrito y en las condiciones indicadas para obtener un producto de reacción que contiene principalmente isopropilbenceno, benceno no convertido, hidrógeno no convertido, agua y poliisopropilbencenos.

El producto de reacción se fracciona en una sección de separación S utilizando procedimientos de separación convencionales, tales como desgasificación, destilación o separación de líquidos, para obtener una primera fracción que contiene principalmente hidrógeno, una segunda fracción que contiene principalmente agua, una tercera fracción que contiene principalmente benceno, una cuarta fracción que contiene principalmente isopropilbenceno y una quinta fracción que contiene principalmente poliisopropilbencenos.

La primera fracción (que contiene hidrógeno) se reutiliza en la etapa de reacción con acetona y benceno, la segunda fracción (que contiene agua) se elimina del procedimiento, la tercera fracción (que contiene benceno) se reutiliza parcialmente en la etapa de reacción con acetona e hidrógeno y parcialmente en una etapa de reacción posterior, denominada etapa de transalquilación, en la que se hace reaccionar con la quinta fracción (que contiene poliisopropilbencenos) para producir de nuevo el producto deseado, isopropilbenceno.

La transalquilación es una reacción que se conoce bien en el estado de la técnica y se lleva a cabo en presencia de un catalizador ácido sólido, preferentemente en presencia de un catalizador ácido sólido basado en zeolitas, más preferentemente en presencia de un catalizador ácido sólido basado en zeolita de tipo beta tal como se describe por ejemplo en el documento EP 687 500 y en el documento EP 847 802.

Las condiciones de temperatura para la reacción de transalquilación se seleccionan de desde 100 hasta 350°C, la presión se selecciona de desde 10 hasta 50 atm y la WHSV oscila entre 0,1 y 200 horas⁻¹, tal como también se describe en el documento EP 687 500 y en el documento EP 847 802.

El producto de reacción de transalquilación se fracciona utilizando los procedimientos de separación convencionales en la misma sección de separación.

La tercera fracción procedente de la sección de separación contiene por tanto benceno no convertido procedente tanto de la etapa de alquilación como de la etapa de transalquilación. La cuarta fracción procedente de la sección de separación contiene cumeno procedente tanto de la etapa de alquilación como de la etapa de transalquilación y la quinta fracción procedente de la etapa de separación contiene poliisopropilbencenos procedentes tanto de la etapa de alquilación como de la etapa de transalquilación.

El cumeno obtenido según el procedimiento, objetivo de la presente invención, puede utilizarse para la producción de fenol por medio de oxidación para dar hidroperóxido de cumeno y la posterior transposición del hidroperóxido para dar fenol y acetona.

Por tanto, un objetivo adicional de la presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de fenol que comprende las siguientes etapas:

- (a) hacer reaccionar benceno, acetona e hidrógeno en presencia de un sistema catalítico que comprende un material ácido sólido y cobre
- (b) oxidar el cumeno para dar hidroperóxido de cumeno
- (c) someter el hidroperóxido de cumeno a transposición para dar fenol y acetona.

La acetona que se forma en la etapa (c) puede recircularse a la etapa de síntesis (a) de cumeno.

La composición catalítica utilizada en la etapa (a) también contiene preferentemente uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, y es según lo que se especificó anteriormente con respecto al procedimiento de alquilación de la presente invención. La composición catalítica utilizada contiene preferentemente zeolita beta, cromita de cobre y opcionalmente un agente de unión inorgánico.

Los diversos pasos para la oxidación de cumeno para dar hidroperóxido de cumeno, la transposición de hidroperóxido para dar fenol y acetona y la purificación de fenol se conocen bien en la bibliografía, tal como se describe por ejemplo en los documentos US nº 5.160.497 y US nº 5.017.729.

La etapa de oxidación de cumeno para dar hidroperóxido de cumeno puede llevarse a cabo por ejemplo con oxígeno molecular a una temperatura comprendida entre 60 y 150°C y a una presión comprendida entre 1 y 10 kg-f/cm². Es preferible trabajar en presencia de un iniciador y un compuesto alcalino para el control del pH.

La etapa de transformación de hidroperóxido de cumeno para dar fenol y acetona se lleva a cabo en presencia de un ácido, por ejemplo un ácido fuerte tal como ácido sulfúrico, o por ejemplo una resina de intercambio o una silico-alúmina. Al final, se concentra la mezcla de reacción para recuperar la acetona, que entonces puede recircularse a la etapa de alquilación (a). Puede observarse claramente cómo un procedimiento para la producción de fenol a partir de hidrógeno, oxígeno y benceno, con la coproducción de agua sola, puede realizarse realmente recirculando la acetona a la etapa (a).

Según un aspecto preferido, al final de la primera etapa, tras separar el producto deseado, cumeno, mediante fraccionamiento, que pasa a la posterior etapa de oxidación, la fracción restante de poliisopropilbencenos se utiliza en una etapa separada para una reacción de transalquilación con benceno para recuperar otro cumeno.

La reacción de transalquilación se lleva a cabo en presencia de zeolita beta o un catalizador basado en zeolita beta, en particular preparado según lo que se describe en los documentos EP 687 500 y EP 847 802, que también describen las condiciones de reacción.

La composición catalítica de la presente invención que contiene una zeolita en forma ácida, preferentemente zeolita beta, Cu, y uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos con la condición de que cuando la zeolita es zeolita Y y la composición catalítica contiene uno o más elementos del grupo VIB, dicho elemento se selecciona de Mo y W, es nueva y es un aspecto adicional de la presente invención.

Esta composición catalítica contiene preferentemente zeolita beta, Cu y un elemento seleccionado de entre Cr y Al. Los metales contenidos en la composición están preferentemente en forma de óxidos. Según un aspecto particular de la presente invención, el cobre y el cromo están contenidos en forma de cromita de cobre.

El cobre está contenido preferentemente en la composición catalítica de la presente invención en una razón en peso del metal con respecto a la zeolita que oscila entre 0,001 y 10, más preferentemente que oscila entre 0,01 y 2. La composición catalítica contiene uno o más elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos con la condición de que cuando la zeolita es zeolita Y y la composición catalítica contiene uno o más elementos del grupo VIB, dicho elemento se selecciona de Mo y W, cada elemento está contenido preferentemente en una razón en peso del metal con respecto a la zeolita comprendida entre 0,001 y 10, más preferentemente entre 0,01 y 2. Cuando el componente metálico de la composición catalítica utilizada en esta patente comprende cromita de cobre, pueden estar presentes Ba y Mn como promotores. Estas composiciones catalíticas pueden contener adicionalmente un agente de unión. La preparación de estas composiciones catalíticas es según todos los procedimientos descritos anteriormente.

Los siguientes ejemplos se proporcionan para una ilustración adicional de la invención sin limitar su alcance de ninguna manera.

Ejemplo 1 - Reparación del sistema catalítico

Se prepara un sistema catalítico, que consiste en 10 g de un catalizador basado en cromita de cobre (producido por la compañía SüdChemie con el nombre comercial G99b) que presenta la siguiente composición expresada como porcentaje en peso de los elementos: Cu al 35%, Cr al 31%, Ba al 2%, Mn al 2,5%, indicado a continuación en la presente memoria como "material A1" y 4,5 g de un catalizador basado en zeolita beta preparado según las indicaciones descritas en el ejemplo 1 del documento EP 687500, denominado "material B1". La zeolita beta utilizada en la preparación del material B1 es un producto de la compañía Zeolyst con el nombre comercial CP-806 BL 25.

Se prepara el sistema catalítico de modo que la primera zona de dicho sistema consiste en el material A1 solo en una cantidad igual a 3 g y la segunda zona consiste en una mezcla mecánica de materiales A1 y B1 en una cantidad igual a 7 g de material A1 y 4,5 g de material B1. Por tanto, la cantidad total del sistema catalítico así preparado es

igual a 14,5 g.

Ejemplo 2 - Preparación del sistema catalítico

5 Se prepara un sistema catalítico, a partir de los materiales G-99b (57 g) y zeolita beta (80 g), ya utilizados en el ejemplo anterior, y alúmina p-bohemita comercializada por la compañía Laroche con el nombre comercial Versal 450 (143 g).

10 Se mezclan mecánicamente los materiales en una mezcladora Ploughshare durante aproximadamente 25 minutos, tras lo cual se añaden 175 cc de una disolución acuosa de ácido acético al 5% p/p a la mezcla de polvos así obtenida, sin interrumpir el mezclado durante aproximadamente 20 minutos adicionales.

15 Entonces se somete el producto intermedio así obtenido a extrusión utilizando una prensa extrusora de engranajes de tipo HUTT y posteriormente se somete el producto así obtenido a envejecimiento durante un tiempo no inferior a 48 horas.

20 Tras el periodo de envejecimiento, se somete entonces el producto, en forma de aglomerados, a un tratamiento de calcinación en aire a una temperatura de 550°C aproximadamente durante 5 horas, obteniendo un material denominado "material B2", que contiene aproximadamente el 25% de material G99b, aproximadamente el 30% de zeolita beta y aproximadamente el 45% de portador de unión de alúmina.

Se prepara el sistema catalítico para consistir en una zona individual en la que hay material B2. La cantidad total de sistema catalítico así preparado es igual a 9,0 g.

25 Ejemplo 3 - Preparación del sistema catalítico

Se prepara un sistema catalítico que consiste en dos zonas diferenciadas, la primera de las cuales contiene 3 g de material A1 ya utilizado en el ejemplo 1 y la segunda contiene 8 g de material B2 preparado según el procedimiento descrito en el ejemplo 2. La cantidad total de sistema catalítico es por tanto igual a 11 g.

30 Ejemplo 4 - Preparación del sistema catalítico

35 Se cargan 37 g de un catalizador basado en zeolita beta preparado según las indicaciones proporcionadas en el ejemplo 1 del documento EP 687500 (malla de 12-16), en un matraz para evaporador rotatorio que presenta un volumen de 500 ml, y entonces se secan a vacío a temperatura ambiente durante 2 horas.

40 Se prepara una disolución que consiste en 30,34 g de agua desmineralizada y 8,0 g de nitrato de cobre, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2,5\text{H}_2\text{O}$ (P.M. = 232,59, 34,4 mmol). Se impregna el sólido a temperatura ambiente a vacío. Se deja rotar lentamente, a vacío, durante 3 h. Entonces se seca en un horno durante 2 h a 120°C. Se calcina a 316°C/4 h con una velocidad de aumento de 1°C min⁻¹.

45 Se realiza una segunda impregnación, como la anterior pero utilizando una disolución que consiste en 4,06 g de nitrato de cobre $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2,5\text{H}_2\text{O}$ (P.M. = 232,59, 17,5 mmol) y 15,42 g de agua desmineralizada, con 18,8 g de producto, calcinado a 316°C.

Se impregna el sólido a temperatura ambiente a vacío. Se deja rotar lentamente, a vacío, durante 3 h. Se seca en un horno durante 2 h a 120°C y se calcina a 482°C/8 h con una velocidad de aumento de 1°C min⁻¹.

50 Se recuperan 19,4 g de producto calcinado (el 10,29% de Cu).

Ejemplo 5 - Prueba catalítica

Se lleva a cabo una prueba catalítica, utilizando un aparato de experimentación tal como se describe a continuación.

55 El aparato de experimentación consiste en tanques para los reactivos benceno y acetona, bombas de alimentación de los reactivos benceno y acetona, un medidor másico para el control de la velocidad de flujo de hidrógeno procedente de un cilindro, una mezcladora estática de los reactivos antes de su entrada en la reacción, una unidad de precalentamiento de los reactivos, un reactor de acero situado dentro de un horno de calentamiento eléctrico equipado con una regulación de la temperatura dentro del horno y dentro del reactor, un sistema de regulación de la presión dentro del reactor por medio de una válvula neumática, un elemento de enfriamiento del efluente de reacción y un sistema de recogida de los productos líquidos y gaseosos.

60 El reactor, situado dentro del horno de calentamiento, consiste en un tubo cilíndrico de acero, con un sistema de sellado mecánico y un diámetro interno igual a aproximadamente 2 cm.

65 A lo largo del eje mayor del reactor hay una trampa de termómetro que presenta un diámetro igual a 1 mm, que

contiene un termopar que puede discurrir libremente a lo largo del eje mayor del reactor y por consiguiente a lo largo del eje mayor del lecho catalítico.

5 Se carga el sistema catalítico preparado tal como se describe en el ejemplo 1 en el reactor, en una cantidad igual a 14,5 g, con un tamaño que oscila entre 1 y 2 mm, para una altura total del lecho catalítico igual a 8,5 cm.

Se carga una cantidad de material de cuarzo inerte por encima y por debajo del lecho catalítico para una altura igual a 2 cm por encima y 2 cm por debajo del lecho catalítico.

10 Entonces se somete el catalizador a secado en una corriente de nitrógeno a una temperatura dentro del reactor igual a 160°C durante aproximadamente 1 hora, y posteriormente se alimenta una corriente de 5,2 ml/min de hidrógeno a baja presión durante 60 minutos, seguido por una corriente de 15,8 ml/min a 180°C durante 120 minutos y finalmente una corriente de 23,6 ml/min a 200°C durante 180 minutos, tras lo cual se interrumpe la alimentación de hidrógeno y se lleva la temperatura del reactor de vuelta hasta un valor igual a 150°C, manteniéndose continuamente el aparato de experimentación en una corriente de nitrógeno.

Una vez alcanzada una temperatura constante de 150°C, entonces se interrumpe la corriente de nitrógeno y se inicia la alimentación de benceno con una velocidad de flujo igual a 0,245 ml/min.

20 Se mantiene el sistema en estas condiciones durante 60 minutos, tras lo cual se reactiva la alimentación de hidrógeno a una velocidad de flujo igual a 27,3 ml/min y después de algunos minutos se inicia la alimentación de acetona con una velocidad de flujo igual a 0,012 ml/min.

25 Aproximadamente 3 horas tras la alimentación de acetona, se extraen muestras del efluente de reacción, tanto para la parte líquida como para la gaseosa, que posteriormente se analizan mediante cromatografía de gases.

La tabla 1 resume las condiciones de funcionamiento, junto con los resultados obtenidos. En esta tabla:

30 - WHSV expresa la razón entre la suma de las velocidades de flujo horarias de benceno y acetona (excluyendo el hidrógeno) y la cantidad de sistema catalítico;

35 - la selectividad [arilos]/[acetona] expresa la fracción de acetona convertida en cumeno + poliisopropilbencenos (productos útiles para la producción de cumeno en transalquilación) con respecto a la cantidad total de acetona convertida;

- la selectividad [cumeno]/[acetona] expresa la fracción de acetona convertida en cumeno con respecto a la cantidad total de acetona convertida;

40 - la selectividad [arilos]/[benceno] expresa la fracción de benceno convertido en cumeno + poliisopropilbencenos con respecto a la cantidad total de benceno convertido.

Ejemplo 6 - Prueba catalítica

45 Se realiza una prueba catalítica, utilizando el mismo aparato de experimentación y las mismas condiciones de experimentación que en el ejemplo 5, pero cargando el sistema catalítico preparado según lo que se describe en el ejemplo 2, en una cantidad igual a 9 g, para una altura total del lecho catalítico igual a 8,3 cm. Se alimenta el benceno con una velocidad de flujo igual a 0,184 ml/min.

50 Aproximadamente 3 horas tras el inicio de la alimentación de acetona, se extraen muestras del efluente de reacción, tanto para la parte líquida como para la gaseosa, que posteriormente se analizan mediante cromatografía de gases.

La tabla 1 resume las condiciones de funcionamiento, junto con los resultados obtenidos.

Ejemplo 7 - Prueba catalítica

55 Se realiza una prueba catalítica, utilizando el mismo aparato de experimentación y las mismas condiciones de experimentación que en el ejemplo 5, pero cargando el sistema catalítico preparado según lo que se describe en el ejemplo 3, en una cantidad igual a 11 g, para una altura total del lecho catalítico igual a 8,5 cm. Se alimenta el benceno con una velocidad de flujo igual a 0,251 ml/min.

60 Aproximadamente 3 horas tras el inicio de la alimentación de acetona, se extraen muestras del efluente de reacción, tanto para la parte líquida como para la gaseosa, que posteriormente se analizan mediante cromatografía de gases.

La tabla 1 resume las condiciones de funcionamiento, junto con los resultados obtenidos.

65

Ejemplo 8 - Prueba catalítica

Se realiza una prueba catalítica, utilizando el mismo aparato de experimentación y las mismas condiciones de experimentación que en el ejemplo 5, pero cargando el sistema catalítico preparado según lo que se describe en el ejemplo 3, en una cantidad igual a 11 g, para una altura total del lecho catalítico igual a 8,5 cm. Se alimenta la acetona con una velocidad de flujo igual a 0,009 ml/min, el benceno con una velocidad de flujo igual a 0,072 ml/min.

Aproximadamente 3 horas tras el inicio de la alimentación de acetona, se extraen muestras del efluente de reacción, tanto para la parte líquida como para la gaseosa, que posteriormente se analizan mediante cromatografía de gases.

La tabla 1 resume las condiciones de funcionamiento, junto con los resultados obtenidos.

Ejemplo 9 - Prueba catalítica

Se realiza una prueba catalítica, utilizando el mismo aparato de experimentación y las mismas condiciones de experimentación que en el ejemplo 5, pero cargando el sistema catalítico preparado según lo que se describe en el ejemplo 4, en una cantidad igual a 5 g, para una altura total del lecho catalítico igual a 5 cm.

Entonces se somete el catalizador a secado en una corriente de nitrógeno y se lleva la temperatura dentro del reactor desde 120°C hasta 190°C en aproximadamente 2 horas. Una vez alcanzada una temperatura constante de 190°C, entonces se interrumpe la corriente de nitrógeno y se inicia la alimentación de benceno con una velocidad de flujo igual a 0,254 ml/min. Se mantiene el sistema en estas condiciones durante 60 minutos, tras lo cual se reactiva la alimentación de hidrógeno a una velocidad de flujo igual a 27,3 ml/min y tras algunos minutos se inicia la alimentación de acetona con una velocidad de flujo igual a 0,036 ml/min.

Aproximadamente 3 horas tras la alimentación de acetona, se extraen muestras del efluente de reacción, tanto para la parte líquida como para la gaseosa, que posteriormente se analizan mediante cromatografía de gases. La tabla 1 resume las condiciones de funcionamiento, junto con los resultados obtenidos.

TABLA 1

N.º de ejemplo	5	6	7	8	9
Cantidad de sistema catalítico (g)	14,5	9	11	11	5
Temperatura de reacción (°C)	150	150	150	150	190
Presión de reacción (kpa)	100	100	100	100	100
WHSV total (h ⁻¹)	0,9	1,1	1,2	0,4	3,0
Razón molar de [benc.]/[acetona]	16,8	12,6	17,2	6,3	5,8
Razón molar de [H ₂]/[acetona]	7,4	7,4	7,4	9,77	2,5
Conversión de acetona, %	100,0	100	100	100	98,5
Selectividad de [arilos]/[acetona], %	96,6	88,3	94,6	98,0	89,1
Selectividad de [cumeno]/[acetona], %	81,9	70,2	79,8	79,7	81,0
Selectividad de [arilos]/[benceno], %	99,4	96,7	99,0	99,8	96,7

Ejemplo 10 - Preparación del sistema catalítico

Se prepara un material, que consiste en un catalizador basado en aluminato de cobre (producido por SüdChemie con el nombre comercial de T4489, indicado a continuación en la presente memoria como "material A2", que presenta la siguiente composición expresada como porcentaje en peso de los elementos: Cu al 39,3%, Al al 15,5%, Zn al 6,0%, Mn al 6,8%), zeolita beta y alúmina p-bohemita. La zeolita beta y la alúmina son los mismos materiales utilizados en los ejemplos anteriores.

Se cargan 173 g de alúmina, 192 g de zeolita beta, 124 g de T4489 en una mezcladora Ploughshare y se mezclan mecánicamente durante aproximadamente 60 minutos, tras lo cual se añaden 400 cc de una disolución acuosa de ácido acético al 2% p/p a la mezcla de polvos así obtenida, sin interrumpir el mezclado durante aproximadamente 60 minutos adicionales.

Entonces se somete el producto intermedio así obtenido a extrusión utilizando una prensa extrusora de engranajes de tipo HUTT y entonces se somete el producto obtenido a envejecimiento durante un periodo no inferior a 48 horas.

Tras el periodo de envejecimiento, se somete posteriormente el producto, en forma de aglomerados, a un tratamiento de calcinación en aire a una temperatura de aproximadamente 550°C durante 5 horas, obteniendo un material denominado "material B3", que contiene aproximadamente el 30% de aluminato de cobre T4489, aproximadamente el 40% de zeolita beta y aproximadamente el 30% de un portador de unión de alúmina. Se prepara el sistema catalítico de modo que consiste en dos zonas diferenciadas, la primera que contiene 3 g del material A2 y la segunda 7 g del material B3 preparado tal como se describe. Por tanto, la cantidad total de sistema catalítico es igual a 10 g.

Ejemplo 11 - Preparación del sistema catalítico

Se prepara un material que consiste en aluminato de cobre T4489 y zeolita beta, ya utilizados en el ejemplo anterior.

Se cargan 298 g de zeolita beta, 255 g de T4489 en una mezcladora Ploughshare y se mezclan mecánicamente durante aproximadamente 60 minutos, tras lo cual se añaden 365 cc de una disolución acuosa de ácido acético al 5% p/p a la mezcla de polvos así obtenida, sin interrumpir el mezclado durante aproximadamente 60 minutos adicionales.

Entonces se somete el producto intermedio así obtenido a extrusión utilizando una prensa extrusora de engranajes de tipo HUTT y entonces se somete el producto obtenido a envejecimiento durante un periodo no inferior a 48 horas.

Tras el periodo de envejecimiento, posteriormente se somete el producto, en forma de aglomerados, a un tratamiento de calcinación en aire a una temperatura de aproximadamente 550°C durante 5 horas, obteniendo un material denominado "material B4", que contiene aproximadamente el 50% de aluminato de cobre T4489 y aproximadamente el 50% de zeolita beta. Se prepara el sistema catalítico de modo que consiste en dos zonas diferenciadas, la primera que contiene 3 g del material A2 y la segunda 7 g del material B4 preparado tal como se describe. Por tanto, la cantidad total de sistema catalítico es igual a 10 g.

Ejemplo 12 - Prueba catalítica

Se lleva a cabo una prueba catalítica, utilizando el mismo aparato de experimentación descrito en el ejemplo 5.

Se carga el sistema catalítico preparado tal como se describe en el ejemplo 10 en el reactor en una cantidad igual a 10 g, con un tamaño que oscila entre 1 y 2 mm, para una altura total del lecho catalítico igual a 8,5 cm.

Se carga una cantidad de material de cuarzo inerte por encima y por debajo del lecho catalítico para una altura igual a 2 cm por encima y 2 cm por debajo del lecho catalítico.

Entonces se somete el catalizador a secado en una corriente de nitrógeno durante 1 hora durante la cual se lleva la temperatura interna hasta 210°C. Una vez alcanzada esta temperatura, se alimenta una corriente de 1,3 ml/min de benceno durante aproximadamente 30 minutos. Entonces se reduce la temperatura hasta 194°C, se lleva la presión hasta 2100 Kpa y se interrumpe el flujo de nitrógeno. Posteriormente se alimenta una corriente de 367 ml/min de hidrógeno durante aproximadamente 30 minutos. Finalmente, se interrumpe la alimentación de benceno y se alimenta un flujo de 0,77 g/min de una disolución de benceno y acetona [C6]/[C3] = 6,3.

Aproximadamente 3 horas tras el inicio de la alimentación de acetona, se toman muestras del efluente de la reacción, tanto para la parte líquida como para la gaseosa, que posteriormente se analizan por medio de cromatografía de gases. Aproximadamente 24 horas tras el inicio de la alimentación, se repite la operación de toma de muestras con el mismo procedimiento de análisis.

La tabla 2 resume las condiciones de funcionamiento, junto con los resultados obtenidos.

Ejemplo 13 - Prueba catalítica

Se lleva a cabo una prueba catalítica, utilizando el mismo aparato de experimentación descrito en el ejemplo 5 y en las mismas condiciones de experimentación que en el ejemplo 12. Se carga el sistema catalítico preparado tal como se describe en el ejemplo 11 en el reactor en una cantidad igual a 10 g, con un tamaño que oscila entre 1 y 2 mm, para una altura total del lecho catalítico igual a 8,1 cm.

Aproximadamente 3 horas tras el inicio de la alimentación de acetona, se toman muestras del efluente de la reacción, tanto para la parte líquida como para la gaseosa, que posteriormente se analizan por medio de cromatografía de gases. Aproximadamente 24 horas tras el inicio de la alimentación, se repite la operación de toma de muestras con el mismo procedimiento de análisis.

La tabla 2 resume las condiciones de funcionamiento, junto con los resultados obtenidos.

Ejemplo 14 - Prueba catalítica

Se lleva a cabo una prueba catalítica, utilizando el mismo aparato de experimentación descrito en el ejemplo 5 y en las mismas condiciones de experimentación que en el ejemplo 12, pero cargando el sistema catalítico preparado tal como se describe en el ejemplo 3 en una cantidad igual a 11 g para una altura total del lecho catalítico igual a 8,3 cm. Se alimenta un flujo de 0,76 g/min de una disolución de benceno y acetona [C6]/[C3] = 6,3.

Aproximadamente 3 horas tras el inicio de la alimentación de acetona, se toman muestras del efluente de la

reacción, tanto para la parte líquida como para la gaseosa, que posteriormente se analizan por medio de cromatografía de gases. Aproximadamente 24, 173 y 384 horas tras el inicio de la alimentación, se repite la operación de toma de muestras con el mismo procedimiento de análisis.

5 La tabla 2 resume las condiciones de funcionamiento, junto con los resultados obtenidos.

Ejemplo 15 - Prueba catalítica

10 Se lleva a cabo una prueba catalítica, utilizando el mismo aparato de experimentación descrito en el ejemplo 5, pero cargando el sistema catalítico preparado tal como se describe en el ejemplo 3 en una cantidad igual a 11 g para una altura total del lecho catalítico igual a 8,4 cm.

15 Se somete el catalizador a secado en una corriente de nitrógeno a una temperatura dentro del reactor igual a 160°C durante aproximadamente 1 hora, tras lo cual se alimenta un flujo de 5,2 ml/min de hidrógeno a baja presión durante 60 minutos, seguido por un flujo de 15,8 ml/min a 180°C durante 120 minutos y finalmente un flujo de 23,6 ml/min a 200°C durante 180 minutos. Entonces se interrumpe la alimentación de hidrógeno y se lleva la temperatura del reactor hasta un valor igual a 170°C, manteniéndose el aparato de experimentación en una corriente de nitrógeno.

20 Una vez que la temperatura ha alcanzado un valor constante de 170°C, se interrumpe la corriente de nitrógeno y se inicia la alimentación de benceno con una velocidad de flujo igual a 0,36 ml/min. Se lleva la presión hasta 850 Kpa.

25 Se mantiene el sistema en estas condiciones durante 60 minutos, tras lo cual se reinicia la alimentación de hidrógeno a una velocidad de flujo igual a 338 ml/min; tras algunos minutos, se interrumpe la alimentación de benceno y se alimenta un flujo de 0,76 g/min de una disolución de benceno y acetona [C6]/[C3] = 6,3.

Aproximadamente 3 horas tras el inicio de la alimentación de acetona, se toman muestras del efluente de la reacción, tanto para la parte líquida como para la gaseosa, que posteriormente se analizan por medio de cromatografía de gases.

30 La tabla 2 resume las condiciones de funcionamiento, junto con los resultados obtenidos.

Ejemplo 16 - Prueba catalítica

35 Se lleva a cabo una prueba catalítica, utilizando el mismo aparato de experimentación descrito en el ejemplo 5, pero cargando el sistema catalítico preparado tal como se describe en el ejemplo 3 en una cantidad igual a 11 g para una altura total del lecho catalítico igual a 8,4 cm.

40 Se somete el catalizador a secado en una corriente de nitrógeno durante 1 hora durante la cual se lleva la temperatura dentro del reactor hasta 230°C. Una vez que se ha alcanzado esta temperatura, se alimenta un flujo de 1,3 ml/min de benceno durante aproximadamente 30 minutos. Entonces se reduce la temperatura hasta 210°C, se lleva la presión hasta 2900 Kpa, se interrumpe la corriente de nitrógeno y se alimenta un flujo de 367 ml/min de hidrógeno durante aproximadamente 30 minutos. Finalmente, se interrumpe la alimentación de benceno y se alimenta un flujo de 0,76 g/min de una disolución de benceno y acetona [C6]/[C3] = 6,3.

45 Aproximadamente 20 horas tras el inicio de la alimentación de acetona, se toman muestras del efluente de la reacción, tanto para la parte líquida como para la gaseosa, que posteriormente se analizan por medio de cromatografía de gases.

50 La tabla 2 resume las condiciones de funcionamiento, junto con los resultados obtenidos.

Tabla 2

N.º de ejemplo	12		13		14				15		16
Tiempo de corriente (h)	3	24	3	24	3	24	173	384	3	24	20
Cantidad de sistema catalítico (g)	10	10	10	10	11	11	11	11	11	11	11
Temperatura de reacción (°C)	194	194	194	194	194	194	194	194	174	174	210
Presión de reacción (kpa)	2100	2100	2100	2100	2100	2100	2100	2100	850	850	2900
WHSV total (h ⁻¹)	4,6	4,6	4,6	4,6	4,1	4,1	4,1	4,1	4,1	4,1	4,1
Razón molar de [benc.]/[acetona]	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3
Razón molar de [H ₂]/[acetona]	11,9	11,9	11,9	11,9	11,9	11,9	11,9	11,9	10,8	10,8	11,9
Conversión de acetona (%)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Selectividad de [arilos]/[acetona] (%)	97,8	97,8	97,6	97,8	97,7	97,8	97,7	97,0	97,1	96,2	96,9
Selectividad de [cumeno]/[acetona] (%)	76,6	76,7	73,9	73,7	76,9	77,0	76,8	76,2	68,7	70,1	83,8
Selectividad de [arilos]/[benceno] (%)	98,8	99,0	98,7	98,8	99,2	99,3	99,3	99,1	99,6	99,3	99,2

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para preparar isopropilbenceno que comprende hacer reaccionar benceno con acetona e hidrógeno, en una única etapa, en presencia de una composición catalítica que comprende un material ácido sólido y cobre.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la composición catalítica contiene uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos.
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que la composición catalítica contiene uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, y VIB.
4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el cobre está en forma de un óxido.
- 20 5. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que el elemento seleccionado de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, está en forma de un óxido.
- 25 6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que el cobre y los elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, están contenidos en la composición catalítica en forma de óxido mixto.
7. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que el elemento seleccionado de entre elementos de los grupos IIIA y VIB está en forma de un óxido.
- 30 8. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que cobre y los elementos de los grupos IIIA y VIB están contenidos en la composición catalítica en forma de un óxido mixto.
9. Procedimiento según la reivindicación 3 o 7, en el que el elemento del grupo VIB o IIIA se selecciona de entre Cr y Al.
- 35 10. Procedimiento según la reivindicación 9, en el que la composición catalítica contiene Cr y Cu en forma de cromita de cobre.
- 40 11. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, en el que el material ácido sólido se selecciona de entre uno o más materiales zeolíticos en forma ácida o prevalentemente ácida.
12. Procedimiento según la reivindicación 11, en el que el material zeolítico se selecciona de entre zeolita beta, zeolita Y, ZSM-12 y mordenita.
- 45 13. Procedimiento según la reivindicación 12, en el que la zeolita es zeolita beta.
14. Procedimiento según la reivindicación 13, en el que la composición catalítica comprende cromita de cobre y zeolita beta.
- 50 15. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el cobre está contenido en la composición catalítica en una razón en peso del metal con respecto al material ácido sólido comprendido entre 0,001 y 10.
- 55 16. Procedimiento según la reivindicación 15, en el que el cobre está contenido en la composición catalítica en una razón en peso del metal con respecto al material ácido sólido comprendido entre 0,01 y 2.
17. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que el elemento seleccionado de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, está contenido en la composición catalítica en una razón en peso del metal con respecto al material ácido sólido comprendido entre 0,001 y 10.
- 60 18. Procedimiento según la reivindicación 17, en el que el elemento seleccionado de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, está contenido en la composición catalítica en una razón en peso del metal con respecto al material ácido sólido comprendido entre 0,01 y 2.
- 65 19. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que la composición catalítica comprende promotores tales como Ba y Mn.
20. Procedimiento según la reivindicación 19, en el que Ba o Mn están contenidos en la composición catalítica en un

porcentaje en peso comprendido entre el 0,1 y el 5% con respecto al peso de la composición.

- 5 21. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, en el que la composición catalítica comprende un agente de unión inorgánico.
22. Procedimiento según la reivindicación 21, en el que el agente de unión se selecciona de óxido de silicio y óxido de aluminio.
- 10 23. Procedimiento según la reivindicación 22, en el que el agente de unión es γ -alúmina.
24. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la composición catalítica consiste en una o más zonas diferenciadas cada una de las cuales contiene un componente metálico, que contiene cobre y opcionalmente uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, o un componente ácido sólido, o ambos componentes.
- 15 25. Procedimiento según la reivindicación 24, en el que la zona que contiene el componente metálico está constituida por óxido de cobre o cromita de cobre, o es un óxido mixto de cobre y uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos.
- 20 26. Procedimiento según la reivindicación 24, en el que la zona que contiene el componente ácido sólido es de naturaleza zeolítica.
- 25 27. Procedimiento según la reivindicación 26, en el que la zeolita se selecciona de entre zeolita beta, zeolita Y, ZSM-12 y mordenita.
28. Procedimiento según la reivindicación 27, en el que la zeolita es zeolita beta.
- 30 29. Procedimiento según la reivindicación 24, en el que la zona que contiene ambos componentes se prepara mediante impregnación del sólido ácido con una disolución de una sal de cobre y opcionalmente una sal de entre uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, secado y calcinación.
- 35 30. Procedimiento según la reivindicación 29, en el que la composición que contiene ambos componentes se utiliza en una mezcla con un agente de unión según las reivindicaciones 21, 22 o 23.
- 40 31. Procedimiento según la reivindicación 24, en el que la zona que contiene ambos componentes se prepara mediante impregnación de la mezcla del material ácido sólido y un agente de unión según las reivindicaciones 21, 22 o 23, con una disolución de una sal de cobre y opcionalmente una sal de entre uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, secado y calcinación.
- 45 32. Procedimiento según la reivindicación 24, en el que la zona que contiene ambos componentes se prepara por medio de un procedimiento de intercambio iónico en el que se pone el material ácido sólido en una disolución acuosa que contiene una sal de cobre y opcionalmente, una sal de uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, se deja la mezcla con agitación durante varias horas, se recupera el sólido en suspensión mediante filtración, se lava con agua desmineralizada y se seca, obteniendo un material ácido sólido en forma sometida a intercambio.
- 50 33. Procedimiento según la reivindicación 30, en el que el material que contiene ambos componentes se utiliza en una mezcla con agentes de unión según las reivindicaciones 21, 22 o 23.
- 55 34. Procedimiento según la reivindicación 24, en el que la zona que contiene ambos componentes se prepara por medio de un procedimiento de intercambio iónico en el que se pone una composición del material ácido sólido y agentes de unión según las reivindicaciones 21, 22 o 23 en una disolución acuosa que contiene una sal de cobre y opcionalmente una sal de uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, se deja la mezcla con agitación durante varias horas, se recupera el sólido en suspensión mediante filtración, se lava con agua desmineralizada y se seca.
- 60 35. Procedimiento según la reivindicación 24, en el que la zona que contiene ambos componentes se prepara por medio de la extrusión, el secado y la calcinación de una mezcla mecánica de los dos componentes mezclados en forma de pasta con un agente peptizante.
- 65 36. Procedimiento según la reivindicación 24, en el que la zona que contiene ambos componentes se prepara por

medio de la extrusión, el secado y la calcinación de una mezcla mecánica del componente ácido sólido, el componente metálico y agentes de unión según las reivindicaciones 21, 22 o 23.

- 5 37. Procedimiento según la reivindicación 24, en el que la composición catalítica consiste en una zona individual que contiene los componentes tanto metálico como ácido sólido.
- 10 38. Procedimiento según la reivindicación 24, en el que la composición catalítica consiste en dos o más zonas diferenciadas que contienen cada una los componentes tanto metálico como ácido sólido, en el que la composición de las zonas individuales es diferente.
- 15 39. Procedimiento según la reivindicación 24 o 25, en el que la composición catalítica consiste en dos o más zonas diferenciadas, una de las cuales contiene el componente metálico, mientras que las otras contienen una o más combinaciones diferentes de los dos componentes metálico y ácido sólido.
- 20 40. Procedimiento según la reivindicación 24 o 25, en el que la composición catalítica consiste en dos o más zonas diferenciadas, una de las cuales contiene el componente metálico, mientras que las zonas posteriores contienen el componente ácido sólido.
- 25 41. Procedimiento según la reivindicación 24 o 25, en el que la composición catalítica consiste en una zona individual que contiene los dos componentes de la composición catalítica, mezclados mecánicamente entre sí.
- 30 42. Procedimiento según la reivindicación 24 o 25, en el que la composición catalítica consiste en dos o más zonas diferenciadas, una de las cuales contiene el componente metálico, mientras que las otras contienen diferentes pares de los dos componentes metálico y ácido sólido, mezclados mecánicamente.
- 35 43. Procedimiento según la reivindicación 39, 40 o 42, en el que la zona que contiene el componente metálico es la que entra en contacto en primer lugar con la corriente de reactivos que consiste en el compuesto aromático, cetona e hidrógeno.
- 40 44. Procedimiento según la reivindicación 24, en el que la composición catalítica contiene el componente metálico con un gradiente de actividad que disminuye en un sentido y el componente ácido sólido con un gradiente de actividad que disminuye en el sentido opuesto.
- 45 45. Procedimiento según la reivindicación 44, en el que el gradiente de actividad del componente metálico disminuye a lo largo del sentido y flujo de alimentación de los reactivos, mientras que el gradiente de actividad del componente ácido sólido disminuye a lo largo del sentido y flujo opuesto.
- 50 46. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, llevado a cabo a una temperatura comprendida entre 50 y 350°C y a una presión igual o superior a la presión atmosférica.
- 55 47. Procedimiento según la reivindicación 46, llevado a cabo a una temperatura comprendida entre 100 y 250°C y a una presión comprendida entre 1 y 50 bar.
- 60 48. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que se utiliza una razón molar no inferior a 1 en la alimentación entre el hidrocarburo aromático y la cetona.
- 65 49. Procedimiento según la reivindicación 48, en el que la razón molar es superior a 2.
- 50 50. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que se utiliza una razón molar no inferior a 1 entre hidrógeno y cetona en la alimentación.
- 55 51. Procedimiento según la reivindicación 50, en el que se utiliza una razón molar superior a 2 entre hidrógeno y cetona en la alimentación.
- 60 52. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el compuesto aromático es benceno, la cetona es acetona y el producto resultante del procedimiento de alquilación, que contiene isopropilbenceno, benceno no convertido, hidrógeno no convertido, agua y poliisopropilbencenos, se fracciona en una sección de separación para obtener una primera fracción que contiene principalmente hidrógeno, una segunda fracción que contiene principalmente agua, una tercera fracción que contiene principalmente benceno, una cuarta fracción que contiene principalmente isopropilbenceno y una quinta fracción que contiene principalmente poliisopropilbencenos, en el que la primera fracción se reutiliza en la etapa de reacción con acetona y benceno, la segunda fracción se elimina del procedimiento, la tercera fracción se reutiliza parcialmente en la etapa de reacción con acetona e hidrógeno y parcialmente en una etapa de transalquilación posterior, en la que se hace reaccionar con la quinta fracción para producir isopropilbenceno.
- 65 53. Procedimiento según la reivindicación 52, en el que se fracciona el producto de reacción de transalquilación para

dar benceno, que vuelve a alimentarse al procedimiento de alquilación, cumeno y poliisopropilbencenos, en el que los poliisopropilbencenos vuelven a alimentarse a la etapa de transalquilación.

54. Procedimiento para la producción de fenol, que comprende las siguientes etapas:

(a) hacer reaccionar benceno, acetona e hidrógeno en presencia de un sistema catalítico que comprende un material ácido sólido, cobre, y opcionalmente uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, del grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos,

(b) oxidar el cumeno para dar hidroperóxido de cumeno,

(c) someter el hidroperóxido de cumeno a transposición para dar fenol y acetona,

caracterizado por que la etapa (a) se realiza según una o más de las reivindicaciones 1 a 53.

55. Procedimiento según la reivindicación 54, en el que la acetona que se forma en la etapa (c) se recircula a la etapa de síntesis (a) de cumeno.

56. Composición catalítica que contiene una zeolita en forma ácida, Cu y uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, del grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, con la condición de que cuando la zeolita es zeolita Y y la composición catalítica contiene uno o más elementos del grupo VIB, dicho elemento se selecciona de entre Mo y W.

57. Composición catalítica según la reivindicación 56, que contiene una zeolita en forma ácida seleccionada de entre zeolita beta, zeolita ZSM-12 y mordenita, Cu y uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, del grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos.

58. Composición catalítica según la reivindicación 56, que contiene zeolita Y en forma ácida, Cu y uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIIB, del grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos.

59. Composición catalítica según la reivindicación 56, que contiene un agente de unión.

60. Composición catalítica según la reivindicación 56 o 59, en la que la zeolita es zeolita beta.

61. Composición catalítica según la reivindicación 60, que contiene zeolita beta, cobre, un elemento seleccionado de entre Cr y Al, y opcionalmente un agente de unión.

62. Composición catalítica según la reivindicación 61, en la que el cobre y el cromo están en forma de cromita de cobre.

63. Procedimiento para preparar la composición catalítica según la reivindicación 56, que comprende impregnar la zeolita con una disolución acuosa que contiene una sal de cobre y una sal de uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, del grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, secar y calcinar.

64. Procedimiento según la reivindicación 63, en el que se une el material resultante con un agente de unión según las reivindicaciones 21, 22 o 23.

65. Procedimiento para preparar la composición catalítica según la reivindicación 56, que comprende impregnar la zeolita y agentes de unión según las reivindicaciones 21, 22 o 23 con una disolución acuosa que contiene una sal de cobre y una sal de uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, del grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, secar y calcinar.

66. Procedimiento para preparar la composición catalítica según la reivindicación 56, que comprende realizar el intercambio iónico de la zeolita con una disolución acuosa que contiene una sal de cobre y una sal de uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, del grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, secar y calcinar.

67. Procedimiento para preparar la composición catalítica según la reivindicación 66, en el que se une el material obtenido con un agente de unión.

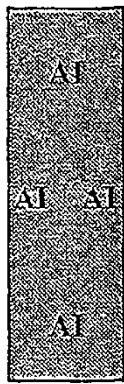
68. Procedimiento para preparar la composición catalítica según la reivindicación 56, que comprende realizar el intercambio iónico de una composición de zeolita y agentes de unión adecuados con una disolución acuosa que contiene una sal de cobre y una sal de uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, del grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, secar y calcinar.

5 69. Procedimiento para preparar la composición catalítica según la reivindicación 56, que comprende extruir, secar y calcinar una mezcla mecánica, mezclada en forma de pasta con un agente peptizante, de zeolita, Cu y uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, del grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, en forma de óxidos.

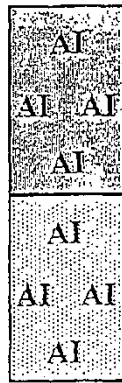
10 70. Procedimiento para preparar la composición catalítica según la reivindicación 56, que comprende extruir, secar y calcinar una mezcla mecánica, mezclada en forma de pasta con un agente peptizante, de zeolita, Cu y uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, del grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, en forma de óxidos, y agentes de unión según las reivindicaciones 21, 22 o 23.

15 71. Procedimiento para preparar la composición catalítica según la reivindicación 56, que comprende ensamblar diversas zonas diferenciadas que contienen cada una el componente metálico que contiene cobre y uno o más elementos seleccionados de entre elementos de los grupos IIIA, IVA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, del grupo VIII limitado a Fe, Ru y Os, y de la serie de lantánidos, o el componente zeolítico, o ambos componentes.

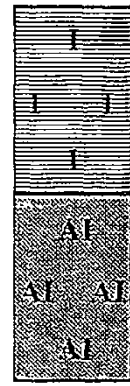
Fig. 1



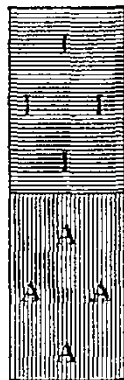
1a



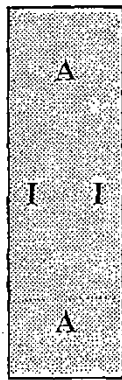
1b



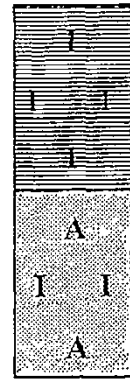
1c



1d



1e



1f

Fig. 2.

