

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 543 316**

51 Int. Cl.:

C07C 37/20 (2006.01)

C07C 37/52 (2006.01)

C07C 45/51 (2006.01)

C07C 37/72 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.06.2012 E 12727973 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.04.2015 EP 2718252**

54 Título: **Tratamiento de corrientes de residuos de bisfenol-A**

30 Prioridad:

06.06.2011 US 201161493675 P

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

18.08.2015

73 Titular/es:

**BADGER LICENSING, LLC (100.0%)
One Financial Center
Boston, MA 02111, US**

72 Inventor/es:

**PALMER, DAVID;
EVITT, STEVEN;
FETSKO, STEPHEN y
CHI, CHUNG-MING**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 543 316 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

Tratamiento de corrientes de residuos de bisfenol-A

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere al tratamiento de corrientes de residuos de bisfenol-A.

Antecedentes

10 El Bisfenol-A (4,4'-dihidroxi-2,2-difenilpropano o BPA) se produce por condensación de acetona con un exceso de fenol en presencia de un catalizador ácido o una resina de intercambio catiónico (GB 795 236). El producto en bruto, además del bisfenol-A deseado y del fenol que no ha reaccionado, contiene subproductos no deseados, tales como isómeros de bisfenol-A, trisfenoles y otros materiales de mayor peso molecular. El bisfenol-A se separa normalmente a partir del producto en bruto mediante una única o una serie de etapas de cristalización, dejando una corriente de aguas madre enriquecida en subproductos no deseados, una porción de la cual se extrae para purgar subproductos no deseados del proceso. Alternativamente, el bisfenol-A se puede separar a partir del producto en bruto mediante una única o una serie de etapas de destilación, que también crea una corriente enriquecida en subproductos no deseados, una porción de la cual se extrae. La corriente extraída puede contener fenol sin reaccionar y bisfenol-A, así como los subproductos no deseados. El fenol se suele recuperar típicamente de la corriente extraída por destilación, normalmente por destilación en vacío, para crear una corriente de residuos concentrada en materiales pesados no deseados que se purga a partir de un proceso de fabricación de BPA.

25 En la técnica anterior se describe un número sustancial de métodos para la recuperación de fenol e isopropenil fenol de dichas corrientes de residuos para mejorar el rendimiento económico del proceso global de fabricación de BPA. Uno de tales métodos se describe en la patente US-6.191.316 e implica la adición de cantidades catalíticas de la base a temperatura elevada en vacío para descomponer isómeros de BPA, trisfenoles y otros subproductos en fenol e isopropenil fenol seguido por la adición de cantidades catalíticas de ácido a temperatura elevada en vacío para recuperar el fenol.

30 En la técnica anterior se describe un número sustancial de métodos para la recuperación de fenol y acetona a partir de BPA y corrientes de residuos de BPA. Uno de tales métodos implica la hidrólisis de BPA y de los residuos de BPA purgados de un proceso de fabricación de BPA en la presencia de agua a temperaturas y presiones supercríticas o casi supercríticas (véase "Phenol Recovery by BPA Tar Hydrolysis in Supercritical Water", Adschiri T., Shibata R., Arai, K., Sekiyu Gakkasishi, Vol 40, No. 4, 1997, p. 291 -297).

40 Por otra parte, la hidrólisis de BPA y de residuos de BPA se ha demostrado que se produce a temperaturas y presiones subcríticas en presencia de una solución acuosa de hidróxidos y carbonatos de amoníaco, metales alcalinos y metales alcalinotérreos para producir fenol y acetona, los cuales a continuación se pueden recuperar (véase patente US-3.075.015). En este proceso, los compuestos pesados concentrados se hacen reaccionar con una solución de hidróxido de sodio u otra solución básica para convertir el p,p-BPA y otros compuestos de nuevo en fenol y acetona. La acetona se recupera en una columna de destilación y el fenol se recupera por neutralización seguido por destilación de vapor. Los rendimientos de fenol y acetona que utilizan hidrólisis son sustancialmente mayores en comparación con los métodos que utilizan la descomposición catalítica en ausencia de agua.

45 Sin embargo, la patente '015 no dice nada sobre el tratamiento o disposición posterior de la mezcla acuosa restante ni de los compuestos pesados sin hidrolizar. Por lo tanto, para lograr el beneficio económico de la hidrólisis de los isómeros de BPA y las impurezas en la corriente de residuos, se requiere una solución para recuperar y reciclar de manera eficiente la acetona y el fenol a partir de la hidrólisis de los compuestos pesados concentrados para el proceso de fabricación de BPA, para disponer eficientemente de la mezcla acuosa resultante y para separar eficientemente los compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar de la mezcla acuosa. La presente invención pretende proporcionar una solución de este tipo.

Sumario

55 En consecuencia, la invención reside en un aspecto, en un método de tratamiento de una corriente de residuos de la producción de bisfenol-A, comprendiendo el método:

- 60 (a) poner en contacto la corriente de residuos con una solución acuosa de una base en condiciones eficaces para hidrolizar al menos parte de dicha corriente de residuos en acetona y fenol y producir una corriente efluente;
- (b) recuperar la acetona de la corriente efluente para producir una corriente de fase mixta que contiene fenol que está sustancialmente libre de acetona y que contiene agua y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar;
- 65 (c) tratar la corriente de fase mixta que contiene fenol con un disolvente orgánico inmiscible con agua para extraer fenol y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar en dicho disolvente y producir una fase orgánica que contiene dicho disolvente, fenol y compuestos aromáticos pesados sin hidrolizar y una fase acuosa con concentraciones reducidas de fenol y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar; y

(d) recuperar al menos parte del fenol y el disolvente orgánico de la fase orgánica.

Convenientemente, la acetona se recupera de la corriente de efluente en (b) por destilación. Generalmente, al menos parte de la acetona recuperada en (b) se recicla a la producción de bisfenol-A.

5 Convenientemente, el disolvente orgánico inmisible en agua se selecciona entre cumeno, tolueno, una mezcla de estireno cumeno y alfa-metil estireno (AMS), éteres, cetonas y ésteres de acetato.

En una realización, al menos una porción de la fase acuosa producida en (c) se recicla a la etapa de contacto (a).

10 En otra realización, la corriente de fase mixta que contiene fenol procedente de (b) se combina con un ácido para reducir el pH de dicha corriente desde aproximadamente 2 hasta aproximadamente 8, tal como desde aproximadamente 5 hasta aproximadamente 7, antes de dicha etapa de tratamiento (c).

15 En una realización, la recuperación (d) se efectúa mediante una o más etapas de destilación. Convenientemente, al menos parte del fenol recuperado en (d) se recicla a la producción de bisfenol-A y al menos parte del disolvente recuperado en (d) se recicla al tratamiento de (c).

20 En una realización, la corriente de residuos se obtiene a partir de un proceso para la producción de bisfenol-A que comprende:

(i) condensar la acetona con un exceso molar de fenol en presencia de un catalizador en condiciones para producir una corriente de producto que comprende bisfenol-A y sus isómeros, fenol sin reaccionar, trisfenoles y otros compuestos aromáticos pesados; y

25 (ii) recuperar parte del bisfenol-A y del fenol sin reaccionar de dicha corriente de producto a la salida de dicha corriente de residuos que comprende fenol sin reaccionar, bisfenol-A y sus isómeros, trisfenoles, y otros compuestos aromáticos pesados.

Breve descripción de los dibujos

30 La Figura 1 es un diagrama de flujo de un método de acuerdo con un primer ejemplo de la invención para la recuperación de fenol y acetona a partir de una corriente de residuos de BPA.

La Figura 2 es un diagrama de flujo de un método de acuerdo con un segundo ejemplo de la invención para la recuperación de fenol y acetona a partir de una corriente de residuos de BPA.

35 La Figura 3 es un diagrama de flujo de un método de acuerdo con un tercer ejemplo de la invención para la recuperación de fenol y acetona a partir de una corriente de residuos de BPA.

Descripción detallada de las realizaciones

40 En la presente memoria se describe un proceso mejorado para la recuperación de fenol y acetona a partir de una corriente de residuos de la producción de bisfenol-A.

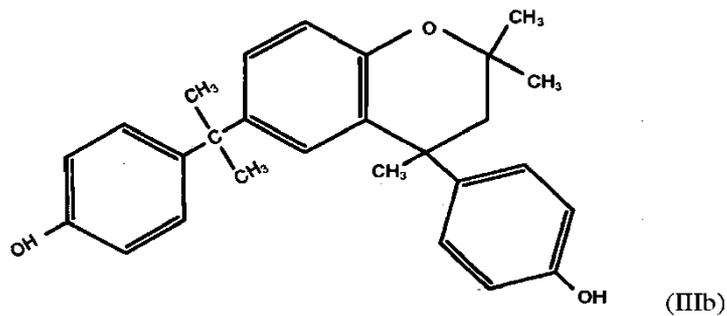
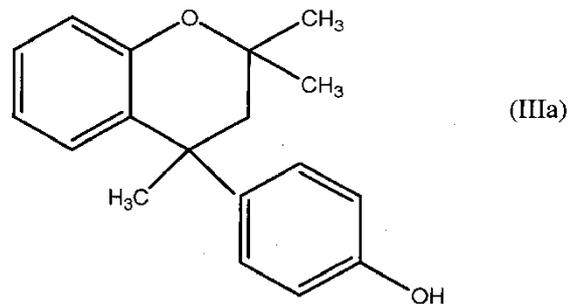
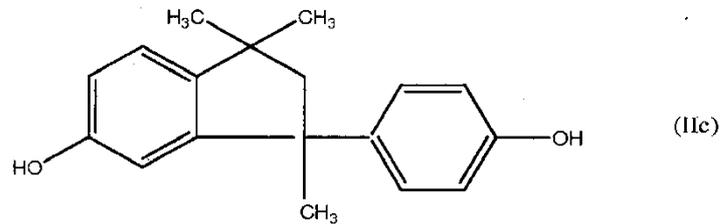
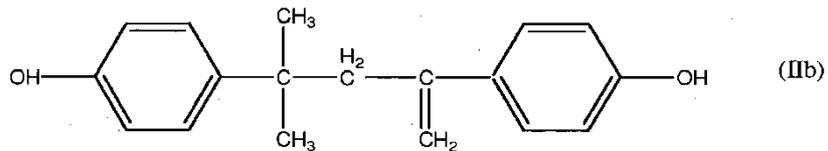
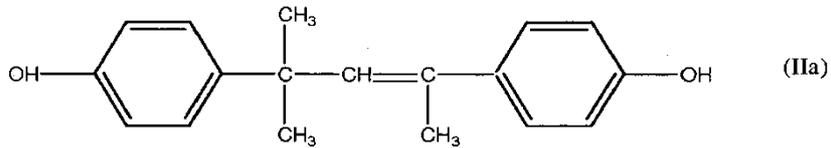
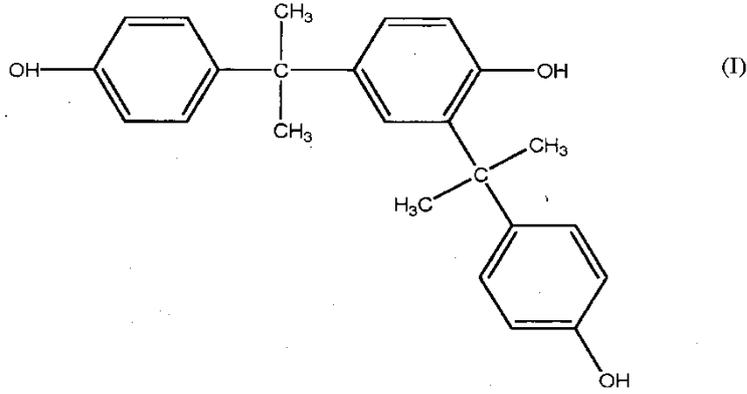
La fabricación de bisfenol-A (BPA) implica generalmente la reacción de la acetona con un exceso estequiométrico de fenol en presencia de un catalizador ácido. La relación molar fenol/acetona está normalmente en el intervalo de 3 a 30, típicamente de 5 a 20. La reacción se lleva a cabo típicamente a una temperatura de aproximadamente 50 a aproximadamente 100 °C a una presión de desde la presión atmosférica hasta aproximadamente 600 kPa.

50 Como catalizador, se utilizan habitualmente ácidos minerales fuertes o resinas de intercambio catiónico fuertemente ácidas tales como resinas de tipo ácido sulfónico, incluyendo aquellas parcialmente neutralizadas con un compuesto de amina que contiene azufre. Como el compuesto de amina que contiene azufre, se pueden usar promotores convencionales utilizados para la síntesis de bisfenol A tal como, por ejemplo, 2-(4-piridil)etanotiol, 2-mercaptoetilamina, 3-mercaptopropilamina, N,N-dimetil-3-mercaptopropilamina, N,N-di-n-butil-4-mercaptobutilamina y 2,2-dimetiltiazolidina. Dicho promotor se utiliza en una cantidad de por lo general 2 a 30 % en moles, tal como de 5 a 20 % en moles basado en el grupo ácido (grupo sulfónico) en el intercambiador de iones ácidos.

55 La reacción de condensación del fenol y la acetona se realiza típicamente en un sistema de flujo continuo de lecho fijo o un sistema por lotes en lecho suspendido. En el caso del sistema de flujo de lecho fijo, la velocidad espacial del líquido de la mezcla de las materias primas suministradas al reactor es generalmente de 0,2 a 50 h⁻¹. En el caso del sistema por lotes en lecho suspendido, la cantidad de la resina de intercambio iónico fuertemente ácida utilizada, aunque variable en función de la temperatura y la presión de reacción, es normalmente de 20 a 100 % en peso basado en la mezcla de las materias primas. El tiempo de reacción es normalmente de 0,5 a 5 horas.

65 Además del bisfenol-A deseado, el efluente de la reacción de condensación comprende agua de reacción generada, acetona sin reaccionar, fenol sin reaccionar y una variedad de subproductos no deseados, tales como isómeros de bisfenol-A (por ejemplo, 2-(4-hidroxifenil)-2-(2-hidroxifenil)propano o o,p-BPA), trisfenol (véase la fórmula I a continuación), dímeros de isopropenil fenol (IPP) (véanse las fórmulas IIa, IIb y IIc a continuación) e hidroxifenil

cromanos (véanse las fórmulas IIIa y IIIb a continuación), xantenos sustituidos y compuestos más condensados que tienen tres o más anillos de fenilo en la estructura molecular. En conjunto, los dímeros de IPP, los hidroxifenil cromanos los indanos, los xantenos y los compuestos más condensados se denominan como "compuestos pesados de BPA".



Estos subproductos, así como el agua, el fenol y la acetona, perjudican la idoneidad del BPA para la producción de polímeros y deben separarse del efluente de condensación. Para la producción de policarbonato, en particular, existen altas exigencias sobre la pureza de la materia prima BPA.

- 5 La purificación del BPA se lleva a cabo por una cascada multi-etapa de los procesos de purificación adecuados, tales como, por ejemplo, cristalización en suspensión, cristalización por fusión, destilación y/o desorción. Después de la separación del producto BPA, estos procesos dejan unas aguas madre que contienen BPA, agua, fenol sin reaccionar y posiblemente acetona sin reaccionar, y que también contienen los productos anteriormente mencionados. Típicamente, esta corriente de aguas madre se recicla a la reacción de condensación. Con el fin de
- 10 mantener la actividad catalítica del intercambiador de iones ácido, la totalidad o una porción del agua que se ha formado se elimina de antemano por destilación, junto con cualquier acetona que no ha reaccionado que todavía esté presente. Las aguas madre deshidratadas así obtenidas se complementan con fenol y acetona adicional y se alimenta de nuevo en la unidad de condensación.
- 15 Tal procedimiento de reciclado tiene el inconveniente de que los subproductos de la preparación de BPA se concentran en la corriente circulante y pueden afectar negativamente a la pureza del producto BPA final y puede conducir a la desactivación del sistema de catalizador. Con el fin de evitar la excesiva concentración de los subproductos en la corriente circulante, debe descargarse del sistema una porción de la mezcla de las agua madre. La descarga se efectúa típicamente mediante la eliminación de una porción de las aguas madre de la corriente
- 20 circulante, a menudo después de la destilación para eliminar el agua de la reacción, la acetona sin reaccionar y parte del fenol sin reaccionar. La composición de las aguas madre en este punto, y en consecuencia también la composición de la descarga, comprende típicamente del 60 al 90 % en peso de fenol, del 6 al 20 % en peso de BPA y del 3 al 15 % en peso de isómeros de BPA y subproductos más pesados. Dado que esta corriente de descarga contiene cantidades significativas de fenol y otros productos útiles, la descarga es una corriente de proceso valiosa que se somete a un procesamiento adicional.
- 25

El procesamiento adicional de la corriente de descarga inicialmente implica separar por destilación el fenol hasta un contenido residual de menos de 20 % en peso, tal como menos de 10 % en peso, especialmente menos de 5 % en peso, incluso menos de 1 % en peso, normalmente por destilación al vacío, dejando una corriente de residuos pesados que comprende <10 % en peso de fenol, aproximadamente de 45 a aproximadamente 55 % en peso de BPA y sus isómeros y aproximadamente de 45 a aproximadamente 55 % en peso de compuestos pesados de BPA.

30

Después de la eliminación del fenol, la corriente pesada de residuos se pone en contacto con agua y una fuente de iones hidroxilo en condiciones eficaces para hidrolizar al menos parte de la corriente de residuos a fenol y acetona. Las condiciones adecuadas para la hidrólisis de la corriente de residuos incluyen una temperatura de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 300 °C, tal como aproximadamente 180 °C a aproximadamente 260 °C, a una presión suficiente para mantener el agua sustancialmente en la fase líquida a dicha temperatura. Las presiones adecuadas son de aproximadamente 2,7 MPa a aproximadamente 4,2 MPa.

35

40 La fuente de iones hidroxilo utilizada para catalizar la reacción de hidrólisis puede ser una solución acuosa de amoníaco y/o un hidróxido de metal alcalino y/o un hidróxido de metal alcalinotérreo, siendo preferido el hidróxido de sodio. La cantidad de la fuente de iones hidroxilo añadida a la corriente de residuos se controla de manera que la relación molar entre los iones hidroxilo y los grupos hidroxifenilo en la corriente de residuos es desde aproximadamente 0,3:1 hasta aproximadamente 0,9:1, tal como desde aproximadamente 0,4:1 hasta

45 aproximadamente 0,7:1. Así, se observó que se pueden conseguir recuperaciones ventajosas de fenol y acetona dentro de estos intervalos, mientras que al aumentar la relación molar hidroxilo/hidroxifenilo por encima de estos intervalos, se logra poco o ningún aumento en la recuperación y aumenta el uso de sosa cáustica.

La cantidad de agua añadida a la corriente de residuos normalmente se ajusta de modo que la relación en peso entre el agua y la suma de los isómeros de BPA, trisfenoles y otros compuestos aromáticos pesados en la corriente de alimentación es mayor que o igual a 2:1, ya que se ha observado que relaciones agua/compuestos pesados inferiores a 2 disminuye la recuperación de fenol y acetona en la reacción de hidrólisis. Generalmente, la relación en peso entre el agua y la suma de los isómeros de BPA, trisfenoles y otros compuestos aromáticos pesados en la corriente de alimentación es desde aproximadamente 2:1 hasta aproximadamente 10:1.

50

La duración de la reacción de hidrólisis se determina generalmente por el grado de recuperación de fenol y acetona deseados. En particular, se observó que se podían conseguir tasas de recuperación ventajosas superiores al 70 %, incluso superiores al 80 %, con tiempos de reacción de menos de 4 horas, tales como aproximadamente 2 a aproximadamente 3 horas. Los tiempos de residencia por encima de estos valores generalmente conducen a un pequeño aumento en la recuperación de fenol y acetona. A este respecto, las recuperaciones de productos se definen como el número de moles de anillos fenólicos o restos de acetona en la alimentación menos el número de los moles de restos hidroxifenilo o acetona en el producto dividido por el número de los moles de restos hidroxifenilo o acetona en la alimentación. Para ambas recuperaciones, el número de moles de fenol y acetona en la alimentación se excluyen del cálculo.

60

65

El efluente de la reacción de hidrólisis se compone de una mezcla de acetona, fenol, agua y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar y se pasa inicialmente a una sección de recuperación de acetona. La recuperación de acetona se consigue convenientemente por fraccionamiento del efluente de la hidrólisis para separar una fracción de cabeza que contiene acetona y producir una corriente de fondo de fase mixta que contiene fenol, la cual está
5 sustancialmente libre de acetona y que contiene agua y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar. Típicamente, la corriente de fondo contiene menos de 1 % en peso, preferiblemente menos de 0,5 % en peso, más preferiblemente menos de 0,25 % en peso de acetona.

La corriente de fondo se alimenta a continuación a una unidad de extracción de disolvente donde se trata con un
10 disolvente orgánico inmiscible en agua. Los disolventes adecuados incluyen cumeno, tolueno, una mezcla de cumeno y alfa-metil estireno (AMS), éteres, tales como metil terc-butil éter (MTBE), etil terc-amil éter y diisopropil éter, cetonas, tales como metil etil cetona y metil isobutil cetona y ésteres de acetato, tales como acetato de propilo, acetato de butilo, acetato de amilo y acetato de hexilo.

Los extractos del disolvente fenol y los compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar de la corriente de fondo
15 producen una fase orgánica que contiene el disolvente, fenol y compuestos aromáticos pesados sin hidrolizar y una fase acuosa con concentraciones reducidas de fenol y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar. Las fases orgánicas y acuosas se retiran por separado de la unidad de extracción de disolvente y se someten a un tratamiento adicional, como se describirá en más detalle a continuación. En particular, la fase orgánica se pasa a una sección de
20 recuperación de disolvente, normalmente una columna de destilación, donde se elimina el disolvente y se recicla a la unidad de extracción de disolvente. Se puede emplear la destilación simultánea o posterior para separar fenol de los compuestos aromáticos pesados sin hidrolizar, al menos parte de los cuales se purgan a continuación.

La invención se describirá ahora más particularmente con referencia a los dibujos adjuntos, en los que números de
25 referencia designan componentes similares.

Haciendo referencia a la Figura 1, en un primer ejemplo de la invención, las aguas madre que quedan después de la
eliminación de BPA a partir del producto de la reacción de condensación del fenol y la acetona se alimentan por la
línea 11 a una columna de recuperación de fenol 12, en donde la mayor parte del fenol se elimina como corriente de
30 cabeza 13. Los fondos 14 de la columna 12 están compuestos principalmente de isómeros de BPA, trisfenol, dímeros de isopropenil trisfenol (IPP) y otros compuestos orgánicos pesados y se combina con una corriente cáustica acuosa 15 y se alimentan a través de la línea 16 a un reactor de hidrólisis 17.

Los compuestos orgánicos pesados en la corriente de fondo 14 se hidrolizan parcialmente de nuevo en acetona y
35 fenol en el reactor 17 de modo que el efluente del reactor es una mezcla compuesta principalmente de acetona, fenol, agua y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar. El efluente se hace pasar por la línea 18 hasta una columna de recuperación de acetona 19 donde el efluente se separa en una corriente de cabeza que contiene acetona 21 y una corriente de fondo de fase mixta que contiene fenol 22 que está sustancialmente libre de acetona y que contiene agua, fenol, fenato y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar. La corriente de fondo 22 se
40 neutraliza con ácido, tal como ácido sulfúrico, introducido a través de la línea 23 para convertir el fenato en fenol y la corriente neutralizada resultante se alimenta a una unidad de extracción de disolvente 24.

La corriente de fondo neutralizada fluye a través de la unidad de extracción de disolvente 24 a contracorriente con
un disolvente inmiscible, que se añade a la unidad 24 a través de la línea 25. Los extractos del disolvente inmiscible
45 fenol y los compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar de la corriente de fondo producen una fase orgánica que contiene el disolvente, fenol y compuestos aromáticos pesados sin hidrolizar y una fase acuosa con concentraciones sustancialmente reducidas de fenol y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar. La fase acuosa se retira de la unidad de extracción de disolvente 24 a través de la línea 26 y es suficientemente baja en fenol y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar para ser adecuada para el tratamiento secundario de aguas residuales. La fase orgánica se retira de la unidad 24 por la línea 27 y se alimenta a una columna de recuperación de disolvente 28. La fase orgánica se fracciona en la columna 28 para separar el disolvente que se extrae en cabeza y se recicla a través
50 de la línea 25 a la unidad de extracción de disolvente 24. Esto deja una fracción de fondo rica en fenol que se elimina de la columna de recuperación de disolvente 28 a través de la línea 29 y se recicla a la columna 12 para la recuperación del fenol. Parte de los fondos deben ser purgados para evitar la acumulación de compuestos orgánicos
55 pesados en la corriente de reciclado 29.

Un segundo y ejemplos similares se muestran en la Figura 2, en los que está prevista la recuperación de fenol, lo
que reduce la pérdida de fenol en la purga. Así, con referencia a la Figura 2, en el segundo ejemplo el fenol se
elimina de la columna de recuperación de disolvente 28 como una corriente lateral 31 de modo que los fondos que
60 salen de la columna 28 a través de la línea 29 están compuestos principalmente por compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar. El fenol recuperado de la corriente lateral 31 puede reciclarse a continuación al proceso de fabricación BPA. Al menos una porción de la corriente de fondo 29 se transfiere a un incinerador, caldera industrial u otro mecanismo de eliminación. Dependiendo de operación de la planta, puede que no sea necesario purgar toda la corriente de fondos. La parte restante de la corriente de fondos 29 se puede reciclar a la columna 12.

65

Un tercer ejemplo se muestra en la Figura 3, en la que se omite la línea de suministro 23 para el ácido para neutralizar la corriente de fondos 22 de modo que la fase acuosa eliminada de la unidad de extracción de disolvente 24 a través de la línea 26 es alcalina y se puede reciclar al reactor de hidrólisis 17 para reducir la cantidad de sosa cáustica fresca que se debe suministrarse al reactor 17 a través de la línea 15.

5

Los siguientes ejemplos no limitativos ilustran adicionalmente el presente proceso.

Ejemplo 1: Concentración de los residuos

10 Se recogió una corriente de residuos de una planta de fabricación de BPA que tiene la siguiente composición: 75 % en peso de fenol, 17 % en peso de bisfenol A y sus isómeros y 8 % en peso de trisfenol y compuestos pesados de BPA.

15 La corriente de residuos se destiló para recuperar fenol puro como un producto de cabeza y producir una corriente de fondos concentrada que contenía 50 % en peso de fenol, 34 % en peso de bisfenol A y sus isómeros y 16 % en peso de trisfenol y compuestos pesados de BPA.

20 Un reactor continuo se hizo funcionar a una temperatura de 250 °C y una presión de 500 psig (3550 kPa), en el que se mezclaron 45 gramos de la corriente de fondos concentrados con 150 gramos de hidróxido de sodio al 8 % en peso en solución acuosa. En el reactor, se recuperaron el 80 % del fenol y la acetona en el bisfenol A y sus isómeros, trisfenol y compuestos pesados de BPA.

Ejemplo 2: Neutralización y extracción

25 La acetona se recuperó a partir del efluente del reactor continuo usado en el Ejemplo 1 para dejar una corriente de fase mixta compuesta que contiene fenol, compuestos pesados sin hidrolizar y agua. Esta corriente de fase mixta se alimentó a una tasa de 50 gramos por hora a la parte superior de una columna de extracción junto con 4 gramos de ácido sulfúrico concentrado para convertir el fenato de sodio en fenol. En la parte inferior de la columna de extracción, se alimentaron 55 gramos de éter di-isopropílico. De la parte de cabeza del reactor se recuperaron
30 aproximadamente 70 gramos de una fase orgánica que contiene el agente de extracción éter, fenol y los compuestos pesados sin hidrolizar. A partir de la parte inferior de la columna de extracción se obtuvo una fase acuosa neutralizada de aproximadamente 35 gramos, que contenía un total de menos de 0,25 % en peso de fenol y compuestos pesados sin hidrolizar.

Ejemplo 3: Extracción y reciclaje del fenato

35 En otro experimento, se alimentaron 250 gramos de la corriente de fase mixta empleada en el Ejemplo 2 a la columna de extracción con 55 gramos de éter di-isopropílico. Para este experimento, no se añadió ácido sulfúrico para convertir el fenato de sodio en fenol. La corriente acuosa, que contenía fenato de sodio y compuestos pesados
40 sin hidrolizar y sales de sodio del mismo, se recogió para su reciclado al reactor de hidrólisis.

45 La corriente acuosa que contiene fenato se alimenta al reactor de hidrólisis a una velocidad de 150 gramos por hora junto con 45 gramos por hora de la corriente de los fondos concentrados descrita en el Ejemplo 1. El análisis del efluente del reactor mostró que se había recuperado poco más de 70 por ciento del fenol y la acetona del bisfenol A y sus isómeros, trisfenol y compuestos pesados de BPA en la corriente de fondos concentrados.

Ejemplo 4: Recuperación de fenol

50 La fase orgánica del Ejemplo 2 que contiene el agente de extracción, fenol y compuestos pesados sin hidrolizar se alimentó a una tasa de 245 gramos por hora a una columna de destilación que funciona a presión atmosférica y una temperatura en el fondo de aproximadamente 200 °C. De la parte de cabeza se recuperó el agente de extracción, éter di-isopropílico, a una temperatura superior de aproximadamente 70 °C a una velocidad de 160 gramos por hora. Se usó una extracción lateral para recuperar el agente de extracción libre de fenol a una tasa de 78 gramos por hora. Los 7 gramos restantes, que contenían aproximadamente 8 % en peso de fenol, se recuperaron como
55 compuestos pesados desde la parte inferior de la columna.

REIVINDICACIONES

1. Un método de tratamiento de una corriente de residuos obtenida a partir de un proceso para la producción de bisfenol-A, comprendiendo el método:
- 5 (a) poner en contacto la corriente de residuos con una solución acuosa de una base en condiciones eficaces para hidrolizar al menos parte de dicha corriente de residuos en acetona y fenol y producir una corriente efluente;
- 10 (b) recuperar la acetona de la corriente efluente para producir una corriente de fase mixta que contiene fenol que está sustancialmente libre de acetona y que contiene agua y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar;
- (c) tratar la corriente de fase mixta que contiene fenol con un disolvente orgánico inmiscible con agua para extraer fenol y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar en dicho disolvente y producir una fase orgánica que contiene dicho disolvente, fenol y compuestos aromáticos pesados sin hidrolizar y una fase acuosa con concentraciones reducidas de fenol y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar; y
- 15 (d) recuperar al menos parte del fenol y el disolvente orgánico de la fase orgánica.
2. El método de la reivindicación 1, en el que la acetona se recupera de la corriente de efluente en (b) por destilación.
3. El método de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que al menos parte de la acetona recuperada en (b) se recicla para la producción de bisfenol-A.
- 20 4. El método de cualquier reivindicación precedente, en el que el disolvente orgánico inmiscible con agua se selecciona entre cumeno, tolueno, una mezcla de cumeno y alfa-metil estireno (AMS), éteres, cetonas y ésteres de acetato.
- 25 5. El método de cualquier reivindicación precedente, en el que al menos una porción de la fase acuosa producida en (c) se recicla para la etapa de contacto (a).
- 30 6. El método de cualquier reivindicación precedente, en el que la corriente acuosa que contiene fenol a partir de (b) se combina con un ácido para reducir el pH de dicha corriente de a 2 a 8, preferiblemente de 5 a 7, antes de dicha etapa de tratamiento (c).
7. El método de cualquier reivindicación precedente, en el que la recuperación (d) se efectúa mediante una o más etapas de destilación.
- 35 8. El método de cualquier reivindicación precedente, en el que al menos parte del fenol recuperado en (d) se recicla para la producción de bisfenol-A.
9. El método de cualquier reivindicación precedente, en el que al menos parte del disolvente recuperado en (d) se recicla para el tratamiento (c).
- 40 10. El método de cualquier reivindicación precedente, en el que la corriente de residuos se obtiene a partir de un proceso para la producción de bisfenol-A que comprende:
- 45 (i) condensar la acetona con un exceso molar de fenol en presencia de un catalizador en condiciones para producir una corriente de producto que comprende bisfenol-A y sus isómeros, fenol sin reaccionar, trisfenoles y otros compuestos aromáticos pesados y
- (ii) recuperar parte del bisfenol-A y del fenol sin reaccionar de dicha corriente de producto para dejar dicha corriente de residuos que comprende fenol sin reaccionar, bisfenol-A y sus isómeros, trisfenoles y otros compuestos aromáticos pesados.
- 50 11. El método de la reivindicación 10 y que comprende además:
- (iii) cristalizar dicha corriente de producto para recuperar bisfenol-A y dejar unas aguas madre;
- 55 (iv) destilar al menos una porción de dichas aguas madre en una columna de recuperación de fenol para eliminar el fenol sin reaccionar de dichas aguas madre y dejar dicha corriente de residuos;
- (v) destilar dicha fase orgánica en una columna de recuperación de disolvente para eliminar dicho disolvente orgánico como una corriente de cabeza.
- 60 12. El método de la reivindicación 11, en el que una corriente de fondo que comprende fenol y compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar se elimina de dicha columna de recuperación de disolvente y al menos una porción de dicha corriente de fondo se recicla a la columna de recuperación de fenol para recuperar fenol de la misma.
- 65 13. El método de la reivindicación 12, en el que al menos parte de la corriente de fondo se destila adicionalmente para recuperar una corriente rica en compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar.

14. El método de la reivindicación 11, en el que el fenol se recupera como una corriente lateral de dicha columna de recuperación de disolvente, dejando una corriente de fondo rica en compuestos orgánicos pesados sin hidrolizar.

5 15. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14, en el que al menos parte de la corriente de fondo se purga.

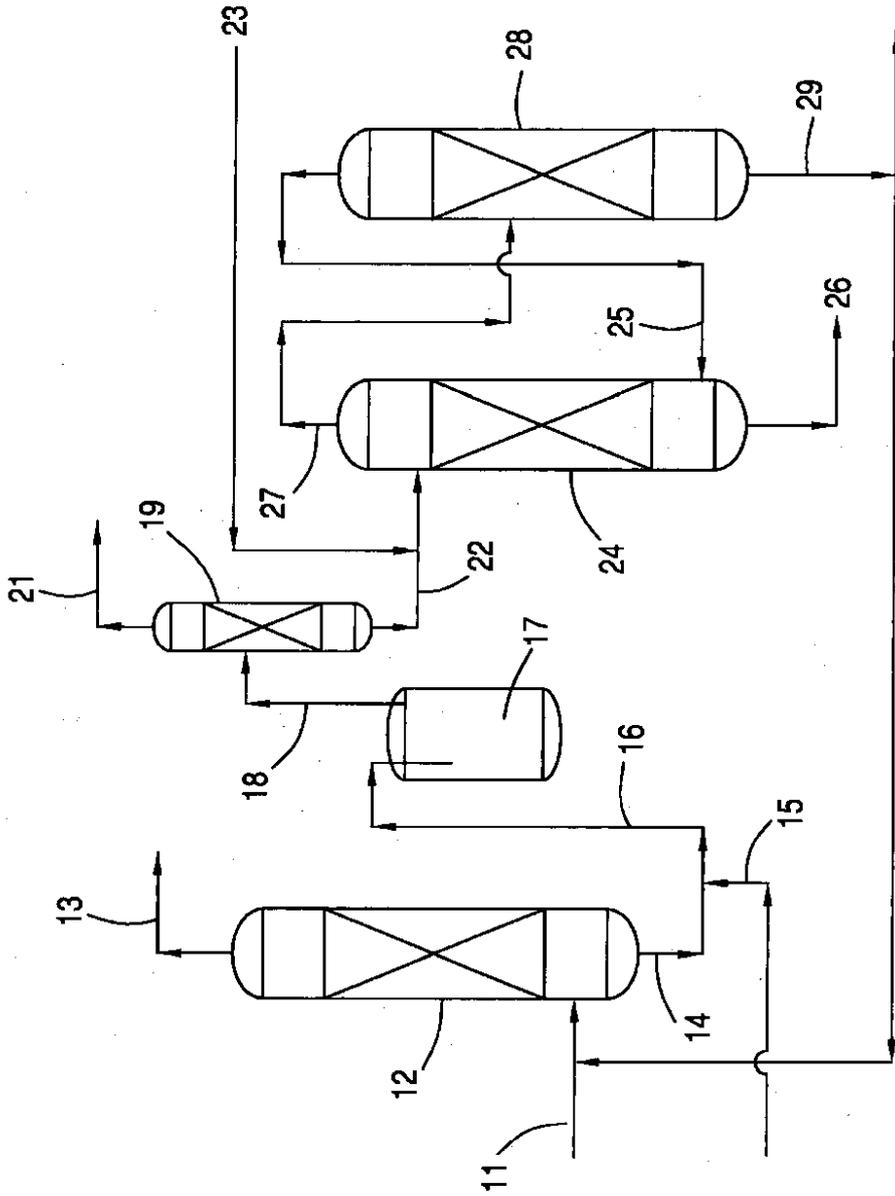


FIG. 1

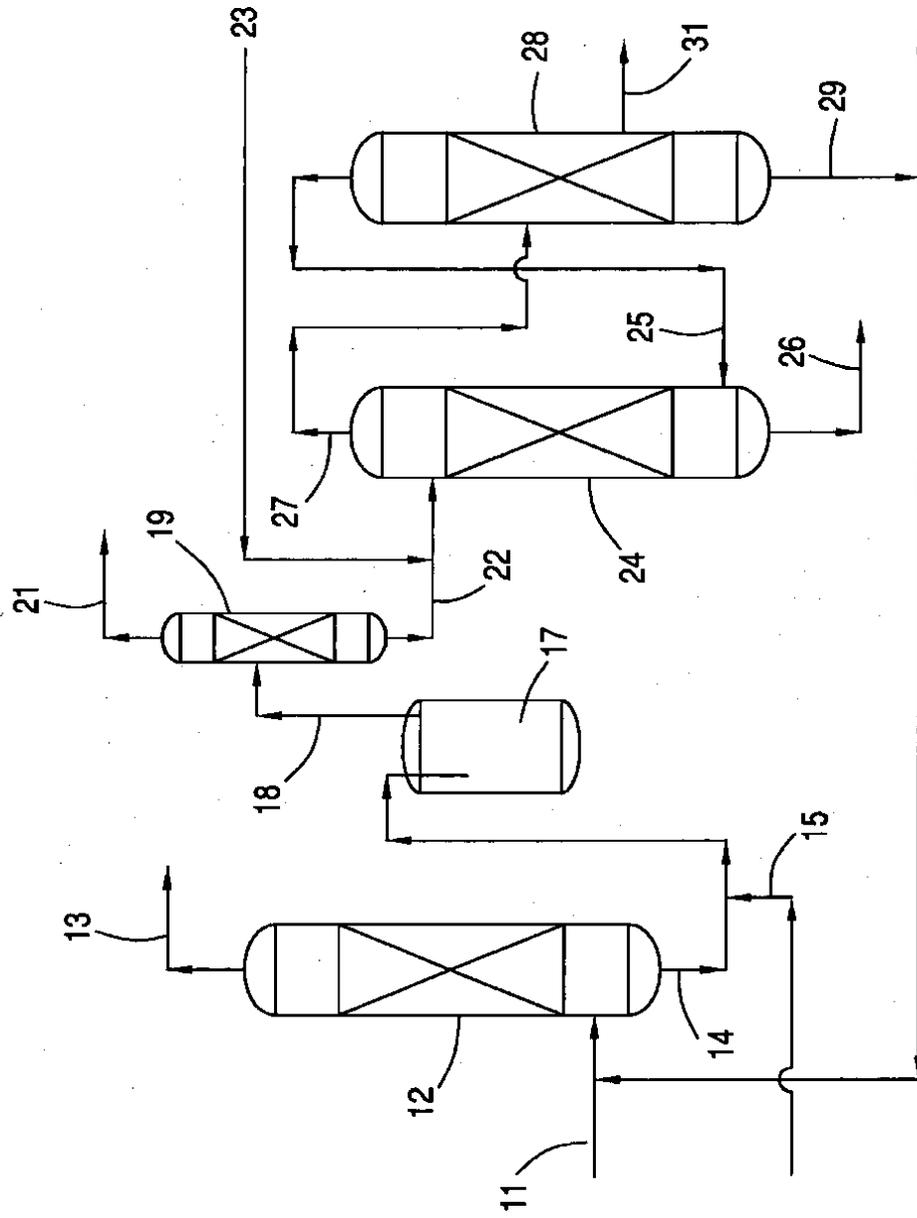


FIG. 2

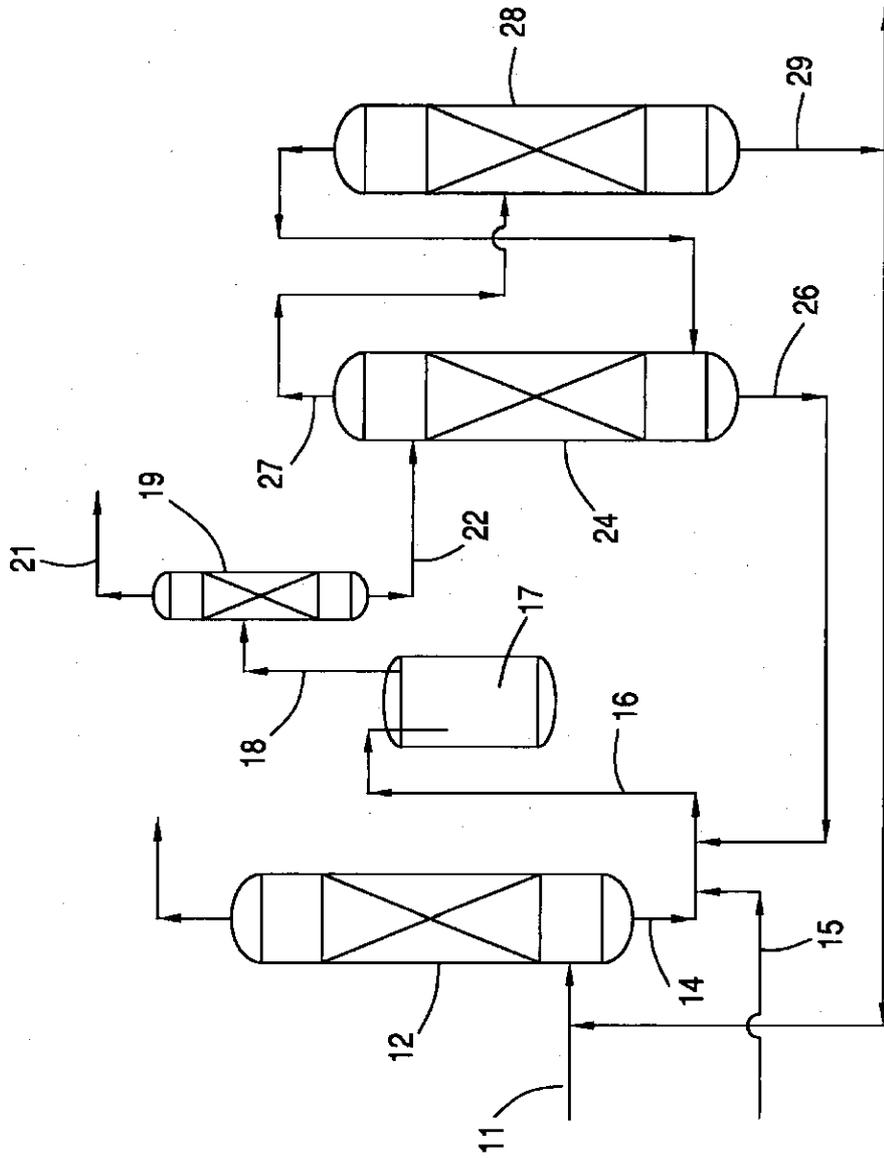


FIG. 3