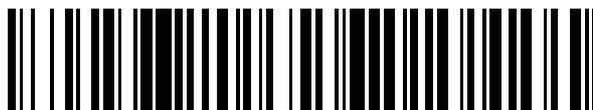


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 570 589**

51 Int. Cl.:

C07C 29/145 (2006.01) **C07C 15/085** (2006.01)

C07C 37/08 (2006.01) **C07C 409/10** (2006.01)

C07C 37/68 (2006.01)

C07C 2/66 (2006.01)

C07C 45/53 (2006.01)

C07C 2/86 (2006.01)

C07C 407/00 (2006.01)

C07C 31/10 (2006.01)

C07C 39/04 (2006.01)

C07C 49/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.06.2013 E 13733176 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.03.2016 EP 2850049**

54 Título: **Procedimiento de producción de fenol**

30 Prioridad:

13.07.2012 US 201261671283 P

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

19.05.2016

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

BIRKHOFF, RONALD

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 570 589 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 de producción de fenol

Campo

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir fenol.

5 Antecedentes

El fenol es un producto importante en la industria química con utilidad en, por ejemplo, la producción de resinas fenólicas, ϵ -caprolactamo, ácido adípico, plastificantes y particularmente Bisfenol A. La demanda de fenol para la fabricación de Bisfenol-A y posteriormente policarbonatos está acelerando, debido a las solicitudes en ampliación de los policarbonatos en las industrias electrónica, de salud y automovilística.

10 Actualmente, la ruta más común para la producción de fenol es el procedimiento de Hock a través de cumeno. Esto es normalmente un procedimiento de tres etapas que implica la alquilación de benceno con propileno para producir cumeno, seguido de la oxidación del cumeno al correspondiente hidroperóxido y después la escisión del hidroperóxido para producir cantidades equimolares de fenol y acetona.

15 El rápido crecimiento de la producción de cumeno, de fenol y de Bisfenol-A, sin embargo, ha provocado algunas preocupaciones relacionadas con el desequilibrio de la producción del subproducto acetona producido a partir de la planta de fenol. De esta manera, acetona y fenol se producen a una relación molar de aproximadamente 1:1 a partir de cumeno, pero se usan a aproximadamente una relación molar 1:2 en el procedimiento de producción corriente abajo de Bisfenol-A. La acetona en exceso que no se usa en la producción de Bisfenol-A ha provocado algunas preocupaciones desde los productores de fenol en que pueda crear un desequilibrio en la demanda de suministro e interrumpa la economía del negocio de la producción de fenol. Además, parece que el coste del propileno va a aumentar, debido a un acortamiento del desarrollo del propileno. De esta manera, un procedimiento que produzca cumeno, con menos o sin propileno como un suministro, puede ser una ruta alternativa atractiva para la producción de fenol.

25 Se han dirigido numerosos esfuerzos de investigación para resolver los problemas del desequilibrio de acetona y el suministro de propileno descritos anteriormente reciclando la acetona en exceso producida en la planta de fenol para producir cumeno. Por ejemplo, la Patente de EE.UU. N.º 5.015.786 enseña un procedimiento para preparar fenol, que comprende las etapas de: (a) alquilar benceno con isopropanol usando un catalizador de zeolita en condiciones de fase líquida para sintetizar cumeno, (b) oxidar el cumeno de la etapa (a) con oxígeno molecular hacia hidroperóxido de cumeno, (c) someter el hidroperóxido de cumeno a una escisión ácida para sintetizar fenol y acetona y (d) hidrogenar la acetona de la etapa (c) con gas hidrógeno en condiciones de fase líquida hacia isopropanol que se recicla en la etapa (a).

35 Un problema fabricando cumeno a partir del isopropanol producido a partir de la acetona en exceso de una planta de fenol es que la acetona tiende a contener cantidades significativas de impurezas de nitrógeno que se llevarán en el producto intermedio isopropanol. Tales impurezas actúan como venenos para el catalizador de zeolita empleado en la etapa de alquilación corriente abajo y de esta manera deben retirarse o reducirse a niveles muy bajos. Sin embargo, los intentos de retirar estas impurezas de los suministros de acetona y de isopropanol con absorbentes ácidos sólidos convencionales han demostrado ser solo marginalmente eficaces debido a la polaridad molecular de la acetona y del isopropanol, que compiten con la absorción de los compuestos de nitrógeno polares. Además, la alta solubilidad en agua de la acetona y del isopropanol elimina el uso de agua de lavado, que de otra manera se emplea comúnmente para retirar compuestos de nitrógeno de corrientes de hidrocarburos.

45 De acuerdo con la presente invención, se ha descubierto ahora que un contribuyente importante a las impurezas de nitrógeno en el intermedio acetona son las etapas de lavado cáustico que se usan convencionalmente para prevenir la aparición de ácidos orgánicos en la planta de fenol, por ejemplo durante las etapas de la oxidación de cumeno y de recuperación de fenol. En particular, se ha descubierto que los compuestos de nitrógeno empleados en la planta de fenol como inhibidores de la corrosión se transfieren a la fase de cumeno orgánico durante el lavado cáustico de diversas corrientes de reciclaje de cumeno. La transferencia de estos compuestos de nitrógeno en las corrientes de reciclaje de cumeno hacia la etapa de oxidación da como resultado la formación de impurezas de nitrógeno en el producto de acetona. Sin embargo, el cumeno, a diferencia de la acetona y el isopropanol, es susceptible a la purificación por tratamiento de ácido sólido convencional y al lavado con agua. De esta manera la presente invención busca evitar el problema de la purificación de las corrientes de acetona corriente abajo y de isopropanol, efectuando la retirada de nitrógeno a partir de las corrientes de reciclaje de cumeno corriente arriba en la planta de fenol.

Sumario

55 En un aspecto, la presente invención reside en un procedimiento para producir fenol, comprendiendo el procedimiento:

- (a) poner en contacto benceno con un agente alquilante C₃ que comprende isopropanol, y opcionalmente propileno, en condiciones de alquilación tales que al menos parte de dichos isopropanol y benceno reaccionen para producir cumeno;
- 5 (b) oxidar al menos parte del cumeno producido en (a) en presencia de un gas oxidante para producir un efluente de oxidación que comprende hiperóxido de cumeno y cumeno sin reaccionar y un gas oxidante gastado;
- (c) tratar al menos parte del cumeno sin reaccionar del efluente de oxidación para retirar impurezas de nitrógeno del mismo y producir una corriente de cumeno purificada;
- (d) reciclar la corriente de cumeno purificada a la oxidante (b);
- 10 (e) escindir al menos parte del hidroperóxido de cumeno del efluente de oxidación para producir un efluente de escisión que comprende fenol y acetona;
- (f) recuperar el fenol del efluente de escisión;
- (g) hidrogenar al menos parte de la acetona del efluente de escisión para producir isopropanol; y
- (h) reciclar al menos parte del isopropanol de (g) hacia la puesta de contacto (a).

15 Generalmente, dicho tratamiento (c) incluye pasar al menos parte del cumeno sin reaccionar a través de un adsorbente sólido, tal como un tamiz molecular o una arcilla ácida y/o lavar al menos parte del cumeno sin reaccionar con una solución acuosa ácida.

En una realización, el procedimiento comprende adicionalmente:

- 20 (i) vaporizar el cumeno en dicho efluente de oxidación para separar el cumeno sin reaccionar del efluente de oxidación y producir una corriente concentrada de hidroperóxido de cumeno;
- (j) suministrar la corriente concentrada de hidroperóxido de cumeno a la escisión (e); y
- (k) lavar el cumeno separado en (i) con una solución cáustica y suministrar el cumeno lavado al tratamiento (c).

En una realización adicional, el procedimiento comprende adicionalmente:

- 25 (l) recuperar el cumeno sin reaccionar de dicha corriente de gas gastado; y
- (m) lavar el cumeno recuperado en (l) con una solución cáustica y suministrar el cumeno lavado al tratamiento (c).

Generalmente, la recuperación (f) comprende fraccionar el efluente de escisión para producir una corriente que contiene acetona, una corriente que contiene fenol y una corriente adicional que contiene cumeno sin reaccionar. El cumeno sin reaccionar en dicha corriente adicional se lava después con una solución cáustica y se suministra al tratamiento (c).

30 De forma adecuada, la puesta de contacto (a) tiene lugar en presencia de hidrógeno y de un catalizador de alquilación de tamiz molecular. Las condiciones de alquilación comprenden típicamente una temperatura de 20 °C a 350 °C, una presión de 100 kPa a 20.000 kPa y una relación molar de benceno a agente alquilante C₃ suministrado a dicha zona de alquilación 0,1:1 a 100:1.

Descripción detallada

35 Se describe un procedimiento para producir fenol a partir de benceno. El procedimiento usa una versión modificada del procedimiento de Hock a través de cumeno, en el cual la necesidad de un suministro de propileno se obvia o se minimiza. El procedimiento implica cuatro etapas principales. En la primera etapa, el benceno se alquila por reacción con un agente alquilante C₃, que comprende isopropanol, sobre un catalizador de zeolita. El cumeno producido se oxida después al correspondiente hidroperóxido en la segunda etapa. La tercera etapa implica escindir el hidroperóxido de cumeno para producir cantidades equimolares de fenol y acetona, que se suministran después típicamente en una relación molar 1:2 a la producción de Bisfenol A. En la cuarta etapa, la acetona en exceso de la

40 tercera etapa se hidrogena para producir isopropanol, que se recicla después como parte o todo el agente alquilante C₃ usado en la primera etapa.

45 Se ha descubierto recientemente que uno de los problemas asociados al procedimiento anterior es que el suministro de acetona a la etapa de hidrogenación normalmente contiene impurezas nitrogenadas reactivas (hasta 10 ppm en peso). Estas impurezas se llevan hacia el isopropanol y, salvo que se retiren, dan como resultado un envenenamiento rápido y una desactivación del catalizador de zeolita empleado en la etapa de alquilación. Las impurezas se han trazado a inhibidores de la corrosión basados en aminas que se añaden para reducir la corrosión en los sistemas condensados de ácidos orgánicos generados como subproductos de las etapas de oxidación y de escisión del procedimiento. Estas aminas se transfieren hacia la fase orgánica durante el lavado cáustico de las corrientes de reciclaje de cumeno y dan como resultado la formación de impurezas de nitrógeno en el producto de acetona. Para minimizar este problema, el cumeno sin reaccionar en el presente procedimiento se trata para retirar las impurezas nitrogenadas antes de que se reciclen a la etapa de oxidación. De esta manera, los niveles reactivos de hidrógeno en el producto de isopropanol de la reacción de hidrogenación pueden reducirse.

50

Alquilación de benceno para producir cumeno

55 En la primera etapa del presente procedimiento, se alquila el benceno con un agente alquilante C₃ que comprende

isopropanol, opcionalmente junto con propileno añadido, en presencia de un catalizador de alquilación de zeolita en condiciones de tal manera que al menos parte de la mezcla de reacción se mantenga en la fase líquida durante el procedimiento. Las condiciones típicas incluyen una temperatura de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 350 °C, por ejemplo de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 300 °C, una presión de aproximadamente 100 kPa a aproximadamente 20.000 kPa, por ejemplo, de aproximadamente 500 kPa a aproximadamente 10.000 kPa y una relación molar de benceno al agente alquilante C₃ de aproximadamente 0,1:1 a aproximadamente 100:1, tal como de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 10:1. Generalmente, la alquilación se lleva a cabo en presencia de hidrógeno, bien añadido directamente al suministro de alquilación o bien presente en el efluente del reactor reciclado de la cuarta etapa de hidrogenación descrita a continuación. De esta manera, se ha descubierto que el hidrógeno ayuda retirando el agua coproducida con el cumeno en la etapa de alquilación del medio de reacción de la fase líquida, de esta manera reduciendo el contacto entre el catalizador y el agua y por lo tanto cualquier tendencia del agua a desactivar el catalizador. Para algunos catalizadores, la presencia de hidrógeno durante la etapa de alquilación también reduce la desactivación provocada por la formación de coque en el catalizador. El hidrógeno excesivo debe, sin embargo, evitarse ya que puede dar lugar a una pérdida indeseable de benceno hacia ciclohexano. Convenientemente, la relación molar de hidrógeno a isopropanol en dicha segunda zona de reacción es de aproximadamente 0:1 a aproximadamente 100:1, tal como aproximadamente 0:1 a aproximadamente 10:1.

El catalizador empleado en la etapa de alquilación puede comprender al menos un tamiz molecular de poro medio que tenga un Índice de Restricción de 2-12 (como se define en la Patente de EE.UU. N.º 4.016.218). Los tamices moleculares de poro medio adecuados incluyen ZSM-5, ZSM-11, ZSM-12, ZSM-22, ZSM-23, ZSM-35 y ZSM-48. ZSM-5 se describe con detalle en las Patentes de EE.UU. N.º 3.702.886 y Re. 29.948. ZSM-11 se describe con detalle en la Patente de EE.UU. N.º 3.709.979. ZSM-12 se describe en la Patente de EE.UU. N.º 3.832.449. ZSM-22 se describe en la Patente de EE.UU. N.º 4.556.477. ZSM-23 se describe en la Patente de EE.UU. N.º 4.076.842. ZSM-35 se describe en la Patente de EE.UU. N.º 4.016.245. ZSM-48 se describe más particularmente la Patente de EE.UU. N.º 4.234.231.

Alternativamente, el catalizador de alquilación puede comprender uno o más tamices moleculares de poro grande que tengan un Índice de Restricción menor de 2. Los tamices moleculares de poro grande adecuados incluyen zeolita beta, zeolita Y, Ultraestable Y (USY), Desaluminizada Y (Desal Y), mordenita, ZSM-3, ZSM-4, ZSM-18 y ZSM-20. La zeolita ZSM-14 se describe en la Patente de EE.UU. N.º 3.923.636. La zeolita ZSM-20 se describe en la Patente de EE.UU. N.º 3.972.983. La Zeolita Beta se describe en las Patentes de EE.UU. N.º 3.308.069 y Re. N.º 28.341. El tamiz molecular Ultraestable Y de bajo sodio (USY) se describe en las Patentes de EE.UU. N.º 3.293.192 y N.º 3.449.070. La Zeolita Desaluminizada Y (Desal Y) puede prepararse mediante el procedimiento encontrado en la Patente de EE.UU. N.º 3.442.795. La zeolita UHP-y se describe en la Patente de EE.UU. N.º 4.401.556. La mordenita es un material de origen natural pero también está disponible en formas sintéticas, tales como TEA-mordenita (es decir, mordenita sintética preparada a partir de una mezcla de reacción que comprende un agente director de tetraetilamonio). La TEA-mordenita se desvela en las Patentes de EE.UU. N.º 3.766.093 y N.º 3.894.104.

Preferentemente, sin embargo, el catalizador de alquilación comprende al menos un tamiz molecular de la familia MCM-22. Como se usa en el presente documento, la frase "tamiz molecular de la familia MCM-22" (o "material de la familia MCM-22" o "material familiar MCM-22" o "zeolito de la familia MCM-22") incluye uno más de:

- tamices moleculares fabricados a partir de una celda unitaria de bloque de construcción cristalina común en primer grado, cuya celda unitaria tiene la topología en marco MWW. (Una celda unitaria es una disposición espacial de átomos que si se llena en el espacio tridimensional describe la estructura cristalina. Tales estructuras cristalinas se analizan en el "Atlas of Zeolite Framework Types", Quinta edición, 2001, el contenido completo del cual se incorpora como referencia);
- tamices moleculares fabricados a partir de un bloque de construcción común en segundo grado, siendo un mosaico bidimensional de tales celdas unitarias de topología en marco MWW, formando una monocapa de grosor de una celda unitaria, preferentemente un grosor de una celda c-unitaria;
- tamices moleculares fabricados a partir de bloques de construcción comunes de segundo grado, siendo capas de grosor de una o más celdas unitarias, en los que la capa de grosor de más de una celda unitaria se fabrica a partir de apilar, empaquetar o unir al menos dos monocapas de grosor de una celda unitaria. El apilamiento de tales bloques de construcción en segundo grado puede ser de forma regular, de forma irregular, de forma aleatoria o de cualquier combinación de los mismos; y
- tamices moleculares fabricados por cualquier combinación regular o aleatoria bidimensional o tridimensional de celdas unitarias que tienen la topología de marco MWW.

Los tamices moleculares de la familia MCM-22 incluyen aquellos tamices moleculares que tienen un patrón de difracción en polvo de rayos X que incluye máximos de espaciado d en 12,4±0,25, 6,9±0,15, 3,57±0,07 y 3,42±0,07 Angstrom. Los datos de difracción en polvo de rayos X usados para caracterizar el material se obtienen mediante técnicas convencionales usando el doblete K-alfa de cobre como radiación incidente y un difractómetro equipado con un contador de centelleo y un ordenador asociado como el sistema colector.

Los tamices moleculares de la familia MCM-22 incluyen MCM-22 (descrito en la Patente de EE.UU. N.º 4.954.325), PSH-3 (descrito en la Patente de EE.UU. N.º 4.439.409), SSZ-25 (descrito en la Patente de EE.UU. N.º 4.826.667), ERB-1 (descrito en la Patente europea N.º 0293032), ITQ-1 (descrito en la Patente de EE.UU. N.º 6.077.498), ITQ-2

(descrito en la Publicación de Patente N.º WO97/17290), MCM-36 (descrito en la Patente de EE.UU. N.º 5.250.277), MCM-49 (descrito en la Patente de EE.UU. N.º 5.236.575), MCM-56 (descrito en la Patente de EE.UU. N.º 5.362.697) y mezclas de los mismos. La zeolita UZM-8 también es adecuada para usar como el presente catalizador de alquilación.

5 Los tamices moleculares anteriores también pueden usarse como el catalizador de alquilación sin ningún aglutinante o matriz, es decir, en la denominada forma auto-unida. Alternativamente, el tamiz molecular puede componerse con otro material que sea resistente a las temperaturas y a otras condiciones empleadas en la reacción de alquilación. Tales materiales incluyen materiales activos e inactivos y zeolitas sintéticas o de origen natural así como materiales inorgánicos tales como arcillas y/u óxidos tales como alúmina, sílice, sílice-alúmina, circonia, titania, magnesia o mezclas de estos y otros óxidos. Los últimos pueden ser bien de origen natural o bien estar en forma de precipitados gelatinosos o geles incluyendo mezclas de sílice y óxidos metálicos. Las arcillas también pueden incluirse con los aglutinantes tipo óxido para modificar las propiedades mecánicas del catalizador o para asistir en su fabricación. El uso de un material en conjunto con el tamiz molecular, es decir, combinado con el mismo o presente durante su síntesis, que por sí mismo es catalíticamente activo puede cambiar la conversión y/o la selectividad del catalizador. 10 Los materiales inactivos sirven adecuadamente como diluyentes para controlar la cantidad de conversión de tal manera que los productos puedan obtenerse económica y ordenadamente sin emplear otros medios para controlar la velocidad de la reacción. Estos materiales pueden incorporarse en arcillas de origen natural, por ejemplo, bentonita y caolín, para mejorar la resistencia a la rotura del catalizador en condiciones funcionales comerciales y la función como aglutinantes o matrices para el catalizador. Las proporciones relativas del tamiz molecular y de la matriz de óxido inorgánico pueden variar ampliamente, con el contenido de tamiz variando de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 90 por ciento en peso y más usualmente, en particular, cuando el compuesto se prepara en forma de perlas, en el intervalo de aproximadamente un 2 a aproximadamente un 80 por ciento en peso del compuesto. 15

La etapa de alquilación puede llevarse a cabo lote a lote o de forma continua. Además, la reacción puede llevarse a cabo en un reactor de lecho fijo o en movimiento. La función en lecho fijo, sin embargo, se prefiere típicamente con la zona de reacción de alquilación comprendiendo uno o una pluralidad de lechos de catalizadores de alquilación conectados en serie. 20

La etapa de alquilación se opera generalmente de tal manera que se logre la conversión sustancialmente completa del agente alquilante C₃ (isopropanol más cualquier propileno añadido) y por lo tanto el efluente del reactor de alquilación se compone principalmente de cumeno, agua coproducida, benceno sin reaccionar y otros productos de reacción. El hidrógeno también estará presente en el efluente si está presente en el suministro. Parte del efluente se recicla típicamente en la zona de alquilación para controlar la temperatura de reacción. Es, sin embargo, importante evitar la aparición de agua en el reactor de alquilación y por lo tanto el efluente de alquilación se desagua antes de que el efluente se recicle. Si el hidrógeno está presente en el efluente, este se logra típicamente pasando el efluente a un separador de vapor/líquido para dividir el efluente en una corriente de vapor rica en hidrógeno y una corriente de líquido empobrecida en hidrógeno. La corriente de vapor rica en hidrógeno puede reciclarse después en el reactor de alquilación, generalmente después de comprimirse y enfriarse para separar cualquier agua y compuestos aromáticos arrastrados. La corriente de líquido empobrecida en hidrógeno se separa en una corriente acuosa rica en agua y una corriente aromática empobrecida en agua que comprende cumeno, benceno sin reaccionar y otros productos de reacción. Si el hidrógeno no está presente en el efluente, la corriente efluente puede enfriarse, separarse en una corriente acuosa rica en agua y una corriente aromática empobrecida en agua que comprende cumeno, benceno sin reaccionar y otros productos de reacción. 25 30 35 40

Después de retirar el agua y, si es necesario, el hidrógeno, el efluente de reacción de alquilación se pasa a una columna de destilación, donde el cumeno se recupera y el benceno sin reaccionar se retira para reciclar de vuelta a la zona de reacción de alquilación. 45

Oxidación del cumeno

El cumeno recuperado del efluente de alquilación se convierte en hidroperóxido de cumeno mediante un procedimiento de oxidación en fase líquida que se lleva a cabo preferentemente en una pluralidad de reactores conectados en serie. El procedimiento de oxidación se lleva a cabo en presencia de un gas que contiene oxígeno, generalmente aire, a una temperatura de 50 a 120 °C y una presión de 0 a 1 MPaG (presión manométrica). El tiempo de residencia total en los reactores de oxidación es normalmente de 3 a 20 horas. 50

La reacción de oxidación puede llevarse a cabo con o sin un catalizador. Donde se emplea un catalizador, los catalizadores adecuados incluyen materiales básicos, tales como compuestos carbonato e hidróxido de metales alcalinos, tales como litio, sodio y potasio, y metales alcalinotérreos tales como calcio y magnesio. Estos compuestos pueden usarse en forma sólida o en solución acuosa. La cantidad de catalizador (base metálica) es normalmente no más de 10 g equivalentes, preferentemente de 0,1 a 6 g equivalentes por 1 tonelada de cumeno. 55

El producto de la reacción de oxidación comprende una fase gas compuesta de aire gastado que contiene cumeno arrastrado y una fase líquida que generalmente comprende de un 20 a un 50 % en peso de hidroperóxido de cumeno y de un 50 a un 80 % en peso de cumeno sin reaccionar, junto con diversos sub-productos compuestos

principalmente por carbinol de dimetil fenilo (DMPC).

5 El producto de la fase gaseosa de la etapa de oxidación se enfría y después se hace pasar a través de una serie de lechos adsorbentes, comprendiendo normalmente carbón, donde el cumeno arrastrado se retira antes de que el aire gastado se ventile a la atmósfera o se incinere. El cumeno recogido por los adsorbentes de carbón se recupera por desorción con vapor de baja presión seguido de la condensación de la corriente y la decantación de las fases orgánica y acuosa. La fase orgánica se suministra después a un sistema de reciclaje de cumeno descrito con más detalle a continuación.

10 El producto de la fase líquida a partir de la etapa de oxidación se calienta en una o más fases, típicamente al vacío, para retirar la mayoría del cumeno sin reaccionar y para concentrar el hidroperóxido de cumeno en el producto hasta un 75 a un 85 % en peso antes de que el producto se suministre a la etapa de escisión. El vapor de cumeno retirado del producto de la fase líquida se enfría y se combina con otras corrientes de reciclaje de cumeno producidas en el procedimiento, tales como el cumeno recuperado del aire gastado, antes de enviarse al sistema de reciclaje de cumeno.

Escisión de hidroperóxido de cumeno

15 El hidroperóxido de cumeno concentrado de la etapa de oxidación se descompone o se escinde en presencia de un catalizador ácido, normalmente ácido sulfúrico, principalmente en fenol o acetona, mientras que la mayoría del subproducto DMPC se convierte en α -metilestireno (AMS). La reacción de escisión se lleva a cabo típicamente a una temperatura de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 60 °C y a una presión de aproximadamente 0 kPa a aproximadamente 500 kPa.

20 El catalizador ácido añadido al reactor de escisión puede neutralizarse para prevenir la pérdida de rendimiento debido a reacciones secundarias o para proteger contra la corrosión en la sección de fraccionamiento corriente abajo. Esto se logra típicamente inyectando un cáustico en el efluente del reactor de escisión antes de que el efluente pase a la sección de fraccionamiento.

25 Después de la neutralización, el efluente de escisión se pasa inicialmente a una sección de recuperación de acetona que comprende al menos una columna de recuperación de acetona bruta y una columna de recuperación de acetona terminada. En la columna de recuperación de acetona bruta, el efluente se separa en una corriente de cola de fenol bruto, que se suministra a una sección de recuperación de fenol, y una corriente de cabeza de acetona bruta. La corriente de cabeza se suministra después a la columna de recuperación de acetona terminada, donde se retiran el cumeno sin reaccionar y el agua como una corriente de cola y el producto acetona se recupera como una corriente de cabeza. Después de la retirada del agua, el cumeno sin reaccionar se envía al sistema de reciclado de cumeno.

30 La corriente de fenol bruto retirada en la sección de recuperación de acetona se suministra a una sección de recuperación de fenol que de nuevo comprende una sección de destilación de múltiples columnas, donde una corriente mezclada de cumeno/AMS se retira antes de que el fenol crudo se someta a diversos tratamientos químicos y a fraccionamiento antes de que se recupere un producto de fenol terminado.

35 La corriente mezclada de cumeno/AMS retirada en la sección de recuperación de fenol se somete inicialmente a un lavado cáustico para retirar cualquier ácido residual y se pasa después a un reactor de hidrogenación donde el AMS se somete a hidrogenación suave en presencia de un catalizador de platino para producir cumeno con alta selectividad. El producto resultante enriquecido en platino se envía después al sistema de reciclaje de cumeno.

40 Generalmente, el fenol y la acetona recuperados del efluente de reacción de escisión se usan en una relación molar de 2:1 para producir Bisfenol A, de esta manera resultando en un excedente neto de acetona.

Hidrogenación de acetona

45 En el presente procedimiento, la acetona en exceso de la fase de escisión se hidrogena para producir isopropanol para reciclar hacia la fase de alquilación. La hidrogenación de acetona se efectúa haciendo contactar la acetona en exceso con hidrógeno en presencia de un catalizador que contiene metal. Generalmente, el catalizador es níquel Raney, pero otros catalizadores útiles incluyen níquel, cobre-cromo, níquel Raney-cobre, cobre-zinc y metales del grupo del platino, por ejemplo, platino, paladio, rutenio, rodio y metales similares en carbón activo, aluminio y otros vehículos. El intervalo de temperatura puede variar de 20 °C a aproximadamente 350 °C, pero más generalmente está entre aproximadamente 40 °C y 250 °C, tal como entre aproximadamente 60 °C y 200 °C. La hidrogenación puede llevarse a cabo por reacción en fase líquida, gaseosa o bien gaseosa-líquida mezcladas. La presión puede variar de 100 kPa a 20.000 kPa, tal como de aproximadamente 500 kPa a aproximadamente 10.000 kPa. El hidrógeno está generalmente presente en una relación molar con respecto al reactivo acetona o de 0,1:1 a 100:1, tal como de 1:1 a 10:1.

55 La hidrogenación puede llevarse a cabo en presencia o ausencia de un medio de reacción. Los ejemplos de medios adecuados incluyen alcoholes tales como metanol, etanol, propanoles y butanoles. También son útiles los glicoles tales como etilenglicol, propilenglicol, dietilenglicol y trietilenglicol; y éteres tales como éter de diisopropilo, éter de

dibutilo, éter de dimetilo de etilenglicol, diglima (éter de dimetilo de dietilenglicol) y triglima. También pueden usarse disolventes polares apróticos, por ejemplo, dimetilformamida, dimetilacetamida, acetonitrilo y dimetilsulfóxido. También son útiles los hidrocarburos saturados tales como hexano, heptano, ciclopentano y ciclohexano. También puede usarse agua como un disolvente en la reacción de hidrogenación.

- 5 La etapa de hidrogenación puede llevarse a cabo lote a lote o en una base continua. Dependiendo de la forma de un catalizador particular usado, la reacción puede llevarse a cabo en un lecho fluidizado usando catalizador en polvo o en un lecho fijo usando catalizador granular. El lecho de operación fijo se prefiere en vista de la facilidad de separación del catalizador de la mezcla de reacción y la simplicidad del sistema de reacción.

- 10 La reacción de hidrogenación es exotérmica y, para evitar la elevación de temperatura excesiva, parte del efluente de reacción, compuesto principalmente por isopropanol, puede enfriarse y reciclarse en una entrada del reactor de hidrogenación. En una realización, la relación en peso de reciclaje líquido a suministro de acetona está entre aproximadamente 1:1 y aproximadamente 100:1.

- 15 Además, parte del hidrógeno sin reaccionar en el efluente de reacción de hidrogenación puede reciclarse a la entrada del reactor de hidrogenación de tal manera que se reduzca el nivel de hidrógeno en el suministro que contiene isopropanol hacia la etapa de alquilación

Tratamiento de las corrientes de reciclaje de cumeno

- Se verá a partir del anterior análisis, que el presente procedimiento genera una serie de corrientes de reciclaje de cumeno. Para asegurar la economía del procedimiento, estas corrientes de reciclaje se devuelven a la fase de oxidación de cumeno. Sin embargo, las corrientes de reciclaje de cumeno contienen impurezas ácidas generadas y/o añadidas durante las etapas de oxidación y de escisión y sus fases de separación y purificación accesorias. Estas impurezas ácidas inhiben la reacción de oxidación del cumeno, y por lo tanto las corrientes de reciclaje de cumeno se tratan con una solución cáustica acuosa, tal como una solución de hidróxido sódico, antes de devolverse a la fase de oxidación de cumeno. La solución de lavado cáustico se produce diluyendo un cáustico concentrado con agua desmineralizada y vapor condensado del procedimiento. Sin embargo, estas corrientes de agua de procedimiento tienden a contener niveles relativamente altos (hasta 10 ppm en peso) de compuestos de nitrógeno disueltos, particularmente aminas añadidas para resistir la corrosión en el equipo de destilación corriente arriba. Estos compuestos de nitrógeno se transfieren fácilmente a la fase orgánica al pH alto (normalmente de aproximadamente 8 a aproximadamente 14) usado en la etapa de lavado cáustico. Una vez transferidas, estas impurezas tienden a permanecer en la fase orgánica y pasan desde el cumeno hacia la acetona y después al isopropanol empleados en la fase de alquilación. De esta manera, en el sistema de reciclaje de cumeno del presente procedimiento, la etapa de lavado cáustico se sigue por un tratamiento del cumeno reciclado para retirar las impurezas nitrogenadas del mismo. El tratamiento se lleva a cabo generalmente pasando al menos parte del cumeno de reciclaje a través de un adsorbente sólido, tal como un tamiz molecular o una arcilla ácida. De esta manera el contenido de nitrógeno en el suministro de isopropanol de la etapa de hidrogenación a la reacción de la etapa de alquilación puede reducirse a menos de 0,03 ppm en peso.
- 20
- 25
- 30
- 35

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producción de fenol, comprendiendo el procedimiento:
 - (a) poner en contacto benceno con un agente alquilante C_3 que comprende isopropanol, y opcionalmente propileno, en condiciones de alquilación tales que al menos parte de dichos isopropanol y benceno reaccionen para producir cumeno;
 - (b) oxidar al menos parte del cumeno producido en (a) en presencia de un gas oxidante para producir un efluente de oxidación que comprende hiperóxido de cumeno y cumeno sin reaccionar y un gas oxidante gastado;
 - (c) tratar al menos parte del cumeno sin reaccionar del efluente de oxidación para retirar impurezas de nitrógeno del mismo y producir una corriente de cumeno purificada;
 - (d) reciclar la corriente de cumeno purificada a la oxidante (b);
 - (e) escindir al menos parte del hidroperóxido de cumeno del efluente de oxidación para producir un efluente de escisión que comprende fenol y acetona;
 - (f) recuperar el fenol del efluente de escisión;
 - (g) hidrogenar al menos parte de la acetona del efluente de escisión para producir isopropanol; y
 - (h) reciclar al menos parte del isopropanol de (g) hacia la puesta de contacto (a).
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicho tratamiento (c) incluye pasar al menos parte del cumeno sin reaccionar a través de un adsorbente sólido.
3. El procedimiento de la reivindicación 2, en el que dicho adsorbente sólido comprende un tamiz molecular o una arcilla ácida.
4. El procedimiento de cualquier reivindicación anterior, en el que al menos parte del cumeno sin reaccionar de (b) se lava con una solución acuosa ácida antes de dicho tratamiento (c).
5. El procedimiento de cualquier reivindicación anterior y comprendiendo adicionalmente:
 - (i) vaporizar el cumeno en dicho efluente de oxidación para separar el cumeno sin reaccionar del efluente de oxidación y producir una corriente concentrada de hidroperóxido de cumeno;
 - (j) suministrar la corriente concentrada de hidroperóxido de cumeno a la escisión (e); y
 - (k) lavar el cumeno separado en (i) con una solución cáustica y suministrar el cumeno lavado al tratamiento (c).
6. El procedimiento de cualquier reivindicación anterior y comprendiendo adicionalmente:
 - (1) recuperar el cumeno sin reaccionar de dicha corriente de gas gastado; y
 - (m) lavar el cumeno recuperado en (1) con una solución cáustica y suministrar el cumeno lavado al tratamiento (c).
7. El procedimiento de cualquier reivindicación anterior, en el que dicha recuperación (f) comprende fraccionar dicho efluente de escisión para producir una corriente que contienen acetona, una corriente que contiene fenol y una corriente adicional que contiene cumeno sin reaccionar.
8. El procedimiento de la reivindicación 7, en el que el cumeno sin reaccionar en dicha corriente adicional se lava con una solución cáustica y después se suministra al tratamiento (c).
9. El procedimiento de cualquier reivindicación anterior, en el que dicha puesta de contacto (a) tiene lugar en presencia de un catalizador de alquilación de tamiz molecular.
10. El procedimiento de la reivindicación 9, en el que dicho catalizador de alquilación comprende al menos un catalizador de zeolita seleccionado del grupo que comprende ZSM-3, ZSM-4, ZSM-5, ZSM-11, ZSM-12, ZSM-14, ZSM-18, ZSM-20, ZSM-22, ZSM-23, ZSM-35, ZSM-48, zeolita beta, zeolita Y, Ultraestable Y (USY), Desaluminizada Y (Desal Y), mordenita, MCM-22, PSH-3, SSZ-25, ERB-1, ITQ-1, ITQ-2, MCM-36, MCM-49, MCM-56 y UZM-8.
11. El procedimiento de la reivindicación 9, en el que dicho catalizador de alquilación comprende al menos un catalizador de zeolita seleccionado del grupo que comprende MCM-22, PSH-3, SSZ-25, ERB-1, ITQ-1, ITQ-2, MCM-36, MCM-49, MCM-56, UZM-8 y mezclas de los mismos.
12. El procedimiento de cualquier reivindicación anterior, en el que dichas condiciones de alquilación comprenden una temperatura de 20 °C a 350 °C, una presión de 100 kPa a 20.000 kPa y una relación molar de benceno a agente alquilante C_3 suministrado a dicha zona de alquilación 0,1:1 a 100:1.
13. El procedimiento de la reivindicación 12, en el que la relación molar de benceno a agente alquilante C_3 suministrado a dicha zona de alquilación varía entre 0,3:1 y 10:1, preferentemente entre 0,5:1 y 5:1, más preferentemente entre 1:1 y 3:1.
14. El procedimiento de la reivindicación 12, en el que la temperatura varía entre 100 y 300 °C, preferentemente entre 150 y 280 °C.

15. El procedimiento de cualquier reivindicación anterior, en el que dicho agente alquilante C_3 comprende una mezcla de isopropanol y propileno a una relación molar de isopropanol a propileno de 0,01:1 a 100:1.