

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 594 554**

51 Int. Cl.:

C07C 37/74 (2006.01)

C07B 61/00 (2006.01)

C07C 37/86 (2006.01)

C07C 39/04 (2006.01)

C07B 63/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.04.2013 PCT/JP2013/060899**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.10.2013 WO13154147**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.04.2013 E 13774956 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.08.2016 EP 2837616**

54 Título: **Método para purificar fenol**

30 Prioridad:

13.04.2012 JP 2012091712

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

21.12.2016

73 Titular/es:

**MITSUI CHEMICALS, INC. (100.0%)
5-2, Higashi-Shimbashi 1-chome Minato-ku
Tokyo 105-7117, JP**

72 Inventor/es:

**SHIRAHATA, TATSUO;
HATAKEYAMA, MASAHIRO y
YASUDA, KOZO**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 594 554 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

Método para purificar fenol

5 Campo técnico

La presente invención se relaciona con un procedimiento de purificación de fenol, y en particular con un procedimiento para purificar un fenol resultante de un método de cumeno.

10 Técnica anterior

Se produce fenol por una etapa de oxidación de alquilbenceno a hidroperóxido de alquilarilo, una etapa de concentración del producto de la reacción de oxidación de alquilbenceno, una etapa de sometimiento de la solución concentrada a escisión para obtener fenol y una cetona con un catalizador ácido, una etapa de neutralización del producto de la escisión con ácido y una etapa de separación del producto de la escisión con ácido por destilación.

Como procedimiento para producir fenol, por ejemplo, es bien conocido un procedimiento para la descomposición ácida de hidroperóxido de cumeno obtenido por oxidación de cumeno. El producto de la descomposición ácida en este procedimiento contiene, además de fenol y acetona como componentes principales, diversos subproductos, tales como α -metilestireno, acetofenona, cumilfenol, 2-fenil-2-propanol (también llamado α -dimetilfenilcarbinol) y cumeno no reaccionado, y diversos compuestos carbonilo, tales como una cantidad traza de hidroxiacetona (HA) y α -fenilpropionaldehído (α -PPA). En la aplicación del fenol, un ejemplo de la cual es el policarbonato fabricado a partir de difenilolpropano (también llamado bisfenol A) como materia prima, se requiere fenol de gran pureza.

Para dicho fenol de gran pureza, es necesario que el contenido en hidroxiacetona (HA) como impureza se reduzca a 30 ppm o menos, preferiblemente a 10 ppm o menos. Además, es necesario que la cantidad total de otros compuestos carbonilo alifáticos y aromáticos contenidos, es decir, que la cantidad total de compuestos carbonilo aparte de la HA, se reduzca a 100 ppm o menos, preferiblemente a 50 ppm o menos. Con objeto de obtener dicho fenol de gran pureza, se realiza una purificación, donde la mayor parte de las sustancias de bajo punto de ebullición, tales como acetona, cumeno, agua y α -metilestireno, y la mayor parte de las sustancias de alto punto de ebullición, tales como acetofenona y 2-fenil-2-propanol, son eliminadas del producto de neutralización del producto de la descomposición ácida por medio de destilación fraccionada, para obtener una fracción fenólica, y se eliminan luego los compuestos carbonilo alifáticos, tales como hidroxiacetona, y los compuestos carbonilo aromáticos, tales como α -fenilpropionaldehído, de la fracción fenólica. Sin embargo, es particularmente difícil eliminar esos compuestos carbonilo del fenol, lo que, por lo tanto, deteriora la calidad del fenol como producto.

Para un procedimiento convencional de producción de fenol de gran pureza, por ejemplo, JP-B N° 37-11664 (Documento de patente 1) propone un procedimiento en el cual se someten hidroxiacetona y fenol a reacción poniendo en contacto fenol bruto (contenido en hidroxiacetona: 200 ppm) con un catalizador de alúmina activada a 360°C, para obtener 2-metilbenzofurano (2-MBF), y se separan entonces el fenol y el 2-metilbenzofurano por medio de destilación por vapor. Además, JP-B N° 54-1289 (Documento de patente 2) desvela un procedimiento en el cual se usa alúmina activada para la purificación de cresol. Además, JP-B N° 42-12250 (Documento de patente 3) propone un procedimiento que consiste en poner en contacto fenol bruto con un catalizador de sílice/alúmina a una temperatura de 150 a 250°C para convertir el compuesto carbonilo como impureza en otro compuesto, y en separar el compuesto y el fenol por destilación. Más aún, la Patente de GB N° 1231991 (Documento de patente 4) propone un procedimiento que consiste en poner en contacto fenol bruto que no contiene agua con un catalizador de resina de intercambio iónico ácida a una temperatura de 80 a 150°C para convertir el compuesto carbonilo como impureza en otro compuesto, y en separar luego el compuesto y el fenol por destilación.

US 2008/021249 desvela la eliminación de hidroxiacetona (acetol) por reacción de acetol con oxígeno en presencia de un catalizador heterogéneo, mediante lo cual el acetol se oxida.

Sin embargo, los métodos anteriores causan un problema, tales como que la eficiencia de la eliminación de impurezas es insuficiente, o que el fenol y el α -metilestireno, que son componentes útiles en el fenol bruto, reaccionan con las impurezas, o que cada uno de ellos sufre una reacción de adición con el otro o independientemente, para producir cumilfenol o dímeros de olefinas, por lo que se pierden los componentes útiles.

Lista de citas

Documentos de patente

[Documento de patente 1] JP-B N° 37-11664

[Documento de patente 2] JP-B N° 54-1289

[Documento de patente 3] JP-B N° 42-12250

[Documento de patente 4] Patente de GB N° 1231991

Resumen de la invención**Problema técnico**

- 5 Es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento de purificación de fenol capaz de producir fenol de gran pureza, consistente en hidrogenar selectivamente compuestos carbonilo diana para convertir los compuestos carbonilo en los correspondientes compuestos alcohólicos sin causar pérdida de los componentes útiles antes mencionados, y en separar los compuestos alcohólicos y el fenol por destilación.

Solución técnica

- 10 Los presentes inventores han realizado estudios serios para solucionar el problema anterior y han visto que, utilizando un catalizador basado en cobre para hidrogenar selectivamente compuestos carbonilo contenidos como impurezas en el fenol para convertir los compuestos carbonilo en los correspondientes compuestos alcohólicos, se puede resolver el problema anterior, completando de este modo la presente invención.

- 15 Es decir, la presente invención se resume como un procedimiento de purificación de fenol consistente en poner en contacto fenol con un catalizador basado en cobre en presencia de hidrógeno, para convertir los compuestos carbonilo alifáticos y los compuestos carbonilo aromáticos contenidos en el fenol en los correspondientes compuestos alcohólicos, y en separar los compuestos alcohólicos y el fenol por destilación. De aquí en adelante, se hará también referencia al fenol que contiene impurezas, tales como compuestos carbonilo, como "fenol bruto", y se hará también referencia al fenol del que se han eliminado impurezas, tales como compuestos carbonilo, como "fenol de gran pureza".

- 25 El catalizador basado en cobre incluye al menos uno de cobre y óxido de cobre (A) y óxido(s) de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio, zinc, cromo, bario y manganeso (B).

- 30 La razón de pesos de al menos uno de cobre y óxido de cobre (A) con respecto al/a los óxido(s) de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio, zinc, cromo, bario y manganeso (B), los dos de los cuales constituyen el catalizador basado en cobre, (A)/(B), es de 9/1 a 1/9. La hidrogenación catalítica es llevada a cabo de manera deseable a una temperatura de reacción de 50 a 300°C y a una presión de hidrógeno de 0,5 a 30 MPa.

Efectos ventajosos de la invención

- 35 Según la presente invención, utilizando un catalizador basado en cobre, tal como un catalizador que incluye al menos uno de cobre y óxido de cobre (A) y óxido(s) de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio, zinc, cromo, bario y manganeso (B), para hidrogenar compuestos carbonilo contenidos en el fenol bruto y convertir los compuestos carbonilo en los correspondientes compuestos alcohólicos, es posible separar el fenol fácilmente por destilación para producir fenol de gran pureza, inhibiendo al mismo tiempo la pérdida de fenol y α -metilestireno, que son componentes útiles en el fenol bruto. Por lo tanto, el procedimiento de purificación de la presente invención tiene un valor significativo desde el punto de vista industrial.

Breve descripción del dibujo

- 45 La Fig. 1 es una figura que muestra el resultado de la prueba de destilación de la hidroxiacetona (HA), un producto hidrogenado de la hidroxiacetona, es decir, propilenglicol (PG), un producto hidrogenado del α -fenilpropionaldehído (α -PPA), es decir, 2-fenil-1-propanol (PPnol), y fenol (véase el Ejemplo de referencia 1).

Descripción de las realizaciones

- 50 El fenol que se ha de purificar en la presente invención es un residuo obtenido eliminando las fracciones ligeras (por ejemplo, la mayor parte de la acetona, del cumeno y del α -metilestireno) por destilación fraccionada de un producto neutralizado del producto descompuesto con ácido obtenido por la descomposición ácida del hidroperóxido de cumeno obtenido en la reacción de oxidación del cumeno, y su composición es la siguiente. Este rango de composición es establecido sólo para dar un ejemplo y no para limitar el alcance técnico de la presente invención.

	Fenol	de 87,0 a 95,6% en peso
	Cumeno	de 1,0 a 0,1% en peso
	α -Metilestireno	de 2,0 a 0,1% en peso
60	Hidroxiacetona	de 0,5 a 0,1% en peso
	α -Fenilpropionaldehído	de 0,5 a 0,1% en peso
	Acetofenona	de 4,0 a 2,0% en peso
	2-Fenil-2-propanol	de 1,0 a 0,5% en peso
65	Otros componentes de alto punto de ebullición	de 4,0 a 1,5% en peso

En la anterior fracción de fenol, la separación del cumeno y del α -metilestireno como fracciones ligeras y de la acetofenona, del 2-fenil-2-propanol y de otros componentes de alto punto de ebullición como fracciones pesadas del fenol es relativamente fácil por destilación. Sin embargo, la separación de compuestos carbonilo, tales como hidroxiacetona y α -fenilpropionaldehído del fenol por destilación es difícil. En la presente invención, dichos compuestos carbonilo son convertidos por una reacción de hidrogenación usando un catalizador específico en los correspondientes alcoholes, y los correspondientes alcoholes son eliminados por destilación. Esto caracteriza el procedimiento de purificación del fenol de la presente invención. Un fenol preferido en el procedimiento de purificación de la presente invención es fenol que contiene compuesto carbonilo como impureza, donde el compuesto carbonilo es al menos un compuesto seleccionado entre compuestos carbonilo aromáticos y compuestos carbonilo alifáticos, y más específicamente fenol que contiene, como impureza, hidroxiacetona (HA) como compuesto carbonilo alifático y/o α -fenilpropionaldehído (α -PPA) como compuesto carbonilo aromático. El fenol particularmente preferido es fenol que contiene no más de un 1% en peso de hidroxiacetona (HA). En la reacción de hidrogenación según la presente invención, la HA se convierte en propilenglicol (PG) y el α -PPA se convierte en 2-fenil-1-propanol (PPnol).

El catalizador basado en cobre usado como catalizador de la hidrogenación catalítica en la presente invención es normalmente un catalizador que incluye al menos uno de cobre y óxido de cobre (A), preferiblemente un catalizador que incluye al menos uno de cobre y óxido de cobre (A) y óxido(s) de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio, zinc, cromo, bario y manganeso (B). El catalizador basado en cobre es más preferiblemente un catalizador consistente en al menos uno de cobre y óxido de cobre (A) y óxido(s) de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio, zinc, cromo, bario y manganeso (B), y es en particular preferiblemente un catalizador consistente en al menos uno de cobre y óxido de cobre (A) y óxido(s) de al menos un elemento seleccionado entre silicio, zinc, cromo, bario y manganeso.

El método para preparar el catalizador basado en cobre no está particularmente limitado, y un ejemplo del método es el siguiente. Es decir, el catalizador usado en la presente invención puede ser preparado usando, como materias primas, al menos un tipo seleccionado entre un nitrato, un sulfato, un carbonato, un acetato, un cloruro, un óxido, un hidróxido y similares de cobre, aluminio, zinc, cromo, bario y manganeso, y también al menos un tipo seleccionado entre un silicato (por ejemplo, silicato de sodio, silicato de potasio), un compuesto alcóxido de silicio (por ejemplo, tetrametoxisilano, tetraetoxisilano), un compuesto halogenado de silicio (tetraclorosilano, tetrabromosilano) y similares, por un método conocido, tal como un método de coprecipitación, un método de inmersión y un método de amasado.

Aquí, en el catalizador usado en la presente invención, la razón de pesos de al menos uno de cobre y óxido de cobre (A) con respecto al/a los óxido(s) de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio, zinc, cromo, bario y manganeso (B), [(A)/(B)], no está particularmente limitada, pero es de manera deseable de 9/1 a 1/9, en particular de manera deseable de 4/1 a 1/4.

Un catalizador incluido en el catalizador usado en la presente invención, es decir, el catalizador que incluye al menos uno de cobre y óxido de cobre (A) y óxido(s) de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio, zinc, cromo, bario y manganeso (B), puede ser un catalizador preparado mediante los métodos conocidos antes descritos, tales como un método de coprecipitación, un método de inmersión y un método de amasado, o un catalizador comercial (por ejemplo, E35S, fabricado por JGC Catalysts and Chemicals Ltd., y G-22 y G-99, fabricados por Sud Chemie Catalyst).

La forma del catalizador usado en la presente invención no está particularmente limitada, pero el catalizador tiene de manera deseable una forma de tableta o una forma de fideo. Estas formas son de fácil adquisición a nivel industrial. El tamaño del catalizador usado en la presente invención es determinado según el diámetro interno de la columna del reactor empleada, pero es preferible un catalizador que tenga un diámetro de 2 a 6 mm y una altura de 2 a 6 mm.

Son ejemplos de reactor para llevar a cabo el procedimiento de purificación de la presente invención un reactor de tipo lotes, un reactor continuo de lecho fijo, un reactor continuo de lecho fluidizado y un reactor continuo de lecho móvil. Es deseable el uso de un reactor continuo de lecho fijo, cuyo equipamiento es simple.

Con objeto de controlar la generación rápida de calor cuando se inicia la reacción de hidrogenación y de permitir que el catalizador exhiba de manera eficaz su actividad, es efectivo someter el catalizador basado en cobre usado en la presente invención a un tratamiento preliminar de reducción de acuerdo con un método ordinario. En general, este tratamiento de reducción es realizado poniendo en contacto el catalizador con hidrógeno gaseoso a una temperatura de 100 a 300°C.

La temperatura de la reacción de hidrogenación es normalmente de 50 a 300°C, preferiblemente de 80 a 200°C.

La presión de la reacción es generalmente una presión de hidrógeno de 0,5 a 30 MPa, preferiblemente de 1 a 10 MPa. El tiempo de la reacción, en el caso de la reacción de lotes, es normalmente de 1 a 20 horas. En el caso de la

reacción de tipo continuo, la velocidad de alimentación (LHSV) del fenol bruto por unidad de volumen del catalizador sólido en la reacción es de manera deseable de $0,5 \text{ h}^{-1}$ a 20 h^{-1} , de manera más deseable de 1 h^{-1} a 10 h^{-1} .

5 Cuando se usa un reactor continuo en la presente invención, el reactor empleado puede estar compuesto por un solo reactor o por una pluralidad de reactores. En particular, cuando el reactor está compuesto por una pluralidad de reactores, las condiciones de reacción pueden ser controladas con mayor precisión disponiendo los reactores en serie.

10 En la presente invención, la realización de un método conocido de purificación, tal como un procedimiento de purificación que utiliza una resina de intercambio iónico ácida, después o antes de llevar a cabo la reacción de conversión del compuesto carbonilo en alcohol en presencia de hidrógeno, no limita la presente invención en modo alguno, y es determinada según sea necesario por la persona que realiza el procedimiento de purificación.

Ejemplos

15 De aquí en adelante, haciendo referencia a Ejemplos, se describe la presente invención más específicamente, pero la presente invención no queda limitada en modo alguno por estos Ejemplos. El porcentaje de conversión de los compuestos carbonilo y la selectividad de los compuestos alcohólicos correspondientes fueron calculados a partir de los valores obtenidos en el análisis realizado por cromatografía gaseosa. La unidad de concentración, ppm, se basa en todos los casos en el peso.

[Ejemplo 1]

25 Se pesaron 5 g de catalizador E35S ($\text{CuO/SiO}_2 = 67/27$ en razón de pesos) fabricado por JGC Catalysts and Chemicals Ltd., y 250 g de fenol que contenía 1.800 ppm de hidroxiacetona (HA), 1.300 ppm de α -fenilpropionaldehído (α -PPA), 500 ppm de α -metilestireno (α -MS), 6.000 ppm de 2-fenil-2-propanol (Cnol), un 2,41% en peso de acetofenona (Anona) y otras impurezas, y se introdujeron en un autoclave SUS 316 de 500 ml equipado con un dispositivo de agitación por rotación de inducción electromagnética. Se purgó el interior del autoclave con nitrógeno (tres veces a 0,9 MPa cada una), y se purgó con hidrógeno (tres veces a 0,9 MPa cada una). Se llenó finalmente el autoclave con hidrógeno a temperatura ambiente hasta que la presión interna alcanzó 0,8 MPa, y se selló. Se calentó el autoclave hasta 160°C con agitación a una velocidad de agitación de 450 rpm. Se llevó así a cabo la reacción de hidrogenación catalítica. Doce horas después, se detuvo el calentamiento. Se enfrió suficientemente el autoclave y se purgó el interior del autoclave con nitrógeno, y se abrió luego el autoclave. Se filtró el contenido para eliminar el catalizador. El análisis del líquido de reacción resultante por cromatografía gaseosa

30 encontró que la conversión de HA era del 89,2%, la conversión de α -PPA era del 99,3% y la conversión de Anona era del 25,7%, y se obtuvieron los correspondientes compuestos alcohólicos. Dentro del alcance de la precisión del análisis de cromatografía gaseosa, no se observó diferencia entre antes y después de la reacción en términos de la concentración de dímeros de α -metilestireno (MSD), la concentración del producto de reacción entre fenol y α -MS, es decir, cumilfenol (CP), y la concentración de fenol. Se muestran los resultados en la Tabla 1.

[Ejemplos 2 y 3]

45 Se llevó a cabo la reacción del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto por el hecho de que el catalizador usado en el Ejemplo 2 era catalizador G-22 ($\text{CuO/Cr}_2\text{O}_3/\text{BaCrO}_4/\text{SiO}_2 = 50/35/10/5$ en razón de pesos) fabricado por Sud Chemie Catalyst, y por el hecho de que el catalizador usado en el Ejemplo 3 era catalizador G-99 ($\text{CuO/Cr}_2\text{O}_3/\text{BaCrO}_4/\text{MnO} = 45/45/5/5$ en razón de pesos) fabricado por Sud Chemie Catalyst. Se muestran los resultados en la Tabla 1.

[Ejemplo de preparación de catalizador 1]

50 (Preparación de catalizador compuesto por óxido de zinc y al menos uno de cobre y óxido de cobre)

55 Se añadió una solución preparada disolviendo 45,55 g de nitrato de cobre trihidrato y 54,90 g de nitrato de zinc hexahidrato en 375 ml de agua destilada a una solución preparada disolviendo 41,50 g de carbonato de sodio en 375 ml de agua destilada a temperatura ambiente con agitación, y se dejó que la solución de la mezcla reaccionara durante 2 horas. Después de la reacción, se filtró el producto de reacción precipitado y se lavó con agua destilada. Se recogió el sólido resultante tras la filtración y el lavado y se secó a 110°C durante 5 horas, y se calcinó entonces en aire a 400°C durante 5 horas. El sólido obtenido era un catalizador substancialmente consistente en óxido de cobre y óxido de zinc en una razón de pesos de 1/1. Se moldeó el catalizador obtenido en forma de tabletas con 29R fabricado por Kikusui Seisakusho Ltd., para preparar un catalizador. Se usó este catalizador en una reacción.

[Ejemplo 4]

65 Se llenó un tubo de reacción de lecho fijo con 100 ml del catalizador moldeado obtenido en el Ejemplo de preparación de catalizador 1 y se cargó con fenol que contenía 1.800 ppm de hidroxiacetona (HA), 1.300 ppm de α -

fenilpropionaldehído (α -PPA), 6.000 ppm de 2-fenil-2-propanol (Cnol), un 2,41% en peso de acetofenona (Anona) y otras impurezas, e hidrógeno en condiciones de flujo ascendente. Se realizó entonces una reacción de hidrogenación en el reactor continuo de lecho fijo a una temperatura de 160°C, a una presión de 1,6 MPa, a una velocidad espacial horaria líquida (LHSV) de 2 h⁻¹ y a una razón molar de hidrógeno/compuesto carbonilo de 20. Se recogió la muestra para el análisis cada hora y se analizó por cromatografía gaseosa. Se muestran los resultados en la Tabla 1.

[Ejemplo 5]

Se llevó a cabo la reacción del mismo modo que en el Ejemplo 4, excepto por llenar el tubo de reacción de lecho fijo con 100 ml de catalizador E35S (CuO/SiO₂ = 67/27 en razón de pesos) fabricado por JGC Catalysts and Chemicals Ltd., y la temperatura de la reacción era de 140°C. Se recogió la muestra para el análisis cada hora y se analizó por cromatografía gaseosa. Se muestran los resultados en la Tabla 1.

[Tabla 1]

	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5
Conversión de HA (%)	89,2	100	100	98	99,9
Conversión de α -PPA (%)	99,3	98,6	100	88,9	99,8
Conversión de Anona (%)	25,7	50,2	91,9	16,3	91,4
Concentración de MSD* (% en peso)	1,39	1,38	1,38	1,81	1,81
	1,37	1,34	1,3	1,73	1,75
Concentración de CP* (% en peso)	1,52	1,52	1,52	1,84	1,84
	1,57	1,53	1,6	1,82	1,83
Concentración de PH* (% en peso)	91,8	91,8	91,8	91,3	91,3
	91,7	92	91,6	91,2	91,4
* Concentración de MSD, CP y PH: las concentraciones indicadas en el lado superior son los valores antes de la hidrogenación, y las concentraciones indicadas en el lado inferior son los valores después de la hidrogenación.					

[Ejemplo comparativo 1]

Se pesaron 5 g de una resina de intercambio catiónico (Amberlyst-15E) y 250 g de fenol que contenía 1.800 ppm de hidroxiacetona (HA), 1.300 ppm de α -fenilpropionaldehído (α -PPA), 500 ppm de α -metilestireno (α -MS), 6.000 ppm de 2-fenil-2-propanol (Cnol), un 2,41% en peso de acetofenona (Anona) y otras impurezas y se introdujeron en un autoclave SUS 316 de 500 ml equipado con un dispositivo de agitación por rotación de inducción electromagnética. Se purgó el interior del autoclave con nitrógeno (tres veces a 0,5 MPa cada una) y se selló después el autoclave. Se calentó el autoclave hasta 110°C con agitación a una velocidad de agitación de 450 rpm. Se llevó así a cabo la reacción. Al cabo de dos horas, se detuvo el calentamiento y se enfrió suficientemente el autoclave y se abrió después. Se filtró el contenido para eliminar el catalizador. El análisis del líquido de reacción resultante por cromatografía gaseosa encontró que la conversión de HA era del 100%, la conversión de α -PPA era del 100% y la conversión de Anona era del 1%, pero el α -MS contenido en la materia prima y el α -MS generado por la reacción de deshidratación de Cnol, que son un componente útil, reaccionaron en su totalidad con fenol, para convertirse en cumilfenol.

[Ejemplo comparativo 2]

Se llevó a cabo la reacción del mismo modo que en el Ejemplo comparativo 1, excepto por el hecho de que en el Ejemplo comparativo 1 la resina de intercambio catiónico fue reemplazada con una zeolita de tipo mordenita de intercambio de hidrógeno que tenía una función de acidez de $H_0 \leq -8,2$, y la temperatura de la reacción era de 160°C. Como resultado, se vio que la conversión de HA era del 95%, la conversión de α -PPA era del 92% y la conversión de Anona era del 0%, pero el α -MS contenido en la materia prima y el α -MS generado por la reacción de deshidratación de Cnol, que son un componente útil, reaccionaron en su totalidad con fenol, para convertirse en cumilfenol.

[Ejemplo 6]

Se pesaron 7,5 g de un catalizador ShiftMax 210 (CuO/ZnO = 42/47 en razón de pesos) fabricado por Sud Chemie Catalyst y 125 g de cumeno, y se introdujeron en un matraz de vidrio de 300 ml equipado con un dispositivo de agitación y un condensador. Se purgó el matraz con nitrógeno alimentándolo con 500 ml/min. de nitrógeno gaseoso durante 10 minutos. A continuación, con agitación, se calentó el matraz en un baño de aceite hasta 140°C y se insuflaron 100 ml/min. de hidrógeno gaseoso en el mismo a presión atmosférica. Se realizó así el tratamiento de reducción del catalizador durante 5 horas. Se enfrió después suficientemente el matraz para recoger cumeno. Se pesaron entonces 125 g de fenol que contenía un 1,0% en peso de hidroxiacetona (HA) y se introdujeron en el matraz que tenía el catalizador. Con agitación, se calentó el matraz en un baño de aceite hasta 80°C y se insuflaron

100 ml/min. de hidrógeno gaseoso en el mismo a presión atmosférica. Se realizó así la reacción de hidrogenación catalítica. Al cabo de cinco horas, se detuvo el calentamiento. Se enfrió suficientemente el matraz para recoger el líquido de reacción. El análisis del líquido de reacción por cromatografía gaseosa encontró que la conversión de HA era del 14,3%, y el ciclohexanol, que era un producto de hidrogenación nuclear del fenol, aparecía en no más de 10 ppm.

[Ejemplo comparativo 3]

Se pesaron 7,5 g de un catalizador de perlas de paladio al 2% en carbono fabricado por N.E. CHEMCAT CORPORATION y 125 g de fenol que contenía un 1,0% en peso de hidroxiacetona (HA) y se introdujeron en un matraz de vidrio de 300 ml equipado con un dispositivo de agitación y un condensador. Con agitación, se calentó el matraz en un baño de aceite hasta 80°C y se insuflaron 100 ml/min. de hidrógeno gaseoso en el mismo a presión atmosférica. Se realizó así la reacción de hidrogenación catalítica. Al cabo de cinco horas, se detuvo el calentamiento. Se enfrió suficientemente el matraz para recoger el líquido de reacción. El análisis del líquido de reacción por cromatografía gaseosa encontró que la conversión de HA era del 0,0%, lo que mostraba que no se producía ninguna reacción de hidrogenación de la hidroxiacetona, y que el ciclohexanol, que era un producto de hidrogenación nuclear del fenol, aparecía en 3.000 ppm, lo que confirmaba la pérdida de fenol, un componente útil.

[Ejemplo comparativo 4]

Se llevó a cabo la reacción del mismo modo que en el Ejemplo comparativo 3, excepto por utilizar 2,5 g de catalizador R-200L (níquel Raney a granel) fabricado por NIKKO RICA CORPORATION. El análisis por cromatografía gaseosa encontró que la conversión de HA era del 10,0% y que el ciclohexanol, que era un producto de hidrogenación nuclear del fenol, aparecía en 1.000 ppm, lo que confirmaba la pérdida de fenol, un componente útil.

[Ejemplo de referencia 1]

Se estudió la separabilidad en la destilación de la hidroxiacetona (HA), de un producto hidrogenado de la hidroxiacetona, es decir, del propilenglicol (PG), y de un producto hidrogenado del α -fenilpropionaldehído (α -PPA), es decir, del 2-fenil-1-propanol (PPnol), y del fenol del siguiente modo. Se sometió una materia prima preparada añadiendo HA, PG y PPnol en una cantidad cada uno de ellos de 1.000 ppm a fenol a destilación fraccionada usando una columna de destilación de vidrio Oldershaw con 30 bandejas. Se realizó la destilación a una cantidad de alimentación de materia prima de 800 g, a una razón de reflujo de 2 y a una presión de 200 Torr. Se analizaron los destilados por cromatografía gaseosa y el análisis encontró que se detectaba HA en todos los destilados, pero que PG y PPnol no eran detectados en ninguno de los destilados. En la Fig. 1 se muestran los resultados.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento de purificación de fenol consistente en poner en contacto el fenol con un catalizador basado en cobre en presencia de hidrógeno para convertir el compuesto carbonilo contenido en el fenol en el correspondiente compuesto alcohólico, y en separar el compuesto alcohólico y el fenol por destilación.
- 10 2. El procedimiento de purificación de fenol según la Reivindicación 1, donde el compuesto carbonilo contenido en el fenol es al menos un compuesto seleccionado entre compuestos carbonilo aromáticos y compuestos carbonilo alifáticos.
- 15 3. El procedimiento de purificación de fenol según la Reivindicación 1 ó 2, donde el catalizador basado en cobre incluye al menos uno de cobre y óxido de cobre (A) y óxido(s) de al menos un elemento seleccionado entre silicio, aluminio, zinc, cromo, bario y manganeso (B).
- 20 4. El procedimiento de purificación de fenol según la Reivindicación 3, donde la razón de pesos (A) / (B) en el catalizador basado en cobre es de 9/1 a 1/9.
5. El procedimiento de purificación de fenol según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 4, donde la hidrogenación catalítica es llevada a cabo a una temperatura de reacción de 50 a 300°C, a una presión de hidrógeno de 0,5 a 30 MPa.

[Fig. 1]

