

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 603 578**

51 Int. Cl.:

C07C 37/74 (2006.01)

C07C 39/04 (2006.01)

C07C 37/68 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.12.2008 PCT/EP2008/011005**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.07.2009 WO09080338**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.12.2008 E 08863888 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.10.2016 EP 2234951**

54 Título: **Purificación de fenol**

30 Prioridad:

20.12.2007 EP 07150224

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

28.02.2017

73 Titular/es:

**BOREALIS TECHNOLOGY OY (100.0%)
P.O. BOX 330
06101 PORVOO, FI**

72 Inventor/es:

PUROLA, VELI-MATTI

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 603 578 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

Purificación de fenol

5 Antecedentes de la invención

Campo de la invención

10 La presente invención se refiere a un proceso de purificación de una mezcla fenólica que contiene fenol, agua y al menos un componente orgánico adicional.

Descripción de la técnica relacionada

15 El fenol se fabrica habitualmente por un procedimiento de cumeno, en el cual el cumeno se oxida a hidroperóxido de cumeno (HPC) y la mezcla del producto de oxidación resultante se concentra y se somete a una reacción de escisión. Posteriormente, la mezcla del producto de escisión se dirige hacia una sección de destilación, en la que los productos principales de la reacción de escisión, es decir, fenol y acetona, se separan en primer lugar y luego se purifican a través de una serie de etapas de destilación u otras etapas de purificación. El fenol crudo resultante de la separación de fenol y acetona contiene varios subproductos e impurezas, tales como α -metilestireno (AME),
20 residuos de acetofenona, óxido de mesitilo, 2-metilbenzofurano, ciclohexanol, dimetil-fenil-carbinol y otros componentes orgánicos, por ejemplo, carbonilos, incluyendo cetonas, y dímeros. Debido a las diferencias en las propiedades y reactividades de estos componentes, pueden requerirse algunos procedimientos extensos de purificación para conseguir un producto de fenol con calidad suficiente.

25 Además de la purificación utilizada habitualmente por destilación convencional, la técnica anterior incluye una combinación de una etapa de destilación y una etapa de tratamiento con una resina, según se presenta en las publicaciones EP 1.395.540 y 1.727.779, en las que la mezcla de fenol que se va a purificar se somete a un tratamiento de resina con una resina ácida, por medio del cual los compuestos de mayor punto de ebullición, tales como dímeros, se forman. Estos compuestos de mayor punto de ebullición se separan entonces del producto de
30 fenol por destilación.

El uso de un tratamiento con resina provoca que algunas impurezas reaccionen con fenol y liberen agua. Esto hace que la concentración de agua aumente aguas abajo desde el reactor de lecho de resina. Aunque no se requiere que el producto de fenol esté completamente seco, limitar la cantidad de agua en el producto de fenol resulta aún
35 ventajoso.

El documento US 5 131 984 describe un proceso de purificación de fenol en el que los productos de cabeza procedentes de una columna de destilación de fenol se transfieren a un condensador y en el que el condensado
40 regresa a la columna de destilación de fenol. Una opción preferente es que el condensador es un condensador generador de vapor, que condensa así una porción principal de dichos vapores mientras se vaporiza agua y se separan los ácidos del condensador. Una consecuencia al introducir agua en el proceso es que se produce un aumento inevitable en el contenido en agua de la corriente de fenol. Un aspecto de la presente invención es obtener fenol con bajo contenido en agua.

45 El documento FR 1 206 743 A divulga un proceso y un aparato de purificación de fenol en el que una columna de destilación de fenol está conectada en serie a un primer y a un segundo condensador. No obstante, no existe recirculación procedente del segundo condensador. Esto acarrea importantes consecuencias para la separación de fenol e impurezas ligeras. Adicionalmente, los presentes inventores han determinado que la ausencia de recirculación entre la primera y segunda etapas reduce el rendimiento del producto de fenol.

50 Una vez producida la purificación de fenol por destilación convencional o destilación por vapor, o mediante un tratamiento con resina u otro tipo de purificación catalítica, se realiza en general una etapa final de purificación de fenol en una torre de purificación final de fenol. Normalmente, el producto se extrae al igual que una corriente lateral procedente de la sección superior de la torre. La calidad del producto se mejora normalmente al aumentar las corrientes de purga, tales como el fondo y las salidas del condensado, es decir, cambiando el balance del material de la torre de destilación. La calidad del producto conseguida es resultado de la capacidad de separación de la torre de purificación, que se efectúa, por ejemplo, por una serie de etapas de separación, el trabajo del evaporador, el
55 reflujo, la presión de operación y las corrientes de fondo y del destilado. El equilibrio vapor-líquido limita la separación de las impurezas y, en consecuencia, los índices de purga pueden multiplicarse para mejorar la calidad del producto de fenol.

60 Existe, por consiguiente, la necesidad de un proceso más eficaz y económico para reducir el nivel de impurezas y subproductos, junto con el nivel de agua, para obtener un producto de fenol de calidad deseada.

65

Sumario de la invención

Es objetivo de la presente invención proporcionar un proceso eficaz de purificación de fenol.

5 En particular, es objetivo de la presente invención proporcionar un proceso de purificación de fenol que consigue un producto de fenol puro con una concentración suficientemente baja de impurezas y un contenido en agua reducido.

Es objetivo adicional de la invención proporcionar un proceso de purificación de fenol con corrientes limitadas de recirculación de fenol.

10 Estos y otros objetivos, junto con las ventajas de los mismos más procesos conocidos, se consiguen por la presente invención, como se describe y reivindica de aquí en adelante.

La presente invención se refiere a un proceso de purificación de una mezcla fenólica, cuyo proceso comprende

- 15
- como primera etapa, proporcionar un suministro fenólico que contiene fenol, agua y al menos otro componente orgánico o ácido, y
 - como segunda etapa, separar el suministro fenólico por destilación en una fracción de base, una fracción intermedia y una primera corriente del producto de cabeza,

20

 - dirigir la primera corriente del producto de cabeza a través de al menos un condensador hacia un tambor de condensado 10, en el que se forman al menos un primer condensado y al menos una primera fracción no condensada,
 - recircular al menos una porción del primer condensado en la destilación;
 - dirigir la primera fracción no condensada hacia un segundo condensador en el que se forman una segunda fracción condensada y una segunda fracción no condensada;

25

 - eliminar al menos una porción de la segunda fracción no condensada;
 - recircular al menos una porción de la segunda fracción condensada en el tambor de condensado 10,
 - eliminar al menos una porción de dicha primera y/o segunda fracción condensada.

30 La presente invención se refiere igualmente a un aparato de purificación de una mezcla fenólica como se reivindica en el presente documento.

Se obtienen considerables ventajas por medio de la invención. Por consiguiente, la presente invención proporciona un proceso para separar de modo eficaz subproductos, impurezas y agua de un producto de fenol sin perder cantidades significativas del producto en las corrientes de recirculación. En particular, el uso de dos condensadores y el tambor de condensado, con la recirculación del segundo condensado procedente del segundo condensador hacia el tambor de condensado maximiza la purificación. La temperatura en el interior del tambor favorece que cualquier impureza ligera que pueda haberse incorporado en el primer o segundo condensador regrese al segundo condensador, en el cual se elimina como una fracción del producto de cabeza no condensado. Por lo tanto, se minimiza la cantidad de materiales ligeros recirculados en efecto en la columna.

A continuación, la invención se describirá más detenidamente con referencia a los dibujos adjuntos y a la descripción detallada.

45 Breve descripción de las figuras

La Figura 1 es una representación esquemática de una realización preferente de la presente invención.

Descripción detallada de las realizaciones preferentes de la invención

50 La presente invención se refiere a un proceso de purificación de una mezcla fenólica, cuyo proceso comprende proporcionar un suministro fenólico que contiene fenol, agua y al menos otro componente orgánico o ácido, y separar el suministro fenólico por destilación en una fracción de base, una fracción intermedia y una primera corriente del producto de cabeza.

55 En particular, la presente invención se refiere a un proceso de purificación de fenol que comprende dirigir la primera corriente del producto de cabeza a través de al menos un condensador y en un tambor de condensado, en el que se forman al menos un primer condensado y la(s) fracción(es) no condensada(s) correspondiente(s), y recirculan al menos una porción del(los) primer(os) condensado(s) como refluo con respecto a la destilación. Aunque está dentro del alcance de la invención para la totalidad del condensado en el tambor 10 a recircular, resulta preferente si se recircula únicamente una porción de este, por ejemplo, se recircula al menos 50 % en peso, por ejemplo, al menos 70 % en peso, o al menos 90 % en peso, incluso hasta 95 % en peso. Por lo tanto, resulta preferente si se elimina al menos una porción del condensado en el tambor 10.

65 El término "destilación" se entiende como un método de separación de componentes químicos en base a las diferencias en sus volatilidades en una mezcla líquida de ebullición. La mezcla que se destila se separa en una

corriente del producto de cabeza que contiene los componentes "ligeros" o "con un punto ebullición bajo", es decir, componentes que se vaporizan en las condiciones que imperan durante la destilación, y una fracción no evaporada, o una fracción de base, que contiene componentes "pesados" o "con un punto de ebullición elevado", es decir, componentes que permanecen en forma líquida en las condiciones que imperan durante la destilación.

5 Del mismo modo, una mezcla llevada a cabo en un condensador se separa en un "condensado", que contiene los componentes pesados, y una "fracción no condensada" (o un vapor no condensado), que contiene los componentes ligeros y los gases inertes no condensables.

10 Las identidades de los compuestos incluidos en los componentes pesados y las identidades de los compuestos incluidos en los componentes ligeros dependen de las condiciones que imperan en la columna de destilación o en el condensador, tales como el número de etapas de equilibrio, la temperatura y la presión.

15 La expresión "destilación fraccional" se entiende como una forma particular de destilación, en la que una mezcla se separa en sus componentes o fracciones mediante sus volatilidades, sometiéndolos a ciclos de vaporización-condensación reiterados en el interior de una columna de fraccionamiento.

20 Una "placa de columna" o una "bandeja de columna" es una zona de una columna de destilación, en la que dos fases, tales como las fases de líquido y vapor de una sustancia, establecen el equilibrio entre sí. Normalmente, las bandejas de la columna no consiguen un equilibrio vapor-líquido teórico completo. El rendimiento de algunos procesos de separación depende de que se posea una serie de etapas de equilibrio y se potencie proporcionando más etapas.

25 El aparato de la presente invención comprende preferentemente (según la Fig. 1):

- 1 una columna de destilación
- 2 un primer condensador

30 La columna de destilación puede contener además:

- 3 una entrada del suministro (S)
- 4 una entrada del reflujo (R)
- 5 una salida del producto de fenol (F)
- 6 una salida del producto de base
- 35 7 una salida del producto de cabeza de la columna
- 8 un evaporador

De acuerdo con una realización preferente de la invención, el aparato comprende además:

- 40 9 un condensador secundario
- 10 un tambor de condensado
- 11 una unidad de vacío
- 12 un primer conducto de eliminación del condensado
- 13 un primer conducto de conexión de la fracción no condensada
- 45 14 un conducto de reflujo del condensado ligero (RCL)
- 15 un conducto de eliminación del condensado ligero
- 16 un segundo conducto de eliminación de la fracción no condensada

50 Por consiguiente, el aparato utilizado en el proceso de la presente invención comprende preferentemente una columna de destilación 1 para la destilación fraccional de una mezcla fenólica, la columna 1 contiene una entrada del suministro 3, una entrada de reflujo 4, una salida 5 del producto de fenol, una salida 6 del producto de base y una salida 7 del producto de cabeza de la columna. La entrada del suministro 3 se sitúa preferentemente en la sección media o por debajo de la sección media de la columna. La salida del producto 5 se coloca preferentemente a unas pocas bandejas por debajo de la bandeja superior de la columna.

55 Una porción del producto de base eliminado procedente de la columna 1 por la salida 6 del producto de base puede regresar a la columna 1 a través de un evaporador 8.

60 Al menos un primer condensador 2 está conectado a la columna 1 por la salida 7 del producto de cabeza de la columna y la entrada de reflujo 4. El primer condensador 2 es capaz de separar la corriente dirigida hacia el condensador 2 procedente de la salida 7 del producto de cabeza en un primer condensado y una primera fracción no condensada. Este se separa en el tambor 10. El primer condensado puede entonces dirigirse de nuevo a la columna de destilación 1 a través de la entrada de reflujo 4.

65 El primer condensado y la primera fracción no condensada formados en el primer condensador 2 pueden dirigirse hacia un tambor de condensado 10, que se encuentra en conexión fluida con el primer condensador 2 y la entrada

de reflujo 4 de la columna de destilación 1, y en el que pueden separarse las fracciones mencionadas. Una porción del primer condensado se dirige hacia la columna de destilación 1 por la entrada de reflujo 4, mientras que otra porción de este puede eliminarse a través de un primer conducto 12 de eliminación de condensado. Es más, la primera fracción no condensada se dirige a través de un primer conducto 13 de conexión de fracción no condensada hacia al menos un condensador secundario 9. En al menos un condensador secundario 9, la primera fracción no condensada puede separarse en un segundo condensado, cuya porción puede recircularse de nuevo al tambor de condensado 10 por un conducto 14 de reflujo de condensado ligero, mientras que una segunda porción se elimina a través de un conducto 15 de eliminación de condensado ligero, y una segunda fracción no condensada, que puede eliminarse utilizando una unidad de vacío 11, tal como una bomba de vacío 11, a través de un segundo conducto 16 de eliminación de la fracción no condensada.

El proceso y el aparato pueden utilizarse para la eliminación de subproductos e impurezas procedentes de cualquier mezcla que contenga al menos dos compuestos orgánicos. Preferentemente, el aparato se dispone en la sección de destilación de un proceso de producción de fenol. El proceso de producción de fenol comprende, normalmente, etapas de proceso, en las cuales el fenol y la acetona se producen por la oxidación de cumeno a hidroperóxido de cumeno (HPC) y, posteriormente, en las cuales el HPC se concentra y se escinde en fenol, acetona y otros productos de escisión, cuyos productos se lavan y se desalan, y, por último, en las cuales la mezcla del producto de escisión desalado, que contiene, por ejemplo, fenol, acetona, agua, cumeno, AME, hidroxiacetona, óxido de mesitilo, acetofenona, carbinol e hidrocarburos pesados, se destila.

En el contexto de la presente invención, la expresión "mezcla fenólica" o "suministro fenólico" se refiere a cualquier mezcla de producto o suministro que contiene fenol así como subproductos e impurezas en cualquier etapa del proceso de purificación de la invención. La expresión "suministro por tratamiento con un catalizador" se refiere a la mezcla fenólica que se dirige hacia un reactor de purificación catalítica. Asimismo, la expresión "suministro de destilación" se refiere al suministro fenólico dirigido hacia una columna de destilación.

Como se ha descrito previamente, al menos una porción del(los) condensado(s) se recircula como reflujo con respecto a la destilación de la presente invención. La relación de corriente de reflujo del condensado a corriente de producto (R:P) oscila de 0,99:1 a 3:1, más preferentemente 0,99:1 a 2:1, más preferentemente 1,01:1 a 1,3:1. La relación de reflujo del condensado ligero a corriente de producto (RCL:P) oscila de 0:1 a 0,3:1, más preferentemente 0:1 a 0,10:1, y más preferentemente 0:1 a 0,03:1.

La cantidad total del primer condensado ligero eliminado depende del contenido de impurezas y agua en el suministro de destilación. Una primera fracción de condensado típico eliminada del producto es de 0 % a 5 %, más preferentemente 0 % a 2 %, en especial 1 a 2 % en peso. Una fracción típica de condensado ligero eliminada del producto es de 0,01 % a 3 %, más preferentemente 0,1 % a 2 %.

La cantidad de no condensables dirigida hacia la unidad de vacío 11 depende de la cantidad de componentes inertes y de la pérdida de aire en la destilación.

El suministro fenólico contiene preferentemente al menos 98,0 % en peso, más preferentemente al menos 99,0 % en peso, y más preferentemente al menos 99,7 % en peso de fenol en una base seca. Muchas impurezas están presentes en el suministro, incluyendo alfa-metilestireno (AME), acetol (hidroxiacetona), residuos de acetofenona, ciclohexanol, cumilfenoles, 2-metilbenzofurano (2-MBF), dimetil-fenil-carbinol y otros componentes orgánicos, por ejemplo, carbonilos, tales como cetonas, y dímeros. El contenido en agua del suministro es menor que 10.000 ppm en peso, preferentemente menor que 2.000 ppm en peso, más preferentemente menor que 1.000 ppm en peso.

De acuerdo con una realización de la presente invención, el proceso puede operarse también utilizando contenidos en agua superiores a 10.000 ppm en peso, por ejemplo, para acortar el proceso de inicio.

Según la presente invención, el suministro fenólico, es decir, el suministro de destilación, que contiene fenol y otros subproductos e impurezas, así como agua, se dirige hacia la columna de destilación de fenol, en la que se destila a fin de separar el suministro en un producto de base, un producto intermedio y una corriente del producto de cabeza, por lo que el producto de base contiene la mayor parte de los subproductos e impurezas con un punto de ebullición elevado, la corriente del producto de cabeza contiene la mayor parte de los subproductos e impurezas con un punto de ebullición bajo, tales como ciclohexanol, y de agua o azeótropos de agua, así como algunos fenoles, y el producto intermedio contiene la mayor parte del producto de fenol. Los subproductos e impurezas con un punto de ebullición elevado se eliminan de la mezcla al igual que el producto de base a través de una salida 6 en la base de la columna, mientras se elimina el agua, junto con cualquiera de los compuestos con un punto de ebullición bajo en la corriente del producto de cabeza. El producto de fenol purificado se elimina al igual que el producto intermedio a través de una salida 5 en una sección intermedia de la columna.

En el aparato de la presente invención, la corriente del producto de cabeza puede separarse de modo adicional en un primer condensado y una primera fracción no condensada, el primer condensado contiene la porción de mayor punto de ebullición de los subproductos e impurezas, que se eliminan con una fracción del primer condensado a través del conducto 12 de eliminación del primer condensado.

De acuerdo con una realización preferente de la presente invención, la primera fracción no condensada puede separarse de nuevo de modo adicional en un condensado ligero y una segunda fracción no condensada, el condensado ligero contiene principalmente fenol, agua y subproductos e impurezas con un punto de ebullición bajo, que se eliminan con una fracción de condensado ligero a través del conducto 15 de eliminación del condensado ligero, así como agua y cualquier componente que hayan podido formar azeótropos con agua.

Utilizando el proceso y el aparato de la presente invención, al menos una porción de cualquier subproducto e impurezas puede eliminarse de una mezcla fenólica, la porción consiste en 50-99 % de la cantidad total de subproductos e impurezas en el suministro de destilación, preferentemente 60-99 %, más preferentemente 70-99 % en una base seca.

El proceso de purificación y el aparato de la presente invención pueden utilizarse para proporcionar un producto de fenol puro con un contenido "suficientemente bajo" en agua, entendido como un contenido en agua inferior a 500 ppm, preferentemente inferior a 300 ppm, más preferentemente inferior a 150 ppm, por ejemplo, inferior a 100 ppm, y más preferentemente inferior a 60 ppm.

La destilación se lleva a cabo a baja presión, es decir, a una presión de 20-300 kPa, preferentemente a una presión por debajo de la presión atmosférica, más preferentemente a aproximadamente 40-70 kPa, de manera que se minimiza la descomposición térmica de las impurezas. La descomposición originará compuestos con un punto de ebullición bajo difíciles de separar del producto de fenol y que causan, por lo tanto, la suciedad del producto.

La temperatura a la que se opera el primer condensador es preferentemente de manera aproximada 80-170 °C, preferentemente 110-150 °C. La temperatura a la que se opera el condensador secundario se mantiene por encima del punto de solidificación de fenol, es decir, por encima de 41 °C, preferentemente entre 42 °C y 80 °C.

La columna 1 de destilación fraccional se divide en tres zonas, una zona de separado a fin de concentrar impurezas con un punto de ebullición elevado en la base de la columna 1, una zona intermedia utilizada para la separación de impurezas con un punto de ebullición elevado procedentes de un suministro fenólico, y una zona de pasteurización con el fin de separar agua y posibles hidrocarburos más ligeros del suministro fenólico. El producto de fenol purificado se elimina por una salida en el fondo de la zona de pasteurización.

Además, el aparato de la presente invención comprende al menos un condensador 2.

De acuerdo con una realización preferente de la presente invención, el aparato de la presente invención comprende al menos dos condensadores 2, 9, dispuestos en serie, permitiendo de ese modo subproductos e impurezas con un punto de ebullición bajo así como azeótropos de agua que se concentran en el condensado ligero mencionado. El condensado ligero se elimina o una porción de este regresa como reflujo a la columna 1 de destilación fraccional por la entrada de reflujo 4 a través del tambor de condensado 10. Idealmente, una porción se recircula, por ejemplo hasta 10 % en peso del segundo condensado.

En consecuencia, una ventaja proporcionada por la presente invención es que el fenol de elevada calidad puede producirse mediante la eliminación del condensado ligero. La suma total del primer condensado eliminado y el condensado ligero puede ser significativamente menor en comparación con una disposición en la que se elimina únicamente el primer condensado. En algunas aplicaciones, la totalidad del primer condensado regresa a la columna 1 como reflujo.

La fracción de reflujo regresada a la columna 1 se dirige por la entrada de reflujo 4, que se coloca en la zona de pasteurización de la columna 1. El fin del reflujo es suprimir una porción de agua y posibles hidrocarburos más ligeros procedentes de la columna de destilación 1 y, por consecuencia, proporcionar una recuperación más eficaz de fenol. Esta porción de agua e hidrocarburos ligeros se elimina por la primera fracción no condensada, que contiene preferentemente estos componentes en una concentración superior al primer condensado. La porción eliminada que contiene los subproductos y las impurezas puede entonces dirigirse hacia un segundo condensador 9 para producir un segundo condensado y, por consiguiente, asegurarse de la licuación de los componentes de esta fracción a una temperatura inferior a otras aplicaciones. El segundo condensado contiene, por consiguiente, una cantidad concentrada de subproductos e impurezas así como agua.

El contenido en agua del producto de fenol se controla así utilizando el primer condensado y el condensado ligero mencionados. Del mismo modo, la concentración de subproductos e impurezas pesados se controla por la corriente de fondo. Este control es deseable para asegurar una baja concentración de impurezas en la base de la columna 1, debido a que ha de evitarse la descomposición térmica. Un nivel máximo es de aproximadamente 0,1-5 % en peso.

Con el proceso de la presente invención, la concentración de agua del producto de fenol purificado final se reduce en comparación con la técnica anterior, al igual que la concentración de subproductos e impurezas, tales como 2-metilbenzofurano, hidroxiacetona, AME, y algunas cetonas. Esto se consigue mediante el control de la cantidad de reflujo de condensado en la columna 1 según la presente invención. Como resultado, se recupera más fenol en la

columna de purificación 1 de la presente invención en comparación con las columnas de los conjuntos de purificación convencionales.

5 Una porción de los subproductos e impurezas puede eliminarse de la mezcla fenólica mediante el tratamiento con un catalizador en un reactor de purificación catalítica antes de dirigir la mezcla hacia la columna de destilación 1. Esto se logra poniendo en contacto la mezcla fenólica que contiene fenol, agua y dos o más componentes orgánicos adicionales, tales como 2-metilbenzofurano, hidroxiacetona y carbonilos, incluyendo cetonas y ácidos, con un catalizador, tal como una resina ácida, con lo cual una porción de los subproductos e impurezas, es decir, una porción de dos o más componentes orgánicos, se separa de la mezcla fenólica o reacciona para formar compuestos de mayor punto de ebullición y se forma un suministro fenólico que contiene fenol, agua y al menos un componente orgánico adicional. El catalizador provoca que al menos una porción de los subproductos (tales como hidroxiacetona y carbonilos) en el suministro del tratamiento con un catalizador reaccione y forme compuestos más pesados que pueden separarse del fenol en la etapa de destilación final.

15 La presente invención es particularmente ventajosa en aplicaciones en las que el(los) condensador(es) 2 (o 9) de la columna 1 de purificación de fenol se integra(n) por calor. El condensador 2 puede, por ejemplo, funcionar como un evaporador para otra columna. En este caso, es importante mantener una temperatura elevada y constante en el condensador 2. La presente invención permite el uso de una temperatura superior en el condensador 2 en comparación con la técnica anterior mediante la recirculación del condensado ligero al tambor de condensado. Puesto que el condensado ligero está más concentrado que el primero, la eliminación del condensado ligero permitirá el uso de un flujo de un volumen más pequeño para eliminar la misma cantidad de componentes ligeros que cuando se elimina solo el primer condensado.

25 Una ventaja de la presente invención es que mantiene la concentración baja de agua en el producto de cabeza de la columna y en los condensadores. Esto disminuye el riesgo de corrosión ácida. Los ácidos que alcanzan la destilación de la presente invención pueden provenir, por ejemplo, de una sección de escisión aguas arriba o de un catalizador de purificación de resina, en caso de utilizarse antes de la destilación.

30 Normalmente, en la tecnología de la técnica anterior se utiliza un condensador de gas expulsado para recuperar fenol procedente de gases expulsados del primer condensador 2. Este condensado expulsado presente en la tecnología de la técnica anterior regresa a un tambor de condensado de la columna 1. Puesto que el fin del reflujo es suprimir el agua y las impurezas de la columna 1, es necesario aumentar de forma considerable la condensación de gases en el condensador de gas expulsado y su regreso a través del tambor de condensado a la columna 1 en casos en los que la concentración de agua del suministro fenólico a purificar sea alta. El agua tiene solo dos salidas, es decir, puede eliminarse con el primer condensado y, por consiguiente, en el caso antes mencionado, la concentración de agua aumentará, o puede eliminarse con la fracción no condensada, cuya cantidad depende de la temperatura de condensación y de la presión de operación. La concentración de agua se limitará en consecuencia por la eficacia de separación de la columna, el equilibrio vapor-líquido y la cantidad de condensado eliminado. La capacidad del condensador de gas expulsado es pequeña en comparación con el condensador principal. Cuando se excede la capacidad de refrigeración, el flujo volumétrico en la unidad de vacío aumenta y esto puede causar la alteración del proceso. La presente invención resuelve en consecuencia el problema de la capacidad del condensador de gas expulsado mediante la eliminación de una corriente pequeña del segundo condensado concentrado.

45 De acuerdo con una realización particular de la presente invención, un pequeño volumen, es decir, inferior a 10.000 ppm en peso, preferentemente inferior a 2.000 ppm en peso, más preferentemente inferior a 1.000 ppm en peso de agua se inyecta intencionadamente en el suministro fenólico para mejorar la separación de las impurezas en la columna de destilación 1.

50 Ejemplos

Con el fin de mostrar la sensibilidad de la corriente del condensado ligero eliminado frente a la primera corriente de condensado eliminado, se realizaron tres simulaciones en la columna de purificación de fenol. El modelo de simulación tenía agua como componente ligero. Las condiciones de operación de la columna se resumen a continuación en la Tabla 1, Tabla 2 y Tabla 3. La concentración de agua del suministro (3.000 ppm), la velocidad de suministro (10.000 kg/h), el índice de fondo y el trabajo del evaporador eran los mismos en todos los ejemplos. No obstante, los índices de reflujo (R/P, RCL/P), y las cantidades de condensado eliminado se cambiaron en las simulaciones. La temperatura del primer condensador se fijó a 166 °C y la temperatura del condensador secundario se fijó a 50 °C.

60 Ejemplo 1

En la primera simulación (Tabla 1) solo se eliminaron 132 kg/h de condensado ligero de la circulación. El primer condensado no se eliminó. La cantidad de producto era de 9.587 kg/h. Esto dio un producto final con una concentración de agua de 80 ppm en peso. El trabajo del primer condensador era de 2.700 kW y el trabajo del condensador secundario era de 119 kW.

Ejemplo 2

5 En la segunda simulación (Tabla 2), se eliminaron 130 kg/h del primer condensado. El condensado ligero procedente del condensador secundario regresó como reflujo a través del tambor de condensado a la destilación. El condensado ligero no se eliminó. A partir de las Tablas 1 y 2 puede apreciarse que el trabajo de condensación en el condensador secundario ha aumentado de 119 a 2.851 kW. El trabajo del primer condensador es cero. No obstante, la condensación se produce ya que 4.699 kg/h de reflujo de condensado ligero subenfriado (50 °C) se mezclan en el tambor de condensado con la corriente del producto de cabeza. Debido a esto, el reflujo de condensación en la columna es 10.844 kg/h. Esto da un producto con una concentración de agua tan alto como 370 ppm en peso, que es casi tres veces la concentración de agua del ejemplo 1. Este ejemplo muestra también qué grado de eficacia de la purga del condensado ligero controla la acumulación de agua en los condensadores. El primer condensador ha perdido su capacidad de condensación, y se necesitaría una temperatura inferior para condensar.

15 Ejemplo 3

20 En la tercera simulación no se ha eliminado el condensado ligero. La cantidad del primer condensado eliminado se aumentó a 800 kg/h para disminuir la concentración de agua en el producto. Esto dio un producto con una concentración de agua tan alta como 110 ppm. No obstante, la acumulación de agua se produjo y el trabajo del condensador secundario era 779 kW. La producción de fenol se redujo, en este caso, a 8.917 kg/h.

Tabla 1. Simulación 1: Solo condensado ligero eliminado

	Suministro	Fondo	Producto	Condensado	Condensado ligero	Al vacío
Corriente ref. a la figura 1	3	6	5	12	15	16
Agua	0,300 %	0,000 %	0,008 %		20,594 %	16,694 %
Fenol	99,550 %	94,627 %	99,992 %		79,369 %	1,634 %
Pesados	0,150 %	5,373 %	0,000 %		0,000 %	0,000 %
Aire	0 %	0 %	0 %		0,037 %	81,673 %
Flujo total kg/h	10.000	279	9.587	0	132	12
Temperatura C	193	166	158		50,0	50,0
Barra de presión	9	0,62	0,50		0,45	0,45
	trabajo	temperatura				
	kW	C				
Evaporador	2.600	166		R/P	1,81	
Condensador	2.730	133		RCL/P	0,028	
Condensador secundario	119	50				

Tabla 2. Simulación 2: Sin condensado ligero eliminado

	Suministro	Fondo	Producto	Condensado	Condensado ligero	Al vacío
Corriente ref. a la figura 1	3	6	5	12	15	16
Agua	0,300 %	0,000 %	0,037 %	18,523 %		18,746 %
Fenol	99,550 %	94,667 %	99,963 %	81,477 %		1,189 %
Pesados	0,150 %	5,333 %	0,000 %	0,000 %		0,000 %
Aire	0 %	0 %	0 %	0 %		80,065 %
Flujo total kg/h	10.000	281	9.587	130	0	12
Temperatura C	193	166	157	82		50
Barra de presión	9	0,62	0,50	0,45		0,45
	trabajo	temperatura				
	kW	C				
Evaporador	2.600	166		R/P	1,13	
Condensador	0	133		RCL/P	0,49	
Condensador secundario	2.851	50				

ES 2 603 578 T3

Tabla 3. Simulación 2: Sin condensado ligero eliminado						
	Suministro	Fondo	Producto	Condensado	Condensado ligero	Al vacío
Corriente ref. a la figura 1	3	6	5	12	15	16
Agua	0,30 %	0,00 %	0,011 %	3,33 %		18,57%
Fenol	99,55 %	94,66 %	99,99 %	96,67 %		1,31 %
Pesados	0,150 %	5,338 %	0,000 %	0,000 %		0,000 %
Aire	0 %	0 %	0 %	0 %		80,12 %
Flujo total kg/h	10.000	281	8.917	800	0	12
Temperatura C	193	166	158	104		50
Barra de presión	9	0,62	0,50	0,45		0,45
	trabajo	temperatura				
	kW	C				
Evaporador	2.600	166		R/P	1,63	
Condensador	2.087	133		RCL/P	0,18	
Condensador secundario	779	50				

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de purificación de una mezcla fenólica, cuyo proceso comprende
 - 5 - como primera etapa, proporcionar un suministro fenólico que contiene fenol, agua y al menos otro componente orgánico o ácido, y
 - como segunda etapa, separar el suministro fenólico por destilación en una fracción de base, una fracción intermedia y una primera corriente del producto de cabeza,
 - 10 - dirigir la primera corriente del producto de cabeza a través de al menos un condensador hacia un tambor de condensado 10, en el que se forman al menos un primer condensado y al menos una primera fracción no condensada,
 - recircular al menos una porción del primer condensado en la destilación;
 - dirigir la primera fracción no condensada hacia un segundo condensador en el que se forman una segunda fracción condensada y una segunda fracción no condensada;
 - 15 - eliminar al menos una porción de la segunda fracción no condensada;
 - recircular al menos una porción de la segunda fracción condensada al tambor de condensado 10,
 - eliminar al menos una porción de dicha primera y/o segunda fracción condensada.
2. El proceso de la reivindicación 1, caracterizado por la separación de la primera corriente del producto de cabeza, que contiene fenol, agua y componentes con un punto de ebullición bajo o azeótropos de agua, en al menos un primer condensado, que contiene principalmente fenol y al menos una primera fracción no condensada, que contiene principalmente fenol, agua, componentes con un punto de ebullición bajo opcionales y no condensables.
3. El proceso de la reivindicación 1 o 2, en el que la fracción intermedia se recupera como la fracción del producto de fenol.
4. El proceso de la reivindicación 1 a 3, caracterizado por la eliminación de la fracción de base que contiene impurezas con un punto de ebullición elevado, tales como cumilfenoles y acetofenona.
5. El proceso de la reivindicación 1 a 4, caracterizado por llevar a cabo la destilación a una presión de 20-300 kPa, preferentemente a una presión inferior a la presión atmosférica, más preferentemente a 40-70 kPa.
6. El proceso de cualquier reivindicación precedente, caracterizado por dirigir la(s) primera(s) fracción(es) no condensada(s) a través de al menos un condensador secundario, en el que la(s) fracción(es) se condensa(n) al menos parcialmente para producir al menos un segundo condensado (condensado ligero), que contiene principalmente fenol, agua y componentes con un punto de ebullición bajo o azeótropos de agua, y una segunda fracción no condensada, y eliminar al menos una porción del segundo condensado.
7. El proceso de cualquier reivindicación precedente, caracterizado por el funcionamiento del(los) condensador(es) secundario(s) a una temperatura por encima del punto de congelación del fenol, es decir, por encima de 41 °C.
8. El proceso de cualquier reivindicación precedente, caracterizado por proporcionar una mezcla fenólica que contiene fenol, agua y dos o más componentes orgánicos adicionales, tales como 2-metilbenzofurano, hidroxiacetona y carbonilos, incluyendo cetonas y ácidos.
9. El proceso de la reivindicación 8, caracterizado por dirigir la mezcla fenólica que contiene fenol, agua y dos o más componentes orgánicos adicionales por un tratamiento con un catalizador para separar una porción de los dos o más componentes orgánicos de la mezcla o para provocar reacciones, formando en consecuencia compuestos de mayor punto de ebullición a partir de los dos o más compuestos orgánicos, con el fin de producir el suministro fenólico que contiene fenol, agua y al menos otro componente orgánico, que se proporciona en la primera etapa de la reivindicación 1.
10. El proceso de cualquier reivindicación precedente, caracterizado por la inyección de agua en el suministro fenólico que contiene fenol, agua y al menos otro componente orgánico.
11. El proceso de cualquier reivindicación precedente, en el que la totalidad del primer condensado se recircula o en el que se elimina al menos una porción del primer condensado y se elimina una porción del segundo condensado.
12. El proceso de cualquier reivindicación precedente, en el que se recircula al menos una porción del segundo condensado.
13. Un aparato de purificación de una mezcla fenólica, que comprende una columna de destilación (1) que contiene una entrada de suministro (3), una entrada de recirculación (4), una salida (5) del producto de fenol, una salida (6) del producto de base y una salida de destilado (7),
 - 65 al menos un condensador parcial (2) conectado a la salida de destilado (7) y al tambor de condensado 10, una entrada de recirculación (4) conectada al tambor de condensado (4) y una salida 12 para eliminar el condensado del

- tambor 10, un segundo condensador parcial (9) dispuesto en serie con el condensador (2), estando provisto dicho condensador (9) de un conducto (14) dispuesta para recircular el material procedente del segundo condensador (9) hacia el tambor 10, y un conducto 15 dispuesto para eliminar el condensado procedente del condensador (9), en el que la columna (1) de destilación de fenol se divide preferentemente en tres zonas, una zona de separado con el fin de concentrar los componentes con un punto de ebullición elevado en la base de la columna (1), una zona intermedia para la separación de los componentes con un punto de ebullición elevado del producto de fenol, y una zona de pasteurización con el fin de separar agua y los posibles componentes hidrocarbonados más ligeros del producto de fenol.
- 5
- 10 14. El aparato de la reivindicación 13, caracterizado por que comprende además un reactor de tratamiento catalítico que comprende un catalizador, preferentemente una resina, conectado a la entrada de suministro (3) de la columna de destilación (1).
- 15 15. El uso del aparato o proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14 para eliminar subproductos e impurezas de una mezcla cualquiera que contiene al menos dos compuestos orgánicos.

Fig. 1

