

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 647 102**

51 Int. Cl.:

**C07C 37/14** (2006.01)

**C07C 39/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.12.2010** **E 13168390 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.09.2017** **EP 2657217**

54 Título: **Procedimiento para producir T-butil fenol a partir de un flujo de refinado C4**

30 Prioridad:

**04.12.2009 US 266828 P**

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

**19.12.2017**

73 Titular/es:

**SI GROUP, INC. (100.0%)  
2750 Balltown Road  
Schenectady, NY 12309, US**

72 Inventor/es:

**D'SOUZA, ROGER, J.;  
SMITH, SCOTT, D. y  
NAGARAJAN, KIRTHIVASAN**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

**ES 2 647 102 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para producir T-butil fenol a partir de un flujo de refinado C<sub>4</sub>

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a procedimientos para producir 2,6-di-terc-butil fenol a partir de un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno.

10 Antecedentes

Durante el refinado del petróleo en bruto, se producen diversos flujos de nafta además del pool de gasolina. Los flujos de nafta, que contienen compuestos valiosos, tales como etileno y propileno seguidamente con frecuencia se introducen en un craqueador de nafta para producir productos tales como polietileno y polipropileno. El craqueador de nafta, a su vez, produce diversos flujos, incluyendo un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobuteno, butadieno, isobutileno y otras moléculas C<sub>4</sub>, muchas de las cuales también resultan muy útiles. Por ejemplo, el butadieno puede polimerizarse y utilizarse en diversos cauchos y el isobutileno resulta útil como materia prima para muchos compuestos industriales, incluyendo los terc-butil-fenoles.

20 Sin embargo, para producir terc-butil-fenoles a partir de isobutileno típicamente se requiere un isobutileno «puro», mientras que el isobutileno del flujo de refinado contiene diversas cantidades de butenos y butanos además de otros alcanos y alquenos de entre C<sub>2</sub> y C<sub>5</sub>. Durante la reacción del flujo de refinado C<sub>4</sub> con fenol, los butenos, particularmente 1-buteno y 2-buteno, reaccionan competitivamente con el fenol, produciendo sec-butil-fenoles no deseables además de los deseables terc-butil-fenoles. La separación de los sec-butil-fenoles de los terc-butil-fenoles es costosa y afecta negativamente al rendimiento de los productos deseados.

Los procedimientos convencionales para producir terc-butil-fenoles a partir de un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno típicamente implica introducir metanol, u otro alcohol, en el flujo de C<sub>4</sub> para reaccionar y crear un intermediario éter alquil-terc-butílico que se descompone adicionalmente para generar isobutileno de alta pureza, que seguidamente puede hacerse reaccionar con fenol para producir los terc-butil-fenoles. La etapa adicional de adición de metanol incrementa significativamente los costes de producción de los terc-butil-fenoles y crea otro producto secundario no deseable. Aparte de los costes adicionales, los productos secundarios adicionales no resultan atractivos desde el punto de vista medioambiental. Se dan a conocer otros diversos métodos de producción de terc-butil-fenoles en la patente US nº 4.166.191, aunque estos procedimientos, al igual que los métodos convencionales, requieren etapas adicionales y materiales caros. Se informa de métodos adicionales en la patente CS nº 276820, en la que se describe un procedimiento para la preparación de un terc-butil-fenol a partir de un fenol e isobutileno o un isobutileno que contiene una fracción C<sub>4</sub> utilizando un catalizador  $\gamma$ -alúmina y composiciones que comprenden uno o más terc-butil-fenoles, y en la patente JP nº 63159333, en la que se dan a conocer procedimientos para la preparación de 2,4-di-terc-butil-fenol a partir de un fenol y un gas buteno que contiene isobutileno utilizando un catalizador de Al(OAr)<sub>3</sub>.

En la técnica se requiere un método de producción de un terc-butil-fenol mediante la reacción selectiva de un fenol con un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno de manera que el isobutileno reacciona con el fenol mientras que ningún, o muy pocos butenos presentes en el flujo de refinado C<sub>4</sub> se hacen reaccionar con el fenol. La presente invención satisface dicha necesidad.

Descripción resumida de la invención

En la presente memoria se da a conocer un procedimiento para producir un terc-butil-fenol, tal como 2,6-di-terc-butil-fenol u orto-terc-butil-fenol, que implica hacer reaccionar un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol o un fenol sustituido en presencia de un metal de grupo IIIb, tal como aluminio, o un óxido de metal de grupo IIIb, tal como óxido de aluminio. La reacción debe llevarse a cabo a una temperatura de reacción comprendida entre aproximadamente 50°C y aproximadamente 150°C, en la que la proporción molar de isobutileno a fenol se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 3:1.

En la presente memoria se da a conocer además un procedimiento para producir orto-terc-butil-fenol, que implica hacer reaccionar un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol en presencia de un catalizador de óxido de aluminio. En dicho procedimiento, la temperatura de reacción se encuentra comprendida entre aproximadamente 150°C y aproximadamente 200°C y la proporción molar de isobutileno a fenol se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 1,5:1.

En la presente memoria se da a conocer además un procedimiento para producir 2,6-di-terc-butil-fenol que implica hacer reaccionar un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con orto-terc-butil-fenol en presencia de aluminio o trisfenóxido de aluminio. En dicho procedimiento, la temperatura de reacción se encuentra comprendida entre aproximadamente 0°C y aproximadamente 30°C, y la proporción molar de isobutileno a orto-terc-butil-fenol se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 2,0:1.

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir 2,6-di-terc-butil-fenol, que implica hacer reaccionar un fenol con un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene: (a) isobutileno y (b) 1-buteno y/o 2-buteno. La reacción se lleva a cabo bajo condiciones de reacción que incluyen una temperatura de reacción comprendida entre 70°C y 130°C que hace reaccionar selectivamente el isobutileno con el fenol, produciendo 2,6-di-terc-butil-fenol, en el que se hace reaccionar menos de 3% en peso del 1-buteno y 2-buteno presente en el flujo de refinado C<sub>4</sub> con el fenol y en el que la proporción molar de isobutileno a fenol se encuentra comprendida entre 1,8:1 y 2,8:1.

La invención se refiere además a un procedimiento para producir 2,6-di-terc-butil-fenol directamente a partir de un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno sin formar un éter alquil-terc-butílico como intermediario. En el procedimiento, el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno se hace reaccionar directamente con un fenol para producir el 2,6-di-terc-butil-fenol. La reacción transcurre sin la etapa intermedia de formación de un éter alquil-terc-butílico.

La invención se refiere además a un procedimiento sin alcoholes para producir 2,6-di-terc-butil-fenol directamente a partir de un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno. El método implica hacer reaccionar directamente el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol, produciendo el 2,6-di-terc-butil-fenol. El procedimiento de reacción evita la etapa intermedia de introducción de un alcohol, tal como metanol o alcohol amílico, en el flujo de refinado C<sub>4</sub>.

Además, se da a conocer una composición que comprende uno o más terc-butil-fenoles que contienen menos de 0,5% en peso de sec-butil-fenoles. La composición se prepara haciendo reaccionar directamente un fenol con un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene: (a) isobutileno y (b) 1-buteno y/o 2-buteno.

#### Descripción detallada

Los terc-butil-fenoles resultan útiles como materias primas para la producción de plastificadores, resinas, especias, inhibidores de polimerización, antioxidantes, reguladores del peso molecular y otros productos químicos diversos. Además, determinados terc-butil-fenoles resultan útiles como compuestos de fragancia o sabor y pueden utilizarse en una amplia diversidad de artículos domésticos, de cuidado personal e industriales, tales como perfumes, limpiadores o detergentes, para proporcionar un olor agradable al artículo.

En la presente memoria se da a conocer un procedimiento para la producción de un terc-butil-fenol, que comprende hacer reaccionar un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol o un fenol sustituido en presencia de un metal del grupo IIIb o un óxido de metal del grupo IIIb a una temperatura de reacción comprendida entre aproximadamente 50°C y aproximadamente 150°C, en el que la proporción molar de isobutileno a fenol se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 3:1. La presente realización incluye, por ejemplo, un procedimiento para la producción de un terc-butil-fenol, que comprende hacer reaccionar un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol o un fenol sustituido en presencia de un metal del grupo IIIb o un óxido de metal del grupo IIIb a una temperatura de reacción comprendida entre aproximadamente 50°C y aproximadamente 150°C, en el que la proporción molar de isobutileno a fenol se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 2,5:1. La presente realización incluye además, por ejemplo, un procedimiento para la producción de un terc-butil-fenol, que comprende hacer reaccionar un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol o un fenol sustituido en presencia de un metal del grupo IIIb o un óxido de metal del grupo IIIb a una temperatura de reacción comprendida entre aproximadamente 50°C y aproximadamente 125°C, en el que la proporción molar de isobutileno a fenol se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 3:1.

El procedimiento para la producción de 2,6-di-terc-butil-fenol es parte de la invención. Sin embargo, otros terc-butil-fenoles, tales como 2,4,6-tri-terc-butil-fenol u orto-terc-butil-fenol, también son productos útiles. Además, pueden prepararse otros terc-butil-fenoles que no son producidos directamente a partir de la reacción inicial, mediante la trans-alquilación de 2,6-di-terc-butil-fenol u orto-terc-butil-fenol por medios conocidos de la técnica. Ver, por ejemplo, la patente US nº 5.399.786, que da a conocer diversas reacciones de transalquilación. El 2,6-di-terc-butil-fenol y/o el orto-terc-butil-fenol, por ejemplo, puede trans-alquilarse bajo condiciones bien conocidas para formar compuestos, tales como para-terc-butil-fenol, 2,4-di-terc-butil-fenol u otros butil-fenoles conocidos de la técnica.

La reacción de un fenol o fenol sustituido con el isobutileno en el flujo de refinado C<sub>4</sub> produce el terc-butil-fenol, una reacción bien conocida de la técnica. Preferentemente, por lo menos aproximadamente 80% del fenol o fenol sustituido disponible reacciona con el isobutileno durante la formación del terc-butil-fenol deseado. Aunque el fenol es el reactivo utilizado en el procedimiento según la invención, pueden utilizarse otros diversos fenoles sustituidos para producir otros terc-butil-fenoles deseados, con la condición de que el sustituyente en el fenol sustituido no interfiera de otro modo con la reacción favorecida.

Se requiere la presencia de una cantidad suficiente de isobutileno en el flujo de refinado C<sub>4</sub> para reaccionar con el fenol o fenol sustituido. Un flujo típico de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno contiene entre 35% y 95% de isobutileno. Por ejemplo, los flujos de refinado C<sub>4</sub> pueden contener por lo menos 75% de isobutileno. Generalmente, a mayor porcentaje de isobutileno en el flujo de refinado C<sub>4</sub>, más preferible, aunque cantidades más bajas de isobutileno, incluso inferiores a 35%, resultan aceptables y suficientes para llevar a cabo la reacción.

Las condiciones de reacción, específicamente la temperatura de reacción y la proporción molar de isobutileno a fenol (o fenol sustituido) permite la reacción selectiva de isobutileno y fenol para producir un terc-butil-fenol que se encuentre sustancialmente libre de impurezas y la producción a rendimiento elevado. En la presente memoria se dan a conocer temperaturas de reacción comprendidas entre aproximadamente 50°C y aproximadamente 150°C.

Las temperaturas de reacción según la invención se encuentran comprendidas entre 70°C y 130°C, entre 70°C y 125°C, o entre 90°C y 121°C. Pueden utilizarse rampas controladas de incremento o reducción de la temperatura de reacción, ya que proporcionan un buen equilibrio de la termodinámica y cinética de la reacción, consiguiendo un nivel elevado de selectividad y conversión en un tiempo de reacción relativamente corto. También pueden utilizarse reacciones isotérmicas a temperaturas de reacción más altas, aunque típicamente proporcionan una selectividad más pobre. De manera similar, pueden utilizarse reacciones isotérmicas llevadas a cabo a temperaturas de reacción más bajas, aunque requieren tiempos de reacción significativamente más prolongados. Las presiones típicamente se encuentran comprendidas entre  $1,01325 \cdot 10^5$  Pa y  $35,48703 \cdot 10^5$  Pa (0 a 500 psig). La reacción puede llevarse a cabo en modo por lotes, en modo continuo, en un reactor de tanque agitado, en un reactor de tanque agitado continuo, en un reactor de lecho fijo, en un reactor de lecho fluido o mediante otros medios conocidos de la técnica.

Dependiendo del terc-butil-fenol deseado, puede modificarse la proporción molar de isobutileno a fenol. En el caso de que el producto deseado (dado a conocer en la presente memoria) sea orto-terc-butil-fenol, la proporción de isobutileno a fenol típicamente se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 1,5:1; en el caso de que el producto deseado (según la invención) sea 2,6-di-terc-butil-fenol, la proporción de isobutileno a fenol típicamente se encuentra comprendida entre 1,8:1 y 2,8:1, y en el caso de que el producto deseado (dado a conocer en la presente memoria) sea un coproducto de orto-terc-butil-fenol y 2,6-di-terc-butil-fenol, la proporción de isobutileno a fenol típicamente se encuentra comprendida entre aproximadamente 1,3:1 y aproximadamente 1,8:1. Sin embargo, pueden utilizarse otros diversos intervalos molares para cada producto deseado; puede utilizarse el intervalo molar 0,5:1 a 3:1, por ejemplo 0,5:1 a 2,5:1.

Puede utilizarse cualquier metal de grupo IIIb u óxido de metal del grupo IIIb como catalizador en la reacción. Un metal de grupo IIIb adecuado es el aluminio y un óxido de metal del grupo IIIb adecuado es un óxido de aluminio. El metal de grupo IIIb y el óxido de metal de grupo IIIb pueden utilizarse por separado o conjuntamente. Puede utilizarse gamma-alúmina como catalizador de óxido de aluminio. La gamma-alúmina puede encontrarse en forma de unos polvos, un extruido u otra forma sólida. Según la invención, el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno se hace reaccionar con el fenol en presencia de un metal del grupo IIIb, preferentemente en presencia de aluminio.

El flujo de refinado C<sub>4</sub> también puede contener impurezas, tales como isobutano, n-butano, 1-buteno y 2-buteno. De hecho, los flujos de refinado C<sub>4</sub> más naturales producidos a partir de flujos de nafta contienen impurezas de hidrocarburos comprendidas entre C<sub>1</sub> y C<sub>5</sub>. Los butenos reaccionan con fenol para formar sec-butil-fenoles no deseables, entre otros productos. Aunque las impurezas en el flujo de refinado C<sub>4</sub> no resultan deseables, los ahorros de costes de poder reaccionar un fenol directamente con un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene impurezas, sin necesidad de llevar a cabo una etapa adicional de eliminación de las impurezas y de formación de un isobutileno «puro» o la introducción de otra etapa para formar un intermediario, pueden ser significativos.

Puede obtenerse isobutileno puro, o sustancialmente puro, a partir de flujo de refinado C<sub>4</sub>, aunque es un procedimiento caro. El enfoque más común, en sistemas convencionales, es introducir un alcohol, tal como metanol o alcohol amílico, en el flujo de refinado C<sub>4</sub> para formar éteres alquil-terc-butilílicos como productos intermediarios. Los éteres alquil-terc-butilílicos, por ejemplo el éter metil-terc-butilílico o el éter metil-terc-amílico, seguidamente pueden hacerse reaccionar para formar los mono-alkil-fenoles o di-alkil-fenoles deseados. Sin embargo, dicho procedimiento también añade etapas adicionales, gastos adicionales y crea diversos productos secundarios no deseados.

Dichas etapas adicionales pueden ser evitadas. De acuerdo con lo anterior, en la presente memoria se da a conocer un procedimiento sin alcoholes para la producción de un terc-butil-fenol directamente a partir de un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno, comprendiendo el método hacer reaccionar directamente el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol a fin de producir el terc-butil-fenol, en el que el procedimiento de reacción evita una etapa intermedia de introducción de un alcohol en el flujo de refinado C<sub>4</sub>. En la presente memoria se da a conocer además un procedimiento para la producción de un terc-butil-fenol directamente a partir de un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno sin formar un éter alquil-terc-butilílico como intermediario, comprendiendo el método hacer reaccionar directamente el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol a fin de producir el terc-butil-fenol, en el que la reacción transcurre sin una etapa intermedia de formación de un éter alquil-terc-butilílico.

Al formar los terc-butil-fenoles, resulta deseable que el fenol o fenol sustituido reaccione con el isobutileno pero no reaccione con los butenos. Las condiciones de reacción indicadas anteriormente permiten este tipo de reacción selectiva. De esta manera, la reacción puede transcurrir de manera que menos de 3% del 1-buteno y 2-buteno presentes en el flujo de refinado C<sub>4</sub> reaccione con el fenol o fenol sustituido. En otras realizaciones, menos de 2% del 1-buteno y 2-buteno reacciona con el fenol o fenol sustituido, o menos de 1% del 1-buteno y 2-buteno reaccionan con el fenol o fenol sustituido.

A este respecto, en la presente memoria se da a conocer un procedimiento para la producción de un terc-butil-fenol, que comprende hacer reaccionar un fenol con un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene: (a) isobutileno y (b) 1-buteno y/o 2-buteno bajo condiciones de reacción que hacen reaccionar selectivamente el isobutileno con el fenol a fin de producir el terc-butil-fenol sin hacer reaccionar sustancialmente el 1-buteno o 2-buteno con el fenol.

El orto-terc-butil-fenol es uno de los terc-butil-fenoles deseados que se producen mediante las condiciones de reacción anteriormente indicadas. En la presente memoria se da a conocer un procedimiento para la producción de orto-terc-butil-fenol, que comprende hacer reaccionar un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol en presencia de un catalizador de óxido de aluminio. Al producir orto-terc-butil-fenol, la temperatura de reacción preferentemente se encuentra comprendida entre aproximadamente 150°C y aproximadamente 200°C, tal como entre aproximadamente 160°C y aproximadamente 180°C, y la proporción molar de isobutileno a fenol preferentemente se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 1,5:1, tal como entre aproximadamente 0,9:1 y aproximadamente 1,1:1. El catalizador de óxido de aluminio puede ser una gamma-alúmina que se encuentra en una forma sólida, tal como unos polvos o un extruido.

Puede producirse 2,6-di-terc-butil-fenol mediante las condiciones de reacción anteriormente indicadas. En la presente memoria se da a conocer un procedimiento para producir 2,6-di-terc-butil-fenol que comprende hacer reaccionar un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con orto-terc-butil-fenol en presencia de aluminio o trisfenóxido de aluminio. Durante la producción de 2,6-di-terc-butil-fenol, las temperaturas de reacción preferentemente se encuentran comprendidas entre aproximadamente 0°C y aproximadamente 30°C, por ejemplo entre aproximadamente 10°C y aproximadamente 20°C, y la proporción molar de isobutileno a orto-terc-butil-fenol preferentemente se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 2,0:1, tal como entre aproximadamente 0,8:1 y aproximadamente 1,2:1. La reacción típicamente tiene lugar bajo una presión comprendida entre 1,01325\*10<sup>5</sup> Pa y 4,46062 \*10<sup>5</sup> Pa (0 a 50 psig).

El trisfenóxido de aluminio puede añadirse directamente a la reacción o puede formarse durante la reacción. Por ejemplo, el trisfenóxido de aluminio puede formarse mediante la reacción de un trialquil-aluminio con orto-terc-butil-fenol o mediante la reacción de metal aluminio con orto-t-butil-fenol, que típicamente es el medio más económico de formar trisfenóxido de aluminio.

Además se da a conocer una composición en la presente memoria, que comprende uno o más terc-butil-fenoles que contienen menos de 0,5% en peso de sec-butil-fenoles, en el que la composición se prepara haciendo reaccionar directamente un fenol con un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene: (a) isobutileno y (b) 1-buteno y/o 2-buteno. Los sec-butil-fenoles son el producto no deseable que se forma al reaccionar los butenos en el flujo de refinado C<sub>4</sub> con fenol.

La limitación de la cantidad de sec-butil-fenoles es una manera de permitir que los terc-butil-fenoles deseados sean sustancialmente puros, requiriendo menos o ninguna etapa de purificación. Pueden purificarse de manera económica terc-butil-fenoles de alta pureza mediante destilación o cristalización en estado fundido. Sin embargo, en el caso de que se encuentren presentes cantidades superiores de contaminantes sec-butil-fenol con los terc-butil-fenoles, se vuelve difícil la purificación de los terc-butil-fenoles deseados, aunque se utilicen caros procedimientos como la cristalización en solvente. De esta manera, la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,5% en peso de sec-butil-fenoles; por ejemplo, menos de 0,1% en peso de sec-butil-fenoles, o menos de 0,05% en peso de sec-butil-fenoles.

Los ejemplos a continuación pretenden ser ilustrativos de la invención. Dichos ejemplos no deberían utilizarse como limitativos del alcance de la invención, que se define mediante las reivindicaciones.

## Ejemplos

### Ejemplo 1

Se cargaron en un autoclave 112,3 g de fenol que había sido presecado seguido de la disolución de 0,3% de Al. Se cargó un flujo de refinado-3 en el reactor a una temperatura de 118°C a una tasa de 3 g/minuto durante 60 minutos. El contenido de isobutileno del flujo de refinado-3 era de 87%, con 12% de isobutano y 0,5% de n-butano. El contenido de buteno en el flujo de refinado-3 era de 0,3%. Se redujo la temperatura a 70°C a razón de 1°C/minuto tras 3 horas. Se mantuvo la temperatura a 70°C durante el resto de la reacción. El tiempo total de la reacción fue de 5 horas. El rendimiento de 2,6-di-terc-butil-fenol («2,6-DTBP») en el producto en bruto al final de las 5 horas era de 76%. El producto en bruto final presentaba un rendimiento de 2,6-DTBP de 76%. La proporción molar de isobutileno a fenol en el presente experimento fue de 2,06:1.

### Ejemplo 2

Un flujo de refinado sintético preparado mediante la mezcla de isobutileno puro e isobutano puro fue utilizado para los experimentos a continuación. En el presente ejemplo, se llevó a cabo un experimento similar al Ejemplo 1, excepto en que se utilizó un flujo de refinado sintético que contenía 90% de isobutileno y 10% de isobutano. Se fijó la temperatura de reacción a 118°C durante 2,5 horas y después se redujo a 70°C. El rendimiento de 2,6-DTBP del

producto en bruto al final de las 5 horas fue de 77%. La proporción molar de isobutileno a fenol en el presente experimento fue de 2,23:1.

### Ejemplo 3

El presente ejemplo se llevó a cabo de acuerdo con el Ejemplo 2 aunque utilizando un flujo de refinado sintético que contenía 85% de isobutileno y 15% de isobuteno. Lo anterior proporcionó un rendimiento de 2,6-DTBP de 77% al final de las 5 horas. La proporción molar de isobutileno a fenol en el presente experimento fue de 2,11:1.

### Ejemplo 4

El presente ejemplo se llevó a cabo de acuerdo con el Ejemplo 2, aunque la utilización de un flujo de refinado sintético que contenía 80% de isobutileno y 20% de isobutano proporcionó un rendimiento de 2,6-DTBP de 76% al final de las 5 horas. La proporción molar de isobutileno a fenol en el presente experimento fue de 2,02.

### Ejemplo 5

Se hicieron reaccionar 129 gramos de fenol seco con un flujo de refinado sintético que contenía 78,5% de isobutileno, 1,1% de 1-buteno y 20,4% de isobutano, aunque utilizando el catalizador de 0,3% de Al. La temperatura de reacción inicial era de 90°C. Se cargó el refinado sintético en el reactor a una tasa de 4 g/minuto durante los primeros treinta y dos minutos. Se incrementó la temperatura a 121°C a una tasa de 1,1°C/minuto tras 20 minutos de adición de refinado. Se mantuvo la temperatura constante a 121°C durante 65 minutos antes de enfriar la reacción a 90°C a una tasa de 1°C/minuto. A continuación, se añadió el refinado que contenía isobutileno al inicio del periodo de enfriamiento a la tasa de 4 g/minuto durante 20 minutos. Se mantuvo la temperatura a 90°C durante el resto de la reacción. El tiempo total de la reacción fue de 5 horas. La proporción molar de isobutileno a fenol en el presente ejemplo fue de 2,25:1. El producto en bruto final presentaba un rendimiento de 2,6-DTBP de 83,2%. La cantidad de 2-sec-6-terc-butilfenol era de 0,03%, representando la reacción de 0,94% de 1-buteno en el refinado inicial.

### Ejemplo 6 (ejemplo comparativo)

Se añadió un flujo de refinado sintético que contenía 79% de isobutileno, 1% de 1-buteno y 20% de isobutano a 127 g de fenol preseco que presentaba Al disuelto al 0,3%. Se mantuvo la temperatura de reacción a 130°C durante la duración completa de la reacción. Se añadió el refinado a la tasa de 4 g/minuto durante 35 minutos. Se mantuvo la reacción a 130°C durante 40 minutos, seguido de una etapa de venteo para aliviar la presión y el refinado no reaccionado. Se añadió más refinado durante 35 minutos adicionales a una tasa de 4 g/minuto. La proporción molar de isobutileno a fenol respecto a la cantidad de isobutileno añadida al reactor era de 2,83:1. El rendimiento de 2,6-DTBP en el producto en bruto al final de las 5 horas era de 58,36%. La cantidad de 2-sec-6-terc-butilfenol era de 0,07%, representando la reacción de 3,9% de 1-buteno en el refinado inicial.

### Ejemplo 7 (ejemplo comparativo)

El presente ejemplo se llevó a cabo de acuerdo con el Ejemplo 6, excepto tal como se indica posteriormente. La temperatura se varió de 130°C a 150°C. Se utilizaron 101 g de fenol en lugar de 127 g para ajustarse a la presión más elevada que se generaría debido a la temperatura más elevada. Se añadió el refinado a la tasa de 3 g/minuto durante 45 minutos. Tras mantener la reacción durante media hora a 150°C y ventear el reactor una vez, se añadió refinado adicional durante 20 minutos a la tasa de 3 g/minuto. La proporción molar final de isobutileno a fenol basada en la cantidad de isobutileno añadida al reactor era de 2,6:1. El rendimiento de 2,6-DTBP en el producto en bruto al final de las 5 horas era de 61%. La cantidad de 2-sec-6-terc-butilfenol era de 0,06%, representando la reacción de 3,9% de 1-buteno en el refinado inicial.

### Ejemplo 8 (ejemplo comparativo)

El presente ejemplo se llevó a cabo de acuerdo con el Ejemplo 7, excepto en que se varió la temperatura de 150°C a 170°C. El rendimiento de 2,6-DTBP en el producto en bruto al final de las 5 horas fue de 27%. La cantidad de 2-sec-6-terc-butilfenol era de 0,20%, representando la reacción de 19,6% de 1-buteno en el refinado inicial.

### Ejemplo 9 (ejemplo comparativo)

Se cargaron 150 g de OTBP que había sido presecado, seguido de la disolución de 5,6 g de trietil-aluminio, en un reactor de presión de vidrio con camisa que se encontraba conectado a un baño de enfriamiento. Se fijó la temperatura del baño a 20°C. Se cargó refinado sintético que contenía 79% de isobutileno, 19,5% de isobuteno y 1,5% de 1-buteno a razón de 1 g/minuto durante 70 minutos. La temperatura durante la adición de isobutileno (durante la primera hora de la reacción) era de 35°C debido a la exoterma asociada a la reacción. La temperatura de reacción después de la primera hora y hasta el final de la reacción fue de 20°C. El rendimiento de 2,6-DTBP en el producto en bruto al final de las 4 horas era de 89%. La proporción molar de isobutileno a OTBP era de 1:1. La presión máxima alcanzada durante la reacción fue de  $2,73693 \times 10^5$  Pa (25 psig).

Ejemplo 10 (ejemplo comparativo)

El presente ejemplo se llevó a cabo de acuerdo con el Ejemplo 9, excepto en que el refinado se cargó a la tasa de 0,33 g/minuto y la temperatura de reacción se mantuvo a 10°C. El rendimiento de 2,6-DTBP en el producto en bruto al final de las 4 horas fue de 93%. La presión máxima alcanzada durante la reacción fue de  $2,04746 \cdot 10^5$  Pa (15 psig).

Ejemplo 11 (ejemplo comparativo)

El presente ejemplo se llevó a cabo de acuerdo con el Ejemplo 10, excepto en que se varió la temperatura del reactor a 5°C. El rendimiento de 2,6-DTBP en el producto en bruto al final de las 4 horas fue de 80%. La presión máxima alcanzada durante la reacción fue de  $1,84062 \cdot 10^5$  Pa (12 psig).

Ejemplo 12 (ejemplo comparativo)

Se cargaron en un autoclave 105 g de fenol y 5,3 g de catalizador de óxido de aluminio que se calcinó en aire a una temperatura de 450°C y se calentaron a 150°C. A continuación, se cargó un flujo de refinado que contenía 80% de isobutileno, 18,7% de isobutano y 1,4% de 1-buteno durante un periodo de 3,5 horas. La cantidad de refinado cargado fue de 75 g, con una proporción molar de isobutileno a fenol de 0,95:1. El rendimiento de OTBP al final de las 7 horas fue de 49%. La cantidad de 1-buteno en el alimentado que se hizo reaccionar para formar 2-sec-butilfenol era de 1,3%.

Ejemplo 13 (ejemplo comparativo)

Se cargaron en un autoclave 105 g de fenol y 5,0 g de catalizador de óxido de aluminio en aire a una temperatura de 450°C y se calentaron a 220°C. A continuación, se cargó durante un periodo de 3 horas un flujo de refinado que contenía 82,4% de isobutileno, 1,3% de 1-buteno y 16,3% de isobutano. La cantidad de refinado cargado fue de 70 g, con una proporción molar de isobutileno a fenol de 1,13:1. El rendimiento de OTBP al final de las 6 horas fue de 50,41%, que había bajado desde 52% al final del punto de las 5 horas. La cantidad de 1-buteno en el alimentado que había reaccionado formando 2-sec-butilfenol y 2-sec-butil-4-terc-butilfenol era de 44,5%. La cantidad de las dos impurezas de sec-butil-fenol (2-sec-butilfenol y 2-sec-butil-4-terc-butilfenol) era de 0,44 por ciento de área y 0,15%, respectivamente.

Ejemplo 14

Se trans-alquilieron con fenol 106 gramos de 2,6-di-terc-butilfenol en bruto que contenía 75,4% de 2,6-di-terc-butilfenol y 0,43% de 2-sec-6-terc-di-butilfenol, utilizando 5 gramos de resina de intercambio iónico Dowex® 2030 (DR-2030, una perla plástica estirénica funcionalizada con grupos de ácido sulfónico) a 75°C durante 5 horas, produciendo 75,4% de 2,4-di-terc-butilfenol que contenía 0,3% de 2-sec-4-terc-di-butilfenol y cantidades no medibles de 2-sec-6-terc-di-butilfenol.

El presente ejemplo ilustra la utilización de un 2,6-di-terc-butilfenol en bruto preparado a partir de un refinado, en una reacción de trans-alkilación para producir 2,4-di-terc-butilfenol. Puede prepararse adicionalmente 2,4-di-terc-butilfenol de alta pureza mediante destilación fraccionada mediante procedimientos conocidos por el experto en la materia.

Ejemplo 15 (comparativo)

Se utilizó un refinado sintético que contenía 78,3% de isobutileno, 21% de isobutano y 0,54% de 1-buteno para la butilación de fenol utilizando DR-2030 como el catalizador. Se fijó la temperatura de la reacción a 80°C. Se añadieron 204 g del refinado sintético durante un periodo de 3 horas. Se monitorizó el progreso de la reacción mediante el análisis de muestras periódicas mediante CG. Al final de las 5 horas, el porcentaje de porcentaje de área de 2,4-DTBP fue de 73,8%. La cantidad de 2-sec-butil-4-terc-butilfenol era de 0,49% y la cantidad de 2-terc-butil-4-sec-butilfenol era de 0,03%. La cantidad de 1-buteno en el alimentado que se hizo reaccionar para formar 2s4t y 2t4s era de 30%.

Se dan a conocer además los aspectos siguientes en la presente memoria:

Realización 1: un procedimiento para la producción de un terc-butil-fenol, que comprende hacer reaccionar un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol o un fenol sustituido en presencia de un metal del grupo IIIb o un óxido de metal del grupo IIIb a una temperatura de reacción comprendida entre aproximadamente 50°C y aproximadamente 150°C, en el que la proporción molar de isobutileno a fenol se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 2,5:1.

Realización 2: un procedimiento para la producción de un terc-butil-fenol, que comprende hacer reaccionar un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol o un fenol sustituido en presencia de un metal del grupo IIIb o un óxido de metal del grupo IIIb a una temperatura de reacción comprendida entre aproximadamente

## ES 2 647 102 T3

50°C y aproximadamente 125°C, en el que la proporción molar de isobutileno a fenol se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 3:1.

5 Realización 3: el procedimiento de la realización 1 o 2, en el que el terc-butil-fenol es un 2,6-di-terc-butil-fenol, orto-terc-butil-fenol o combinación de los mismos.

10 Realización 4: el procedimiento de la realización 3, que comprende además la etapa de trans-alquilar el 2,6-di-terc-butil-fenol y/o orto-terc-butil-fenol para formar un compuesto seleccionado de entre el grupo que consiste en para-terc-butil-fenol, 2,4-di-terc-butil-fenol y una combinación de los mismos.

Realización 5: el procedimiento de la realización 1 o 2, en el que las temperaturas de reacción se encuentran comprendidas entre aproximadamente 70°C y aproximadamente 125°C.

15 Realización 6: el procedimiento de la realización 5, en el que las temperaturas de reacción se encuentran comprendidas entre 90°C y 121°C.

Realización 7: el procedimiento de la realización 1 o 2, en el que la reacción tiene lugar bajo una presión comprendida entre  $1,01325 \cdot 10^5$  Pa y  $35,48703 \cdot 10^5$  Pa (0 a 500 psig).

20 Realización 8: el procedimiento de la realización 1 o 2, en el que el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno contiene 35% a 95% de isobutileno.

25 Realización 9: el procedimiento de la realización 1 o 2, en el que el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno contiene por lo menos 75% de isobutileno.

Realización 10: el procedimiento de la realización 1 o 2, en el que el metal de grupo IIIb es aluminio y el óxido de metal de grupo IIIb es un óxido de aluminio.

30 Realización 11: el procedimiento de la realización 10, en el que el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno contiene 1-buteno y 2-buteno y en el que menos de 3% del 1-buteno y 2-buteno presentes en el flujo de refinado C<sub>4</sub> reacciona con el fenol o el fenol sustituido.

35 Realización 12: el procedimiento de la realización 11, en el que menos de 1% del 1-buteno y 2-buteno presentes en el flujo de refinado C<sub>4</sub> reacciona con el fenol o el fenol sustituido.

Realización 13: el procedimiento de la realización 1 o 2, en el que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,5% en peso de sec-butil-fenoles.

40 Realización 14: el procedimiento de la realización 13, en el que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,1 % en peso de sec-butil-fenoles.

Realización 15: el procedimiento de la realización 14, en el que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,05% en peso de sec-butil-fenoles.

45 Realización 16: el procedimiento de la realización 1 o 2, en el que la reacción se lleva a cabo en un modo por lotes, modo continuo, reactor de tanque agitado, reactor de tanque agitado continuo, reactor de lecho fijo o reactor de lecho fluido.

50 Realización 17: un procedimiento para producir orto-terc-butil-fenol, que comprende hacer reaccionar un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol en presencia de un catalizador de óxido de aluminio a una temperatura de reacción comprendida entre aproximadamente 150°C y aproximadamente 200°C, en el que la proporción molar de isobutileno a fenol se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 1,5:1.

55 Realización 18: el procedimiento de la realización 17, en el que las temperaturas de reacción se encuentran comprendidas entre aproximadamente 160°C y aproximadamente 180°C.

60 Realización 19: el procedimiento de la realización 17, en el que la reacción tiene lugar bajo una presión comprendida entre  $1,01325 \cdot 10^5$  Pa y  $35,48703 \cdot 10^5$  Pa (0 a 500 psig).

Realización 20: el procedimiento de la realización 17, en el que la proporción molar de isobutileno a fenol se encuentra comprendida entre 0,9:1 y 1,1:1.

65 Realización 21: el procedimiento de la realización 17, en el que el catalizador de óxido de aluminio es gamma-alúmina en una forma sólida.



## ES 2 647 102 T3

- Realización 22: el procedimiento de la realización 21, en el que la forma sólida es unos polvos o un extruido.
- Realización 23: el procedimiento de la realización 17, en el que el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno comprende 1-buteno y 2-buteno, y en el que menos de 3% del 1-buteno y 2-buteno presente en el flujo de refinado C<sub>4</sub> reacciona con el fenol o el fenol sustituido.
- Realización 24: el procedimiento de la realización 23, en el que menos de 1% del 1-buteno y 2-buteno presentes en el flujo de refinado C<sub>4</sub> reacciona con el fenol o el fenol sustituido.
- Realización 25: el procedimiento de la realización 17, en el que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,5% en peso de sec-butil-fenoles.
- Realización 26: el procedimiento de la realización 25, en el que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,1 % en peso de sec-butil-fenoles.
- Realización 27: el procedimiento de la realización 26, en el que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,05% en peso de sec-butil-fenoles.
- Realización 28: un procedimiento para producir 2,6-di-terc-butil-fenol, que comprende hacer reaccionar un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con orto-terc-butil-fenol en presencia de aluminio o trisfenóxido de aluminio a una temperatura de reacción comprendida entre aproximadamente 0°C y aproximadamente 30°C y a una proporción molar de isobutileno a orto-terc-butil-fenol comprendida entre aproximadamente 0,5:1 y aproximadamente 1,5:1.
- Realización 29: el procedimiento de la realización 28, en el que la proporción molar de isobutileno a orto-terc-butil-fenol se encuentra comprendida entre aproximadamente 0,8:1 y aproximadamente 1,2:1.
- Realización 30: el procedimiento de la realización 28, en el que las temperaturas de reacción se encuentran comprendidas entre aproximadamente 10°C y aproximadamente 20°C.
- Realización 31: el procedimiento de la realización 28, en el que la reacción tiene lugar bajo una presión comprendida entre  $1,01325 \cdot 10^5$  Pa y  $4,46062 \cdot 10^5$  Pa (0 a 50 psig).
- Realización 32: el procedimiento de la realización 28, en el que el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno comprende 1-buteno y 2-buteno, y en el que menos de 3% del 1-buteno y 2-buteno presente en el flujo de refinado C<sub>4</sub> reacciona con el orto-terc-butil-fenol.
- Realización 33: el procedimiento de la realización 32, en el que menos de 1% del 1-buteno y 2-buteno presentes en el flujo de refinado C<sub>4</sub> reacciona con el orto-terc-butil-fenol.
- Realización 34: el procedimiento de la realización 28, en el que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,5% en peso de sec-butil-fenoles.
- Realización 35: el procedimiento de la realización 34, en el que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,1 % en peso de sec-butil-fenoles.
- Realización 36: el procedimiento de la realización 35, en el que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,05% en peso de sec-butil-fenoles.
- Realización 37: el procedimiento de la realización 28, en el que el trisfenóxido de aluminio se forma mediante la reacción de un trialquil-aluminio con orto-terc-butil-fenol.
- Realización 38: el procedimiento de la realización 28, que comprende además la etapa de trans-alquilar el 2,6-di-terc-butil-fenol para formar un compuesto seleccionado de entre el grupo que consiste en para-terc-butil-fenol, 2,4-di-terc-butil-fenol y una combinación de los mismos.
- Realización 39: un procedimiento para la producción de un terc-butil-fenol, que comprende hacer reaccionar un fenol con un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene: (a) isobutileno y (b) 1-buteno y/o 2-buteno bajo condiciones de reacción que hacen reaccionar selectivamente el isobutileno con el fenol a fin de producir el terc-butil-fenol sin hacer reaccionar sustancialmente el 1-buteno o 2-buteno con el fenol.
- Realización 40: el procedimiento de la realización 39, en el que el terc-butil-fenol es un 2,6-di-terc-butil-fenol, orto-terc-butil-fenol o una combinación de los mismos.
- Realización 41: el procedimiento de la realización 39, en el que menos de 2% del 1-buteno y 2-buteno presente en el flujo de refinado C<sub>4</sub> se hace reaccionar con el fenol.

## ES 2 647 102 T3

- Realización 42: el procedimiento de la realización 41, en el que menos de 1 % del 1-buteno y 2-buteno presente en el flujo de refinado C<sub>4</sub> se hace reaccionar con el fenol.
- 5 Realización 43: el procedimiento de la realización 39, en el que por lo menos aproximadamente 80% del fenol disponible reacciona con el isobutileno.
- Realización 44: el procedimiento de la realización 39, en el que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,5% en peso de sec-butil-fenoles.
- 10 Realización 45: el procedimiento de la realización 44, en el que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,1 % en peso de sec-butil-fenoles.
- Realización 46: el procedimiento de la realización 45, en el que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,05% en peso de sec-butil-fenoles.
- 15 Realización 47: un procedimiento para la producción de un terc-butil-fenol directamente a partir de un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno sin formar un éter alquil-terc-butílico como intermediario, comprendiendo el método hacer reaccionar directamente el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol a fin de producir el terc-butil-fenol, en el que la reacción transcurre sin una etapa intermedia de formación de un éter alquil-terc-butílico.
- 20 Realización 48: el procedimiento de la realización 47, en el que el terc-butil-fenol es un 2,6-di-terc-butil-fenol, orto-terc-butil-fenol o una combinación de los mismos.
- Realización 49: el procedimiento de la realización 47, en el que el éter alquil-terc-butílico es éter metil-terc-butílico o éter metil-terc-amílico.
- 25 Realización 50: un procedimiento sin alcoholes para la producción de un terc-butil-fenol directamente a partir de un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno, comprendiendo el método hacer reaccionar directamente el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno con un fenol a fin de producir el terc-butil-fenol, en el que el procedimiento de reacción evita una etapa intermedia de introducción de un alcohol en el flujo de refinado C<sub>4</sub>.
- 30 Realización 51: el procedimiento de la realización 50, en el que el terc-butil-fenol es un 2,6-di-terc-butil-fenol, orto-terc-butil-fenol o una combinación de los mismos.
- 35 Realización 52: El procedimiento de la realización 50, en el que el alcohol es metanol o alcohol amílico.
- Realización 53: una composición que comprende uno o más terc-butil-fenoles que contienen menos de 0,05% en peso de sec-butil-fenoles, en el que la composición se prepara haciendo reaccionar directamente un fenol con un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene: (a) isobutileno y (b) 1-buteno y/o 2-buteno.
- 40 Realización 54: la composición de la realización 53, en la que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,1% en peso de sec-butil-fenoles.
- 45 Realización 55: la composición de la realización 54, en la que la composición de terc-butil-fenol contiene menos de 0,05% en peso de sec-butil-fenoles.

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la producción de 2,6-di-terc-butil-fenol, que comprende hacer reaccionar un fenol con un flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene: (a) isobutileno y (b) 1-buteno y/o 2-buteno bajo condiciones de reacción que incluyen una temperatura de reacción comprendida entre 70°C y 130°C, que reaccionan selectivamente el isobutileno con el fenol, produciendo 2,6-di-terc-butil-fenol, en el que menos de 3% en peso del 1-buteno y del 2-buteno presentes en el flujo de refinado C<sub>4</sub> se hace reaccionar con el fenol y en el que la proporción molar de isobutileno a fenol se encuentra comprendida entre 1,8:1 y 2,8:1.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que menos de 1% en peso del 1-buteno y 2-buteno presentes en el flujo de refinado C<sub>4</sub> se hace reaccionar con el fenol.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que por lo menos 80% en peso del fenol disponible reacciona con el isobutileno.
- 15 4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el procedimiento produce menos de 0,1% en peso de sec-butil-fenoles.
- 20 5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno se hace reaccionar directamente con un fenol, transcurriendo la reacción sin una etapa intermedia de formación de un éter alquil-terc-butílico.
- 25 6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que el éter alquil-terc-butílico es éter metil-terc-butílico o éter metil-terc-amílico.
- 30 7. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno se hace reaccionar directamente con un fenol, transcurriendo la reacción sin una etapa intermedia de introducción de un alcohol en el flujo de refinado C<sub>4</sub>.
- 35 8. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que el alcohol es metanol o alcohol amílico.
9. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno contiene por lo menos 75% de isobutileno.
- 40 10. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el flujo de refinado C<sub>4</sub> que contiene isobutileno se hace reaccionar con el fenol en presencia de un metal de grupo IIIb.
11. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que el metal de grupo IIIb es el aluminio.
- 45 12. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además la etapa de trans-alquilar el 2,6-di-terc-butil-fenol para formar un compuesto seleccionado de entre el grupo que consiste en para-terc-butil-fenol, 2,4-di-terc-butil-fenol y una combinación de los mismos.
13. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la reacción se lleva a cabo en un modo por lotes, en modo continuo, en un reactor de tanque agitado, en un reactor de tanque agitado continuo, en un reactor de lecho fijo o en un reactor de lecho fluido.