

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 673 210**

51 Int. Cl.:

C07C 7/04 (2006.01)

C07C 7/20 (2006.01)

C07C 15/44 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.03.2013 PCT/US2013/028498**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.09.2013 WO13134049**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.03.2013 E 13756997 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.05.2018 EP 2822920**

54 Título: **Método para producir alfa-metil-estireno a partir de cumeno**

30 Prioridad:

09.03.2012 US 201261608811 P
07.02.2013 US 201313761642

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.06.2018

73 Titular/es:

ADVANSIX RESINS & CHEMICALS LLC (100.0%)
300 Kimball Drive, Suite 101
Parsippany, NJ 07054, US

72 Inventor/es:

KEENAN, SCOTT R.

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 673 210 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 producir alfa-metil-estireno a partir de cumeno

Campo técnico

La presente tecnología se refiere a métodos para producir alfa-metil-estireno y otros productos a partir de cumeno.

5 Antecedentes

El método comercial dominante para producir fenol y acetona es mediante oxidación al aire de hidroperóxido de cumeno (CHP), seguida por descomposición catalizada con ácido del CHP muy selectivamente hasta fenol y acetona. Se forma alcohol dimetilbencílico (DMBA) como el principal producto secundario en la etapa de oxidación y posteriormente se deshidrata hasta alfa-metil-estireno (AMS) en la misma etapa de descomposición catalizada. El AMS se usa comercialmente en la fabricación de plastificantes, resinas y otros polímeros.

Se conoce una variedad de modos de purificación de los componentes del producto en bruto formado a partir de la descomposición catalizada con ácido de mezclas de hidroperóxido de cumeno. La mayoría de los procedimientos comerciales utilizan un enfoque de flujo continuo en dos etapas para optimizar el rendimiento global en esta etapa, especialmente de DMBA en AMS. Descripciones detalladas de este procedimiento se divulgan, p. ej., en las Patentes de EE. UU. N° 7.482.493, 7.109.385, 6.307.112, 6.225.513, 6.201.157, 6.057.483, 5.998.677, 5.463.136, 5.430.200, 5.371.305, 5.254.751, 5.064.507, 4.851.086, 4.634.796 y 4.358.618, cada una de las cuales se incorpora en la presente mediante referencia en su totalidad. En otro método, el fenol y los componentes pesados se separan el resto de la mezcla, que contiene AMS, en una sola etapa de destilación.

En ambos enfoques, hay una corriente, o una posición en una columna, en la que el AMS y el fenol se concentran en presencia de ácidos orgánicos dando como resultado la formación de compuestos pesados no deseables que son subproductos de valor inferior que generalmente requieren un procesamiento adicional. Además, estos ácidos orgánicos, tales como ácido fórmico y ácido acético, pueden generar un ambiente corrosivo. Ejemplos de compuestos pesados incluyen, pero no se limitan a, orto- y para-cumil-fenol y dímeros de AMS.

25 Sumario

La divulgación trata de métodos para controlar la producción de compuestos pesados en la producción de alfa-metil-estireno a partir de cumeno.

Según esto, algunas realizaciones tratan de un método para producir alfa-metil-estireno a partir de cumeno, en el que se que proporciona una primera composición a una columna de destilación, comprendiendo dicha primera composición acetona, fenol, cumeno y alfa-metil-estireno. La primera composición se refina en la columna de destilación para producir una segunda composición que comprende al menos 1% en peso de alfa-metil-estireno y al menos un ácido orgánico, en donde la segunda composición incluye un porcentaje en peso superior de alfa-metil-estireno que la primera composición. Se añade una amina a la segunda composición.

El método puede incluir refinar la segunda composición en una segunda columna de destilación para producir una corriente superior enriquecida en alfa-metil-estireno y una corriente de fondo agotada en alfa-metil-estireno, en donde la corriente de fondo incluye además al menos un compuesto pesado. El al menos un compuesto pesado se puede seleccionar del grupo que consiste en orto-cumil-fenol, para-cumil-fenol, dímeros de alfa-metil-estireno, cumil-fenil-éter, oxigenados derivados de acetol y combinaciones de los mismos. El al menos un compuesto pesado puede tener un peso molecular de 150 o más.

La etapa de adición puede incluir añadir la amina a una corriente de alimentación de la segunda columna de destilación, a una corriente superior de la columna de destilación que incluye la segunda composición, o a una zona de la columna de destilación que incluye la segunda composición. La amina se puede añadir a la segunda composición como parte de una tercera composición que comprende la amina y al menos un compuesto pesado.

La etapa de adición puede incluir añadir entre aproximadamente 0,05% en peso y 1,0% en peso o 0,05% en peso y 0,1% en peso de amina a la segunda composición, basado en el peso total de la segunda composición. La amina puede tener al menos un grupo nitrógeno primario. La amina puede ser una diamina que incluye dos grupos nitrógeno primarios. La amina se puede seleccionar del grupo que consiste en 2-metilpentametildiamina, hexametildiamina o combinaciones de las mismas. La amina puede incluir un compuesto aminico que es capaz de reaccionar con un compuesto carbonílico.

La segunda composición puede comprender además al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en acetol, cumeno y fenol.

5 El método puede comprender además realizar una descomposición catalizada con ácido de hidropéroxido de cumeno y alcohol dimetilbencílico para producir la primera composición. El método puede comprender además realizar una oxidación al aire de cumeno para producir dichos hidropéroxido de cumeno y alcohol dimetilbencílico.

10 El ácido orgánico se puede seleccionar del grupo que consiste en ácido fórmico y ácido acético. El ácido orgánico se puede seleccionar además de ácidos oxálico, láctico, maleico, benzoico, succínico, butírico y otros ácidos orgánicos mono- o diácidos similares.

15 En algunas realizaciones, se proporcionan métodos para controlar la producción de compuestos pesados en la producción de alfa-metil-estireno a partir de cumeno. El método incluye realizar una reacción de oxidación al aire de cumeno para producir hidropéroxido de cumeno y alcohol dimetilbencílico; realizar una descomposición catalizada con ácido de hidropéroxido de cumeno para producir una primera corriente de productos; refinar la primera corriente de productos en una primera columna de destilación para producir una corriente superior y una corriente de fondo, en donde la corriente superior comprende al menos 1% en peso de alfa-metil-estireno y un ácido orgánico y el porcentaje en peso de alfa-metil-estireno para la corriente superior es mayor que el porcentaje en peso de alfa-metil-estireno para la corriente de fondo; añadir una primera cantidad de amina a la corriente superior, en donde la primera cantidad de amina está entre 0,05% en peso y 1,0% en peso del peso total de la corriente superior; y refinar la corriente superior en una segunda columna de destilación para producir una segunda corriente superior y una segunda corriente de fondo.

25 En algunas realizaciones, se proporciona un método para controlar la producción de compuestos pesados en la producción de alfa-metil-estireno a partir de cumeno. El método incluye realizar una reacción de oxidación al aire de cumeno para producir hidropéroxido de cumeno y alcohol dimetilbencílico; realizar una descomposición catalizada con ácido de hidropéroxido de cumeno para producir una primera corriente de productos; refinar la primera corriente de productos en una primera columna de destilación para producir una primera zona de destilación, en donde la zona de destilación comprende alfa-metil-estireno y un ácido orgánico; añadir una primera cantidad de amina a la zona de destilación, retirar una segunda corriente de productos de la primera zona de destilación; y refinar la primera corriente de recuperación en una segunda columna de destilación para producir una primera corriente refinada y una corriente de fondo. La primera cantidad de amina está entre 0,05% en peso y 1,0% en peso del peso total de la segunda corriente de productos.

35 Aunque se divulgan múltiples realizaciones, otras realizaciones adicionales de la presente invención se harán evidentes para los expertos en la técnica a partir de la siguiente descripción detallada, que muestra y describe realizaciones ilustrativas de la invención. Según esto, la descripción se debe considerar de naturaleza ilustrativa y no restrictiva.

Breve descripción de los dibujos

40 La Figura 1 es una ilustración esquemática de un sistema y un procedimiento para la producción de fenol, acetona y alfa-metil-estireno a partir de cumeno a través de oxidación al aire de cumeno, descomposición del hidropéroxido de cumeno resultante con un ácido mineral y recuperación de los productos generados según una realización de la invención.

45 La Figura 2 es una ilustración esquemática de un sistema y un procedimiento para la producción de fenol, acetona y alfa-metil-estireno a partir de cumeno a través de oxidación al aire de cumeno, descomposición del hidropéroxido de cumeno resultante con un ácido mineral y recuperación de los productos generados según otra realización de la invención.

La Figura 3 es una ilustración esquemática de un sistema y un procedimiento para refinar adicionalmente alfa-metil-estireno según otra realización de la invención.

50 La Figura 4 es una gráfica que ilustra resultados experimentales asociados con el Ejemplo 1 según realizaciones de la presente invención.

La Figura 5 es una gráfica que muestra la formación de CPE como una función del tiempo y está asociada con el Ejemplo 2.

55 La Figura 6 es una gráfica que muestra el incremento en el pH a medida que una primera corriente que contiene amina se combina con una segunda corriente que contiene AMS y está asociada con el Ejemplo 2.

Descripción detallada

La Figura 1 ilustra parte de un sistema 10 ejemplar para producir fenol y acetona a través de la oxidación al aire de cumeno para formar hidroperóxido de cumeno (CHP), seguido por la descomposición catalizada con ácido del CHP para formar fenol y acetona. En algunas realizaciones, se forma alcohol dimetilbencílico (DMBA) como un producto secundario principal durante la oxidación, pero se puede deshidratar durante la etapa de descomposición catalizada con ácido para formar alfa-metil-estireno (AMS). En algunas realizaciones, una segunda composición formada durante la etapa de descomposición incluye AMS en una cantidad tan baja como 1% en peso, 2,5% en peso, 5% en peso, o tan alta como 10% en peso, 20% en peso, 50% en peso, o dentro de cualquier intervalo definido entre cualquier par de los valores precedentes.

En la realización ejemplar de la Figura 1, se proporcionan cumeno 12 y aire 14 a una etapa o unidad 16 de oxidación de cumeno en la que el cumeno se oxida para formar hidroperóxido de cumeno (CHP). Un producto secundario principal de esta reacción es el alcohol dimetilbencílico (DMBA). Tanto el CHP como el DMBA están presentes en la corriente 18 que abandona la etapa o unidad 16 de oxidación de cumeno. Después de la oxidación, el CHP se concentra en la etapa o unidad 20 de concentración de CHP. Un ácido 24 se añade a la corriente 22 que sale de la etapa o unidad 20 de concentración de CHP. Ácidos ejemplares incluyen ácidos minerales tales como ácidos sulfúrico, nítrico, fosfórico y clorhídrico y catalizadores ácidos sólidos, tales como cuentas de polímero de estireno sulfonado/divinilbenceno y zeolitas. La adición de un ácido 24 provoca la descomposición catalizada con ácido de CHP para formar fenol y acetona en la etapa o unidad 26 de disociación de CHP. El DMBA se puede deshidratar durante la etapa de descomposición catalizada con ácido para formar alfa-metil-estireno (AMS). Se añade una base 30 a la corriente 28 que sale de la etapa o unidad 26 de escisión de CHP. Bases ejemplares incluyen compuestos amínicos tales como amoniaco, hexametilendiamina, 2-metil-1,5-diaminopentano, 2-metilpentametilendiamina y etilenaminas, y resinas de intercambio iónicos básicas sólidas.

En la realización ejemplar mostrada en la Figura 1, una pluralidad de columnas de destilación separan cada componente por el punto de ebullición. La corriente 28 de entrada a la columna 32 de recuperación de acetona separa acetona en bruto a través de la corriente 34 superior para ser enviada para un refinado 36 adicional. La corriente 38 de fondo procedente de la columna 32 de recuperación de acetona se alimenta a la columna 40 de recuperación de cumeno, que separa el cumeno a través de la corriente 42 superior y recicla el cumeno a través de la corriente 46 de reciclado a la etapa o unidad 16 de oxidación de cumeno. Aunque no se muestra, la corriente 46 de reciclado puede incluir etapas o unidades de refinado adicionales antes de que se reintroduzca en la etapa o unidad 16 de oxidación de cumeno. La corriente 48 de fondo se alimenta a una columna 50 de recuperación de AMS, que separa AMS en bruto a través de la corriente 52 superior para ser enviado para refinado 54 adicional (véase la FIG. 3). La corriente 56 de fondo de la columna 50 de recuperación de AMS se alimenta a la columna 58 de recuperación de fenol, que separa fenol en bruto a través de la corriente 60 superior para ser enviado para un refinado 62 adicional. La corriente 64 de fondo de la columna 58 de recuperación de fenol se envía ilustrativamente a los hervidores.

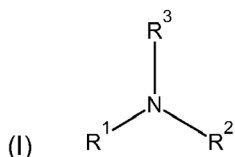
La corriente 52 superior que sale de la columna 50 de recuperación de AMS, por ejemplo, puede incluir de aproximadamente 15 a 75% en peso de AMS y de aproximadamente 25 a 85% en peso de fenol, además de aproximadamente 0,5% en peso a aproximadamente 5% en peso de cumeno, 1000 o más partes por millón (ppm) de hidroxiacetona (acetol) y aproximadamente 100 o más ppm de ácidos orgánicos tales como ácido fórmico y ácido acético. La corriente 52 superior que sale de la columna 50 de recuperación de AMS se aporta a un procedimiento 54 de refinado de AMS (véase la FIG. 3) para un procesamiento adicional. Se apreciará que se pueden presentar etapas de procesamiento adicionales antes de que la corriente 52 superior entre en el procedimiento 54 de refinado de AMS.

La Figura 2 ilustra una porción de un sistema 10' alternativo ejemplar para la producción de AMS, fenol y acetona a partir de hidroperóxido de cumeno (CHP). El sistema 10' alternativo es similar al sistema 10 ejemplar ilustrado en la Figura 1, pero la columna 32 de recuperación de acetona, la columna 40 de recuperación de cumeno y la columna 50 de recuperación de AMS se reemplazan por una sola columna 72 de recuperación. En el sistema 10' alternativo mostrado en la Figura 2, la corriente 28 de entrada a la columna 72 de recuperación separa acetona en bruto, cumeno y AMS a través de la corriente 74 superior que se va a enviar al procedimiento 54 de recuperación de AMS (véase la FIG. 3) para un procesamiento adicional. La corriente 74 superior que sale de la columna 72 de recuperación puede incluir AMS, acetona, cumeno, acetol y ácidos orgánicos. En una realización, acetona, AMS, cumeno y acetol se retiran de la columna 72 de recuperación a través de la corriente 74 superior y se tratan con sosa cáustica 96 para retirar aldehídos de la acetona. Se apreciará que se pueden producir etapas de procesamiento adicionales antes de que la corriente 74 superior entre en el procedimiento 54 de refinado de AMS. La corriente 78 de fondo procedente de la columna 72 de recuperación se alimenta a la columna 58 de recuperación de fenol, que separa fenol en bruto a través de la corriente 60 superior para ser enviado para un refinado 62 adicional. La corriente 64 de fondo se envía ilustrativamente a los hervidores.

La Figura 3 ilustra una porción de un sistema 80 para refinar AMS en bruto producido según el sistema 10 o el sistema 10' alternativo analizados en la presente. La composición 80 de AMS se proporciona a una columna 84 de

refinado de AMS a través de una corriente 82 de alimentación. La corriente 82 de alimentación puede ser una corriente 52 superior procedente de la columna 50 de recuperación de AMS o una corriente 74 superior procedente de la columna 72 de recuperación. Se apreciará que se pueden presentar etapas de procesamiento adicionales antes de que la corriente 82 de alimentación entre en la columna 84 de refinado de AMS. La columna 84 de refinado de AMS separa el AMS, que sale de la columna de refinado de AMS a través de la corriente 86 superior, de subproductos adicionales incluyendo compuestos pesados, tales como cumilfenoles y dímeros de AMS, que salen de la columna 84 de refinado a través de la corriente 90 de fondo.

En una realización, una amina se añade a una corriente que contiene AMS en una cantidad tan pequeña como 0,1% en peso, 0,5% en peso, 1% en peso, 2,5%, 5% en peso, o tan alta como 10% en peso, 20%, 50% en peso, o dentro de cualquier intervalo definido entre cualquier par de los valores precedentes. Aminas ejemplares son de la fórmula:



donde R_1 , R_2 y R_3 se seleccionan independientemente de H y grupos orgánicos., Cuando exactamente dos de R_1 , R_2 y R_3 son hidrógeno, la amina contiene un grupo nitrógeno primario. Cuando exactamente uno de R_1 , R_2 y R_3 es hidrógeno, la amina contiene un grupo nitrógeno secundario. Cuando ninguno de R_1 , R_2 y R_3 sean hidrógeno, la amina contiene un grupo nitrógeno terciario. Cuando uno de R_1 , R_2 y R_3 incluyen una amina, la amina es una diamina.

Una amplia gama de aminas se puede usar según realizaciones de la presente invención. En una realización, la amina es una amina primaria que tiene al menos un grupo nitrógeno primario, capaz de reaccionar con el acetol presente en la corriente de reflujo o superior. En otra realización, la amina es una diamina que tiene dos grupos nitrógeno primarios. En una realización adicional, la amina es una diamina ramificada con metilo, tal como 2-metilpentametildiamina, disponible comercialmente bajo el nombre comercial Dytek A, o hexametildiamina, disponible bajo el nombre comercial Dytek E. Sin embargo, un experto en la técnica apreciará que se puede usar cualquier amina capaz de neutralizar ácidos orgánicos, tales como ácido fórmico y ácido acético, y/o reaccionar con compuestos carbonílicos tales como acetol.

En una realización, una amina se añade directamente al reflujo de una columna que contiene AMS. En otra realización, una amina se añade directamente a la corriente superior que incluye AMS antes del refinado. Las corrientes de reflujo y superior que contienen AMS se pueden denominar cada una una composición de AMS.

La amina se puede añadir en una cantidad suficiente para neutralizar al menos una porción de los ácidos orgánicos presentes en la composición de AMS. Además, una amina primaria puede reaccionar con acetol presente en una composición de AMS, disminuyendo la concentración de acetol en la composición de AMS.

En algunas realizaciones, el compuesto pesado es orto-cumil-fenol, para-cumil-fenol, dímeros de alfa-metil-estireno, cumil-fenil-éter, oxigenados derivados de acetol, o combinaciones de los mismos. En algunas realizaciones, los compuestos pesados tienen un peso molecular mayor de 150, 180, 200, 210, 250, 320 o dentro de un intervalo definido entre cualquier par de los valores precedentes.

La cantidad de amina añadida a la corriente de reflujo o superior puede variar dependiendo de la concentración del componente de la composición de AMS a la que se esté añadiendo la amina. En algunas realizaciones, la amina se puede añadir en una cantidad que da como resultado la composición de AMS que incluye entre aproximadamente 0,05% en peso y 1,0% en peso de amina. En algunas realizaciones, la amina se puede añadir en una cantidad tan pequeña como 0,01% en peso, 0,05% en peso, 0,1% en peso, o tan alta como 0,2% en peso, 0,5% en peso, 1% en peso, o dentro de un intervalo definido entre cualquier par de los valores precedentes.

En procedimientos convencionales, acetol, que sigue la corriente 74 superior de la columna 72 de recuperación y puede estar presente en la corriente 52 superior de la columna 50 de recuperación de AMS, puede reaccionar con la composición de AMS para formar oxigenados, tales como 3-metil-ciclopent-2-eneona, cuando se expone a un catalizador cáustico. Estas impurezas pueden acabar en el producto de AMS y afectar a usos finales aguas abajo. Sin embargo, la adición de la amina neutraliza al menos una porción de los ácidos orgánicos, y reacciona con el acetol, reduciendo o evitando la formación de oxigenados derivados de acetol a través de catálisis cáustica.

En una realización, añadir una amina 94 antes del refinado proporciona una recuperación superior de AMS y disminuye la producción de compuestos pesados. En algunas realizaciones, la amina se puede añadir en una cantidad que dé como resultado que la composición de AMS incluya entre aproximadamente 0,05% en peso y 1,0% en peso de amina. En algunas realizaciones, la amina se puede añadir en una cantidad tan baja como 0,01% en

peso, 0,05% en peso, o tan alta como 0,1% en peso, 0,5% en peso, 1% en peso, o dentro de un intervalo definido entre cualquier par de los valores precedentes.

En referencia a la Figura 1, en una realización, la amina 94 se puede añadir a la corriente 52 superior que sale de la columna 50 de recuperación de AMS. En una realización, la amina 94 se puede añadir a la corriente 48 de fondo alimentada a la columna 50 de recuperación de AMS. En referencia a la Figura 2, en una realización, la amina se puede añadir al reflujo de la columna 72 en una zona 68 de la columna 72 de recuperación que contiene tan poco como 1% en peso, 2,5%, 5% en peso, o tan alta como 10% en peso, 20%, 50% en peso de AMS, y en una realización más particular entre aproximadamente 1 y 10% en peso de AMS, en la que están presentes niveles variables de acetona, fenol, cumeno, acetol y ácidos orgánicos. En una realización, la amina se añade en una zona 70 de cumeno de la columna 72 de recuperación, situada por encima de la zona 68, lo que puede dar como resultado que la amina se mueva descendentemente por la columna 72 de recuperación hacia la zona de AMS. En referencia a la Figura 3, en una realización, la amina se puede añadir a la corriente 82 de alimentación a la columna 84 de refinado de AMS.

Ejemplo 1

El experimento se realizó en una instalación de refinado de múltiples etapas similar en funcionamiento al procedimiento mostrado en la Fig. 1. La instalación incluía dos columnas de destilación paralelas (Columna A y Columna B, representadas por la columna 50 en la Fig. 1) en las que las corrientes superiores se enviaban para el refinado de AMS a la columna 84 en la Fig. 3. La Columna A tenía un caudal de aproximadamente 5300 litros por hora (1400 galones por hora) y la columna B tenía un caudal de aproximadamente 7571 litros por hora (2000 galones por hora). La amina Dytek A (2-metilpentametildiamina) se añadió a ambas columnas al conectar bombas de desplazamiento positivo a las válvulas de control de la corriente superior de cada columna. En el primer análisis, ilustrado como días 4 y 5 en la Figura 4, la velocidad de inyección era 9,1 litros por hora (aproximadamente 2,4 galones por hora para la columna A y 13,6 litros por hora (aproximadamente 3,6 galones por hora) para la columna B, dando como resultado una concentración de aproximadamente 0,2% en peso de amina en la corriente superior. En el segundo análisis, ilustrado como días 8 y 9 en la Figura 4, la velocidad de inyección total era aproximadamente 11,4 litros por hora (3 galones por hora), dando como resultado una concentración de aproximadamente 0,1% en peso de amina en la corriente superior. Se recogieron muestras de la alimentación, la corriente superior y la corriente de fondo de la columna de refinado de AMS cada 12 horas antes de, durante y después de la inyección de la amina. Las muestras de fondo se probaron con respecto al contenido de compuestos pesados a través de cromatografía de gases. Las muestras de la alimentación y la corriente superior se probaron con respecto al pH usando la inmersión directa de un electrodo de combinación.

La Figura 4 ilustra los resultados del experimento con respecto a la formación de compuestos pesados. Antes de añadir amina a las corrientes superiores de las columnas A y B, la columna 84 de refinado de AMS promediaba 4,0% en peso de compuestos pesados. Durante los períodos en los que se añadían las aminas, el contenido de compuestos pesados promediaba solamente 0,5% en peso. Antes de añadir aminas a la corriente superior de las columnas A y B, el pH medio de la corriente 82 de alimentación a la columna 84 de refinado de AMS era 4,4 y el pH medio de la corriente superior 86 era 5,5. Cuando se añadían aminas, el pH medio de la corriente 82 de alimentación era 6,0 y el pH medio de la corriente 86 superior era 7,1.

La reducción en el contenido de compuestos pesados indica que una cantidad menor de AMS reaccionaba consigo mismo o fenol para formar compuestos pesados debido a la reducción de la cantidad de ácidos presentes durante la destilación de AMS, dando como resultado un rendimiento mejorado de AMS. El cambio en el pH de las corrientes de alimentación y superior mostrado en la Figura 4 también indica claramente que se neutralizaban cantidades significativas de los ácidos orgánicos.

Ejemplo 2

Los ácidos orgánicos presentes en las corrientes superiores obtenidas de las columnas 50, 72 y 84 promueven la reacción de AMS y fenol en compuestos pesados. La alta acidez en estas corrientes superiores también es responsable de la corrosión en las columnas 50, 72 y 84. Se deseaba determinar si la acidez procedente de los ácidos orgánicos presentes en las corrientes superiores se podía neutralizar al alimentar una corriente que contiene amina a la corriente superior de la columna 50 o 72 alimentando la columna 84 de refinado de AMS.

Se llevó a cabo un estudio de laboratorio, en el que una primera corriente que contiene amina comprendida se combinó con una segunda corriente que contiene AMS comprendida por 40% en peso de AMS y 50% en peso de fenol, tales como las obtenidas de dos columnas de destilación paralelas (representadas por la columna 54 en la Figura 1). Los cambios en el perfil de impurezas se comprobaron a lo largo del tiempo. El estudio implicaba las combinaciones de 0, 5, 10 y 20% en peso de la primera corriente que contiene amina, siendo el resto la segunda corriente que contiene AMS.

Para cada prueba, aproximadamente 20 g de la combinación se pusieron en un vaso de vidrio abierto revestido de 50 ml y se dejó que alcanzaran la temperatura fijada de 80°C. Cada prueba se muestreó a 0, 15, 30, 45 y 60 min,

momento en el cual las muestras se diluían con aproximadamente 15% de alcohol n-propílico y se neutralizaban con cenizas de sosa en viales de cromatografía de gases para inhibir la reacción adicional.

5 La extensión de la reactividad del fenol y el AMS se determinó mediante la formación de cumil-fenil-éter (CPE), dímeros de AMS y cumilfenoles. De estos, la impureza de más interés era CPE puesto que es el producto cinético, y de ahí el producto formado en primer lugar, que reaccionaría y se transpondría adicionalmente con el tiempo para formar otros productos.

10 La Figura 5 muestra la formación de CPE como una función del tiempo para las combinaciones que contienen 0, 5, 10 y 20% en peso de la primera corriente que contiene amina con la segunda corriente que contiene AMS. Según se muestra en la Figura 5, para la prueba que no contiene amina, la concentración de CPE se eleva rápidamente desde -800 ppm hasta más de 2000 ppm en 60 min, mientras que a 5% de la primera corriente que contiene amina, el CPE se incrementa solamente de -750 ppm a -960 ppm. Con 10% y 20% de la primera corriente que contiene amina, el ascenso en CPE era inferior, de 800 a 850 ppm y de 650 a 710 ppm, respectivamente, confirmando el efecto de la amina i para controlar la acidez en la segunda corriente que contiene AMS. Según se muestra en la Figura 6, esto es
15 coherente con el incremento en el pH cuando la primera corriente que contiene amina se combina en la segunda corriente que contiene AMS, ascendiendo desde 4,6 en la muestra que contiene 0% de la corriente que contiene amina hasta 7,4 en la muestra que contiene 20% de la corriente que contiene amina.

REIVINDICACIONES

1. Un método para controlar la producción de compuestos pesados en la producción de alfa-metil-estireno que comprende:
- 5 proporcionar una primera composición a una columna de destilación, comprendiendo dicha primera composición acetona, fenol, cumeno y alfa-metil-estireno;
- refinar la primera composición en la columna de destilación para producir una segunda composición que comprende al menos 1% en peso de alfa-metil-estireno y al menos un ácido orgánico, en donde la segunda composición incluye un porcentaje en peso de alfa-metil-estireno superior que la primera composición; y
- añadir una cantidad de una amina a la segunda composición.
- 10 2. El método según la reivindicación 1, que comprende además la etapa de refinar la segunda composición en una segunda columna de destilación para producir una corriente superior enriquecida en alfa-metil-estireno y una corriente de fondo agotada en alfa-metil-estireno, en donde la corriente de fondo incluye además al menos un compuesto pesado.
- 15 3. El método según la reivindicación 2, en el que dicho al menos un compuesto pesado tiene un peso molecular de 150 o más.
4. El método según la reivindicación 2, en el que dicha etapa de adición incluye añadir la amina a una corriente de alimentación de la segunda columna de destilación.
- 20 5. El método según la reivindicación 1, en el que dicha etapa incluye añadir la amina a una corriente superior de la columna de destilación que incluye la segunda composición.
6. El método según la reivindicación 1, en el que dicha etapa de adición incluye añadir la amina a una zona de la columna de destilación que incluye la segunda composición.
- 25 7. El método según la reivindicación 1, en el que la etapa de adición comprende añadir entre aproximadamente 0,05% en peso y 1,0% en peso de amina a la segunda composición basado en el peso total de la segunda composición.
- 30 8. El método según la reivindicación 1, en el que la amina se selecciona del grupo que consiste en 2-metilpentametilendiamina, hexametilendiamina o combinaciones de las mismas.
9. El método según la reivindicación 1, en el que la amina se añade a la segunda composición como parte de una tercera composición que comprende la amina y al menos un compuesto pesado.
- 35 10. Un método según cualquier reivindicación precedente, que comprende además
- 40 realizar una reducción de oxidación al aire de cumeno para producir hidroperóxido de cumeno y alcohol dimetilbencílico; y
- realizar una descomposición catalizada con ácido del hidroperóxido de cumeno y el alcohol dimetilbencílico para producir una primera corriente de productos.

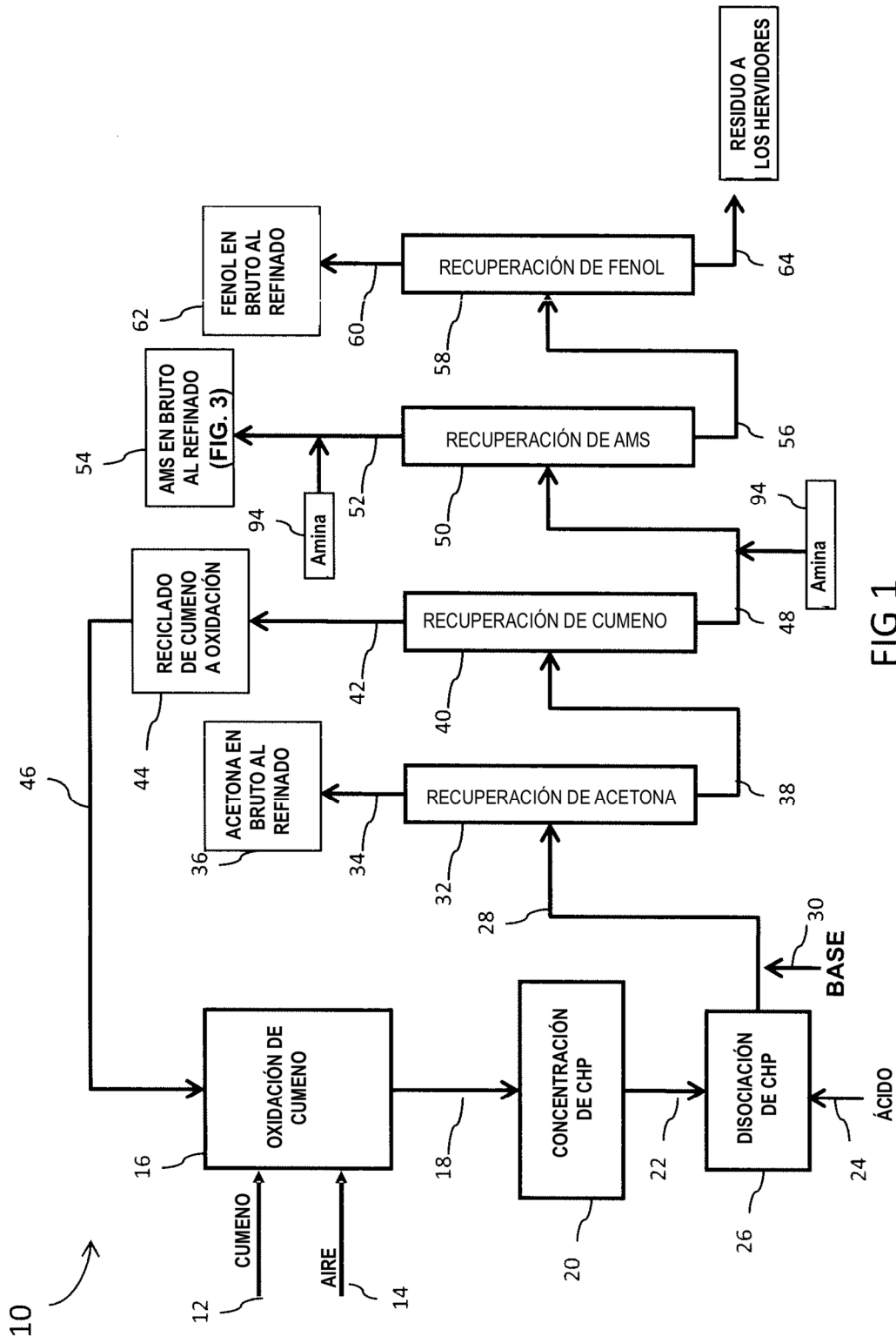


FIG 1

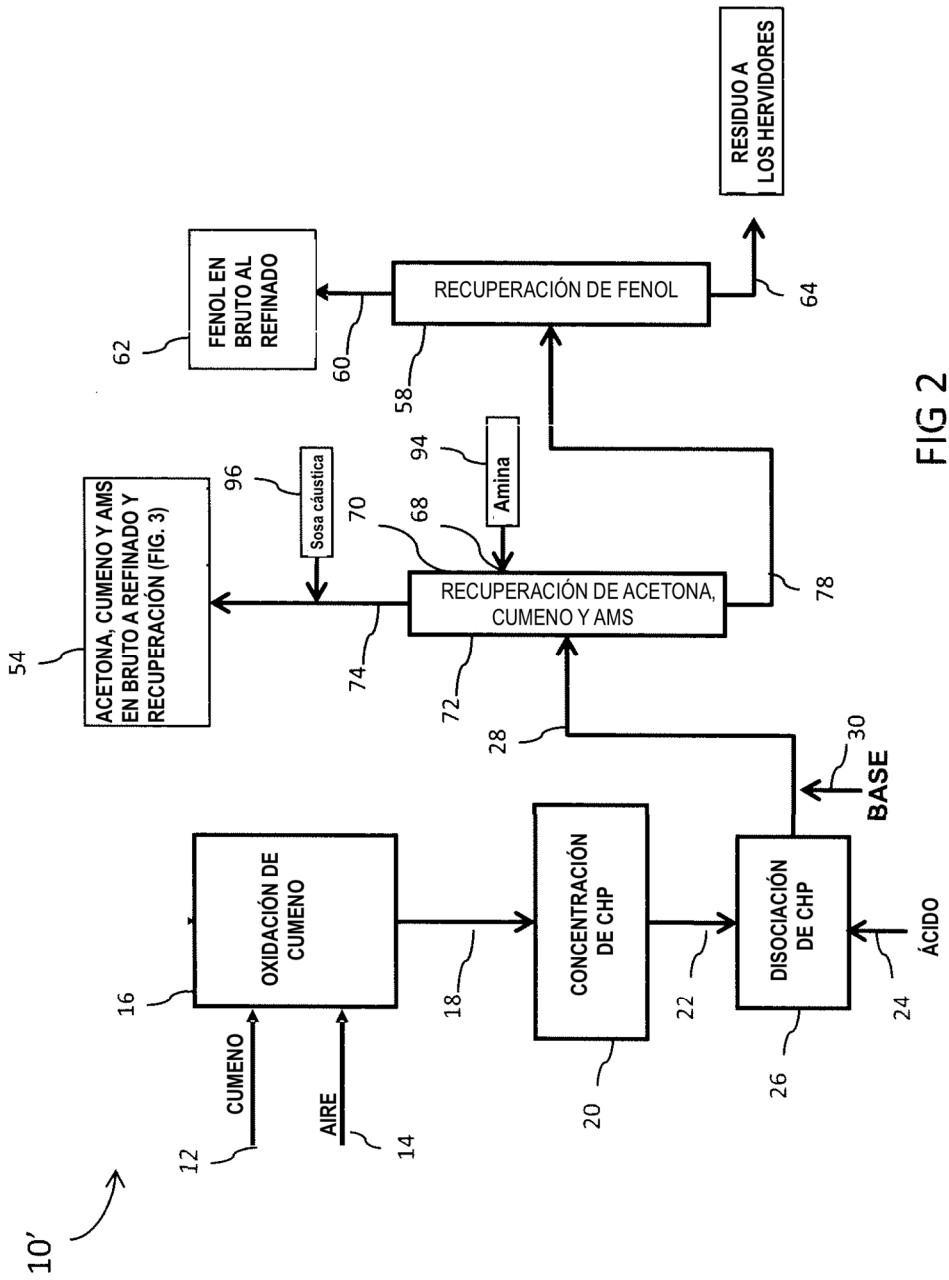


FIG 2

54

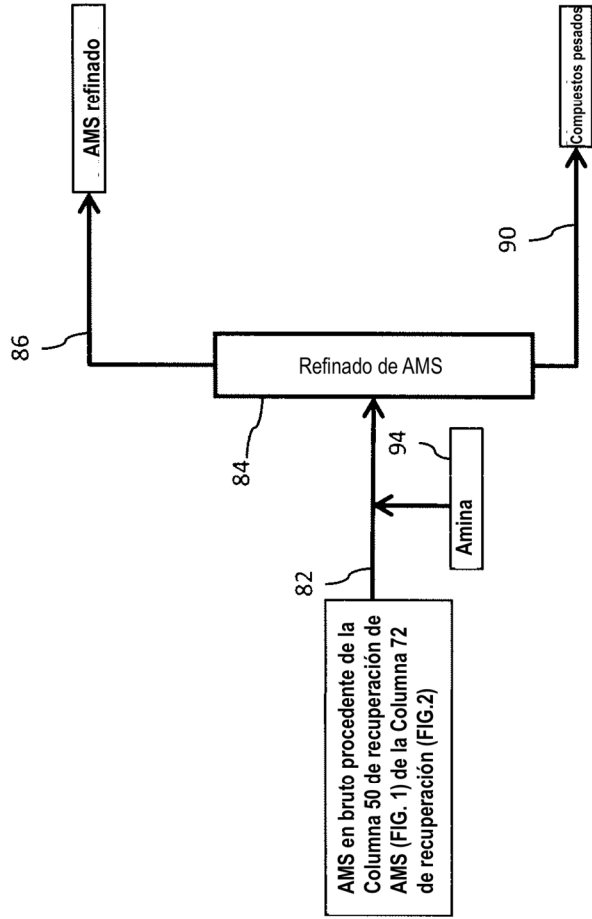


FIG 3

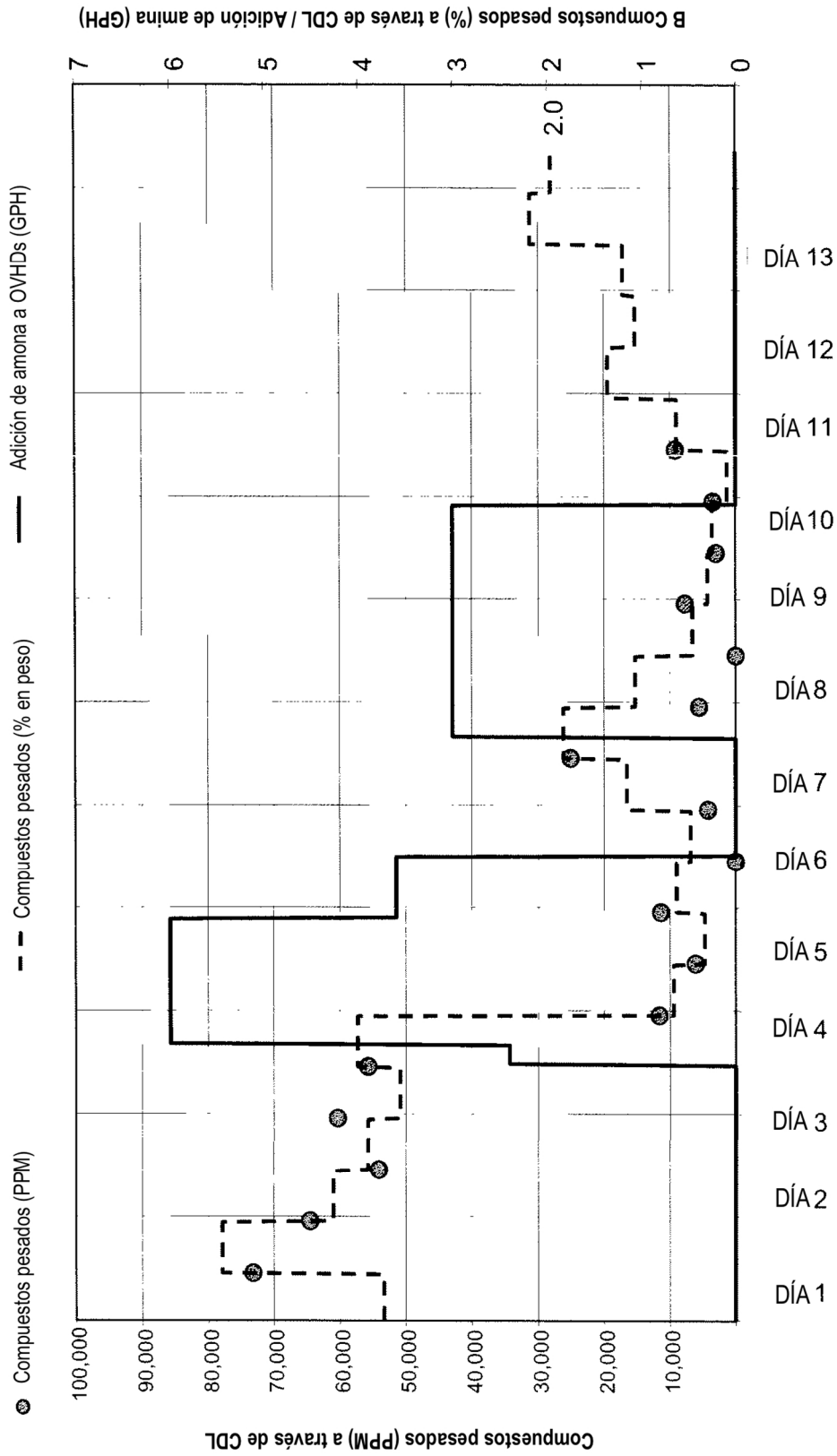


FIG 4

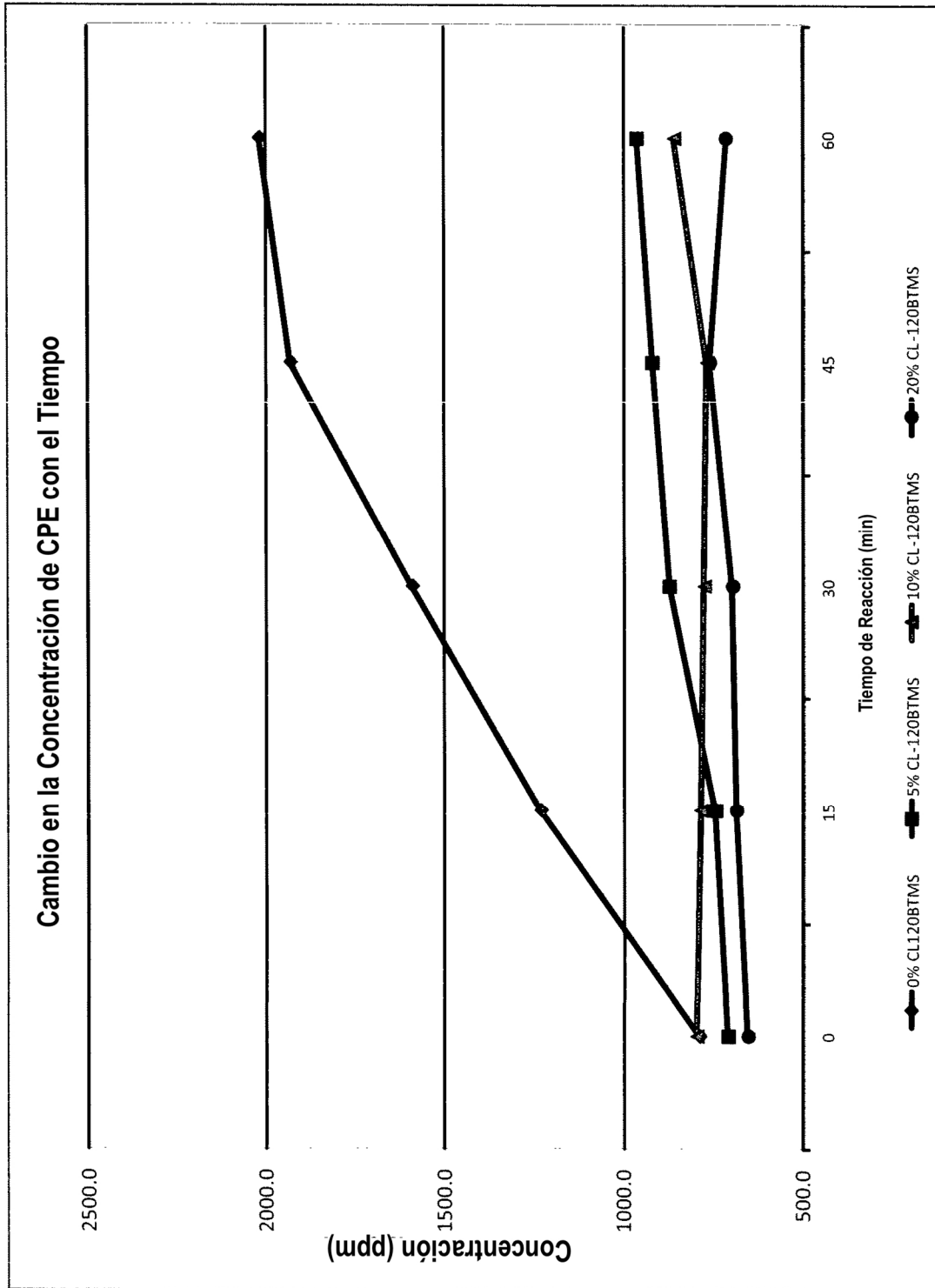


FIG 5

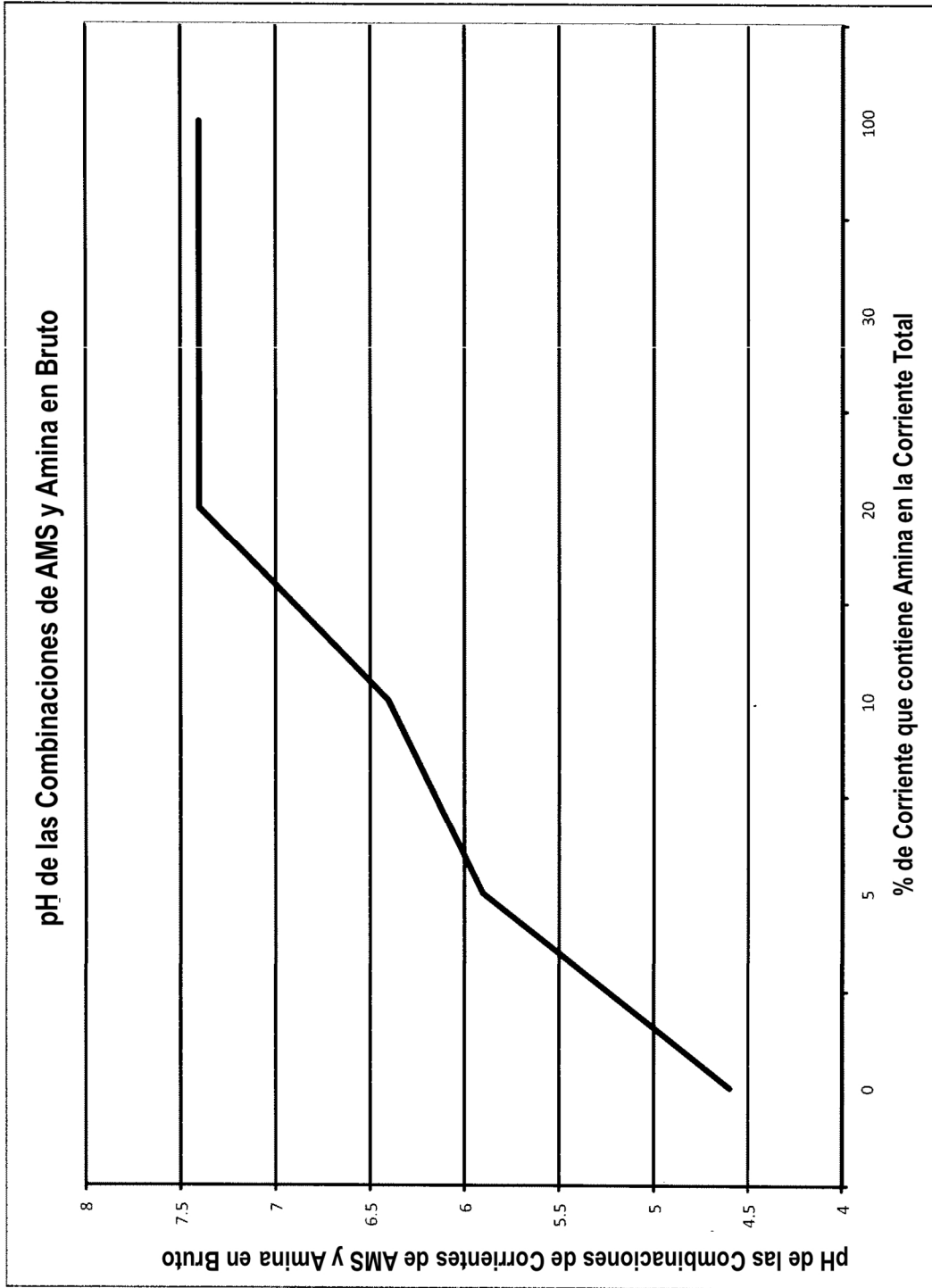


FIG 6