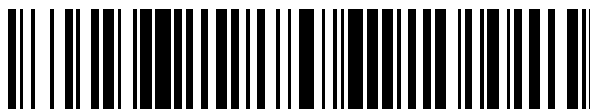


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 711 888**

51 Int. Cl.:

C07C 37/08 (2006.01)
C07C 2/66 (2006.01)
C07C 6/12 (2006.01)
C07C 407/00 (2006.01)
C07C 409/10 (2006.01)
C07C 45/53 (2006.01)
C07C 2/86 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.09.2009** **PCT/IB2009/006782**
87 Fecha y número de publicación internacional: **18.03.2010** **WO10029405**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.09.2009** **E 09809069 (9)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.11.2018** **EP 2328852**

54 Título: **Procedimiento para la alquilación de benceno con isopropanol o combinaciones de isopropanol y propileno**

30 Prioridad:

11.09.2008 IT MI20081625

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
08.05.2019

73 Titular/es:

VERSALIS S.P.A. (100.0%)
Piazza Boldrini, 1
20097 San Donato Milanese (MI), IT

72 Inventor/es:

LORENZONI, LORENO;
CALARESU, PAOLO y
CABRAS, PIER, GIANNI

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

Observaciones:

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

ES 2 711 888 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 la alquilación de benceno con isopropanol o combinaciones de isopropanol y propileno

La presente invención se refiere a un procedimiento para la alquilación de benceno con isopropanol (IPA) como agente alquilante, o combinaciones de isopropanol y propileno, que comprende efectuar dicha reacción completamente en fase gaseosa y en presencia de un sistema catalítico que contiene una zeolita que pertenece a la familia META.

El procedimiento se caracteriza por la ausencia de efectos negativos sobre la actuación y la vida del catalizador debido a la presencia de altas cantidades de agua en la combinación de reacción además de subproductos procedentes de reacciones no deseadas, y también proporciona productividades mucho más altas con respecto a las proporcionadas por catalizadores de la técnica anterior usados para el mismo procedimiento.

La ausencia de efectos negativos se debe al sistema catalítico particular usado, que se demuestra que es particularmente adecuado para la alquilación de benceno con el agente alquilante isopropanol, o combinaciones de isopropanol y propileno, en las condiciones de reacción seleccionadas.

El cumeno es un precursor importante para la producción de fenol, útil a su vez como compuesto intermedio para la preparación de caprolactama de la que se produce el nailon.

El procedimiento completo para la preparación de fenol comprende la alquilación de benceno a cumeno, la oxidación de cumeno al correspondiente hidroperóxido que, por tratamiento ácido genera fenol y acetona.

En lo que se refiere a la primera etapa de alquilación, además de los catalizadores zeolíticos, aún se usan parcialmente en la industria petroquímica catalizadores a base de ácido fosfórico y tierra de diatomeas para reactores de lecho fijo o AlCl_3 en suspensión. En todos los casos, la reacción de alquilación de benceno con propileno se lleva a cabo en condiciones de reacción que corresponden a una fase líquida completa de la combinación de reactivos.

Hay problemas relacionados con el impacto medioambiental y la seguridad, sin embargo, en los procedimientos basados en el uso de catalizadores a base de ácido fosfórico y AlCl_3 : el uso de estos catalizadores, de hecho, es particularmente complicado debido a la corrosión, la formación de subproductos que son productos orgánicos tóxicos y la eliminación de los catalizadores agotados.

En 1965, se describió por primera vez la preparación de cumeno usando zeolita X o zeolita Y como catalizador (Fnachev, Kr. M., *et al.*, *Nefiekhimiya* 5 (1965) 676).

Ulteriormente, el uso de zeolitas con la estructura faujasita para la alquilación de benceno con olefinas inferiores, tales como propileno, fue descrito por Venuto *et al.* (*J. Catal.* 5, (1966) 81).

En la síntesis de cumeno, se han obtenido resultados óptimos, en términos de aplicación industrial, usando zeolitas con estructura beta, como se describe en la patente europea EP 432814, en particular usando catalizadores que comprenden zeolita beta según lo que se describe en la patente europea EP 687500. La alquilación puede llevarse a cabo con propileno en fase líquida, fase gaseosa o fase mixta gas-líquido.

Una vez obtenido, el cumeno se transforma en fenol mediante una etapa de oxidación a hidroperóxido de cumilo, seguido por una etapa de tratamiento ácido, lo que ocasiona la ruptura del enlace peróxido con la formación de fenol y acetona.

Si, por una parte, la producción simultánea de fenol y acetona en una sola unidad de producción sin duda representa un aspecto positivo desde un punto de vista industrial, por otra parte, la demanda comercial desequilibrada de los dos productos puede representar un problema en la gestión de una planta industrial para la producción de fenol.

Se debería recordar, de hecho, que por cada kilo de fenol producido a partir de cumeno según el procedimiento tradicional vía propileno, también se producen 0.61 kg de acetona.

Considerando que uno de los usos principales de la acetona está representado por el metacrilato de metilo (MMA), cuya demanda en el mercado está disminuyendo, mientras está aumentando la demanda de bisfenol A (BPA), resinas fenólicas y caprolactama, principales usos posteriores del fenol, el potencial problema ocasionado por la coproducción de acetona en la producción de fenol vía cumeno puede entenderse fácilmente.

Hay plena convicción, por lo tanto, de la necesidad de encontrar un posible uso alternativo que permita una explotación conveniente de la acetona, cuando las condiciones del mercado son tales que se desincentiva su venta directa.

En la patente de EE. UU. 5,017,729 se describe un procedimiento para la producción de fenol vía hidroperóxido de cumeno caracterizado por el uso de propileno, en la etapa de preparación de cumeno, que procede total o parcialmente de la reducción de la acetona (coproducida con fenol) con hidrógeno y la ulterior deshidratación de alcohol isopropílico.

En este procedimiento, es evidente el alto coste de las diversas etapas dedicadas a reobtener propileno puro - que se tiene que usar en la etapa de alquilación - partiendo de acetona coproducida con fenol.

En particular, en el procedimiento propuesto por Mitsui (*PEP Review* 95-1-1 1) para la producción de propileno partiendo de acetona, de hecho, el coste de inversión más alto puede atribuirse a la sección de deshidratación de alcohol isopropílico - obtenido a partir de acetona en la sección de reducción relativa con hidrógeno - a propileno.

5 La etapa de deshidratación de IPA a propileno es necesaria, por otra parte, para los fines de una aplicación industrial concreta, debido a la extrema dificultad para llevar a cabo la alquilación de benceno directamente con alcohol isopropílico como agente alquilante cuando se usan catalizadores ácidos del tipo convencional, como resultado del agua liberada por el IPA durante la reacción, que produce efectos negativos sobre las actuaciones del catalizador en términos de selectividad, pero sobre todo de duración del propio catalizador.

10 Los catalizadores ácidos de tipo tanto zeolítico como no zeolítico influyen negativamente, de hecho, por la presencia del agua formada cuando se usa alcohol isopropílico como agente alquilante de benceno para proporcionar cumeno.

En el caso de un catalizador del tipo convencional tal como ácido fosfórico, por ejemplo, soportado sobre sílice, usado extensamente en la síntesis industrial de cumeno, cantidades de agua más altas que algunos cientos de partes por millón en la mezcla de reacción producen una disgregación química y mecánica significativa del catalizador, junto con una considerable reducción en las actuaciones catalíticas en términos de rendimiento a cumeno.

15 En el caso de catalizadores a base de zeolitas, es conocido el efecto negativo debido a la presencia de agua que se revela por una disminución del rendimiento global a cumeno junto con una desactivación más o menos rápida del propio catalizador.

20 Todos estos efectos negativos se conocen, sin embargo, y también se verifican con contenidos muy bajos de agua - presentes en la reacción - con respecto a los obtenidos usando alcohol isopropílico como agente alquilante de benceno para proporcionar cumeno en un procedimiento industrialmente aplicable, concreto.

La aplicabilidad industrial de un procedimiento de alquilación de benceno con alcohol isopropílico, de hecho, no puede ignorar ciertos parámetros tales como, por ejemplo, la relación molar benceno/IPA en la alimentación a la sección de reacción, que generalmente varía de 4 a 8 con una correspondiente concentración de agua en la reacción igual a aproximadamente 48 000 ppm y 26 000 ppm, asumiendo la conversión total del alcohol isopropílico.

25 Incluso efectuar la alquilación de benceno con un agente alquilante que consista en una mezcla de isopropanol y propileno requeriría en cualquier caso reducir considerablemente la cantidad de alcohol isopropílico usado para garantizar un contenido en agua que pudiera ser tolerado por el sistema catalítico, limitándose así la potencialidad real del mismo procedimiento.

30 Los catalizadores usados para la alquilación de benceno con propileno no pueden adaptarse siempre fácilmente a la reacción de alquilación del benceno con alcohol isopropílico, o mezclas de alcohol isopropílico y propileno, como agente alquilante, ya que estos catalizadores son generalmente extremadamente sensibles al agua y, por consiguiente, su vida en presencia del agua formada por la deshidratación del isopropanol se reduce extremadamente.

35 La posibilidad de alquilar benceno con alcohol isopropílico usando zeolita beta como catalizador, en fase gaseosa, preferiblemente a presión atmosférica, también se ha descrito (K. S. N. Reddy *et al.*, *Applied Catalysis A: General*, 95 (1993) 53-63). También en este caso, es evidente el deterioro del catalizador, también observado con altas relaciones de benceno/isopropanol.

En los análisis experimentales descritos en la referencia citada anteriormente, se revelan problemas de duración del catalizador con el progreso de los análisis experimentales.

40 En la patente de EE. UU. 5,015,786 se describe un procedimiento para la producción de fenol vía cumeno en el que parte del cumeno procede de la alquilación de benceno, efectuada también con el alcohol isopropílico obtenido por la reducción de la acetona coproducida con el fenol, junto con cumeno procedente de la alquilación de benceno con propileno.

45 La etapa de alquilación de benceno con IPA se lleva a cabo en presencia de un catalizador de naturaleza ácida, seleccionado de varios materiales: las zeolitas se indican como catalizadores preferidos. Es interesante observar, sin embargo, que en el documento anterior no hay información sobre la vida del catalizador y, en general, en la constancia de las actuaciones considerando que el análisis más largo dura 200 horas (ejemplo 5, columna 15), que corresponde, en las condiciones determinadas, a una productividad no más alta que aproximadamente 100 kilos de cumeno por kilo de catalizador.

50 Para resolver los problemas mencionados anteriormente, se ha propuesto el uso de zeolitas particulares con características hidrófobas marcadas, tales como zeolita ZSM-5 con una alta relación sílice/alúmina o H-mordenita y zeolita Y desaluminada.

En la patente de EE. UU. 5,160,497, por ejemplo, se usa una zeolita Y desaluminada, con una relación molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ que varía de 8 a 70, para la alquilación de benceno con propileno e isopropanol.

En la patente europea EP 1069100 se describe un procedimiento para la alquilación de benceno con isopropanol, opcionalmente en una combinación con propileno, que consiste en efectuar dicha reacción en condiciones de fase mixta gas-líquido o en condiciones de fase completamente líquida, a temperaturas y presiones que son tales que la concentración de agua en la fase de reacción líquida no es más alta que 8000 ppm, peso/peso, sin tener en cuenta el contenido de agua total presente en la mezcla de reacción. El catalizador es del tipo zeolítico y se selecciona preferiblemente de zeolita beta, zeolita Y, ZSM-12 y mordenita.

En la patente de EE. UU. 6512153 se describe la alquilación de benceno con isopropanol en fase mixta gas/líquido en presencia de un catalizador seleccionado de una zeolita beta, ZSM-12 y mordenita Y, sin embargo, solo se ilustra como ejemplo un catalizador de zeolita beta. Las condiciones del procedimiento incluyen una temperatura de 170 °C a 230 °C y presiones de 1 MPa a 5 MPa (10 bar a 50 bar), por lo cual se obtiene una fase mixta gas-líquido. Sin embargo, según la patente de EE. UU. 6512153 la relación molar entre benceno e isopropanol en la reacción debe mantenerse aún alta y se indican relaciones tan altas como 7 en los ejemplos.

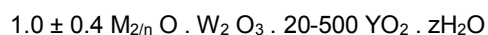
En la patente europea EP 1069099 se describe un procedimiento para la alquilación de benceno con isopropanol, o mezclas de isopropanol y propileno, en condiciones de presión y temperatura que corresponden a fase gaseosa completa de la mezcla presente en la sección de reacción y en presencia de un catalizador que comprende zeolita beta y un ligando inorgánico.

Ahora se ha encontrado que es posible obtener cumeno por la alquilación de benceno con isopropanol (IPA), como agente alquilante, o combinaciones de isopropanol y propileno, mediante un procedimiento que proporciona mejores resultados en términos de actuaciones, duración del catalizador y, por consiguiente, productividad, incluso en presencia de cantidades considerables de agua, operando en unas condiciones de reacción adecuadas y usando un catalizador que comprende un catalizador del tipo MTW.

Un objeto de la presente invención se refiere, por lo tanto, a un procedimiento para la alquilación de benceno con isopropanol o una combinación de isopropanol y propileno, según las reivindicaciones adjuntas. De acuerdo con esto, las condiciones de reacción corresponden a una fase gaseosa completa de los reactivos, es decir, el procedimiento se efectúa en condiciones de presión y temperatura tales que se tengan los reactivos exclusivamente presentes en fase gaseosa, mientras los productos estén al menos parcialmente líquidos.

El procedimiento según la presente invención permite que se adopten relaciones molares entre benceno y alcohol isopropílico en la alimentación a la sección de reacción que sean también mucho más bajas que las usadas en la técnica anterior, dentro de un rango de aplicabilidad industrial concreta y sin tener en cuenta, por lo tanto, la cantidad total de agua formada durante la reacción.

La zeolita del tipo estructural MTW que se usa en dicha invención es ZSM-12, que es un material cristalino poroso que tiene en su forma calcinada y anhidra una composición molar de los óxidos que corresponde a la siguiente fórmula:



en donde M es H⁺ y/o un catión de un metal alcalino o alcalino-térreo con una valencia n, W se selecciona de aluminio, galio o mezclas de los mismos, Y se selecciona de silicio y germanio, z varía de 0 a 60. M se selecciona preferiblemente de sodio, potasio, hidrógeno o mezclas de los mismos. W es preferiblemente aluminio e Y es preferiblemente silicio. W puede ser al menos parcialmente sustituido por boro, hierro o mezclas de los mismos. Se describe la zeolita ZSM-12 en la patente de EE. UU. 3, 832, 449, en Ernst *et al.*, *Zeolites*, 1987, vol. 7, septiembre y en Toktarev & Ione, Chon *et al.*, *Progress in zeolites and microporous material*, SSSC, vol. 105, 1997.

La zeolita ZSM-12, se usa preferiblemente en la forma en que los sitios catiónicos presentes en su estructura estén ocupados en al menos un 50 % por iones hidrógeno. Se prefiere especialmente que esté ocupados al menos un 90 % de los sitios catiónicos por iones hidrógeno.

Según un aspecto de la invención, puede añadirse fósforo a la zeolita MTW. La adición puede efectuarse por tratamiento de la zeolita, preferiblemente en forma amoniacal, con un compuesto de fósforo usando cualquiera de las técnicas conocidas, tales como mezcla mecánica, impregnación o deposición en fase vapor. El compuesto de fósforo puede seleccionarse de las sales, los ácidos y los compuestos orgánicos correspondientes, tales como, por ejemplo, alcóxidos. La técnica de impregnación se usa preferiblemente, es decir, la zeolita se trata preferiblemente en forma de amoníaco, con una solución acuosa de un compuesto de fósforo. La suspensión resultante, después de mantenerse con agitación, se seca a vacío a una temperatura que es suficiente para suprimir el disolvente. Los modos y las condiciones para efectuar la impregnación son conocidos para los expertos en el campo. El sólido que resulta del secado se calina después a una temperatura que varía de 400 °C a 600 °C durante una a diez horas. El fósforo está presente preferiblemente en una cantidad menor que un 3 % con respecto al peso total de la composición catalítica y preferiblemente en una cantidad más alta que o igual a 0.05 %, y más baja que o igual a un 2 %, en peso con respecto al peso total de la composición catalítica.

En el procedimiento de la presente invención, puede usarse la zeolita como tal o en forma ligada con un ligando inorgánico. Puede usarse en forma de gránulos obtenidos por extrusión, por ejemplo, o en la forma de microesferas obtenidas mediante secado por pulverización, aplicándose también estas técnicas a la zeolita como tal o mezcladas

con un ligando inorgánico adecuado. El ligando puede ser alúmina, sílice, un silicoaluminato, titanía, circonia o arcilla. El ligando es preferiblemente alúmina. En el catalizador ligado, la zeolita y el ligando pueden estar en una relación en peso que varía de 5/95 a 95/5, preferiblemente de 20/80 a 80/20. En una realización preferida, el catalizador final se caracteriza también por características particulares de porosidad extrazeolítica, es decir, la fracción de la porosidad del catalizador que no puede atribuirse a la calidad y a la cantidad de zeolita presente en el catalizador final. En particular, dicha porosidad extrazeolítica tiene valores no más bajos que 0.4 ml/g de catalizador final asociados a una fracción igual a al menos un 50 % de dicha porosidad extrazeolítica con poros que tienen un diámetro mayor que 100 Angstrom. Dicha porosidad extrazeolítica puede obtenerse con métodos de preparación convencionales y se determina correctamente de acuerdo con métodos conocidos descritos, por ejemplo, en Loweel, Seymour, *Introduction to powder surface area*, Wiley Interscience.

La temperatura de operación varía de 150 °C a 230 °C, con una presión de reacción que oscila de 0,5 MPa a 2 MPa (5 bar a 20 bar) y, en cualquier caso, en condiciones tales que se tengan los reactivos presentes en una fase completamente gaseosa y usando indistintamente isopropanol o combinaciones de isopropanol y propileno como agente alquilante.

Es preferible operar a una presión menor que 1 MPa (10 bar), preferiblemente entre 0,5 MPa y 0.9 MPa (5 bar y 9 bar).

En el procedimiento reivindicado en la presente memoria, la relación molar entre benceno e isopropanol varía de 2 a 4.

Cuando también se usa propileno adicionalmente como agente alquilante junto con isopropanol, la relación molar entre benceno y agente alquilante - isopropanol más propileno - varía de 2 a 4. La relación molar entre isopropanol y propileno varía preferiblemente entre 10 y 0.01 e incluso más preferiblemente entre 5 y 0.1.

La alquilación de benceno con isopropanol puede efectuarse en modo continuo, semicontinuo o discontinuo.

Cuando el procedimiento se lleva a cabo en continuo, también es posible operar usando una configuración del sistema de reacción que incluya el reciclado parcial a la sección de reacción de la fase orgánica del efluente que sale de la misma sección de reacción, después de enfriamiento, separación y retirada de la fase acuosa de la fase orgánica.

La reacción de alquilación de benceno con IPA como agente alquilante o combinaciones de IPA y propileno, en cualquier caso sigue siendo exotérmica a pesar de la presencia de IPA y para mantener la temperatura en un rango preferido y reducir la formación de subproductos de compuestos aromáticos polialquilados, el catalizador puede disponerse en el reactor en varias capas dentro de un reactor de lecho fijo.

Se efectúa un enfriamiento rápido entre una capa y otra con disolventes inertes y parte del benceno y/o parte del agente alquilante, alcohol isopropílico o combinaciones de alcohol isopropílico/propileno.

Operando así, es posible obtener altas relaciones de benceno/agente alquilante en la única capa, sin aumentar la misma relación global, con una ventaja evidente con respecto a la selectividad para cumeno y, por consiguiente, las operaciones de separación posteriores de la sección de reacción.

El control de la temperatura puede efectuarse no solo efectuando un enfriamiento rápido de los reactivos y/o los productos inertes, sino también por interenfriamiento entre las capas.

La reacción de alquilación puede llevarse a cabo convenientemente en dos o más reactores en serie, interenfriados para controlar la temperatura. La alimentación del alcohol isopropílico, opcionalmente mezclado con propileno, y/o benceno puede dividirse convenientemente entre los diversos reactores y las diferentes capas del reactor, es decir, el agente alquilante y el benceno se añaden en más de una etapa.

Un aspecto destacable del procedimiento reivindicado en la presente memoria y, en particular, de la etapa de alquilación de benceno con isopropanol o combinaciones de propileno e isopropanol, en fase gaseosa y en presencia de un catalizador que contiene zeolita MTW, es la considerable flexibilidad del uso de nuevo de la acetona, coproducida con fenol, a partir de lo que se obtiene alcohol isopropílico por reducción con hidrógeno.

Esta flexibilidad se hace posible, de hecho, por el uso, en nuestro procedimiento, del catalizador a base de zeolita MTW, que garantiza la ausencia de los fenómenos de reducción de las actuaciones y la rápida desactivación típica de catalizadores ácidos sólidos debido a la presencia de agua formada por el uso de alcohol isopropílico como agente alquilante de benceno.

Los siguientes ejemplos tienen el único propósito de ilustrar la invención reivindicada en la presente memoria sin limitar sus objetivos de ningún modo.

Ejemplo 1

Se llevó a cabo un análisis de alquilación de benceno con alcohol isopropílico usando el dispositivo experimental descrito a continuación.

El dispositivo experimental consiste en tanques para los reactivos, benceno y alcohol isopropílico, bombas de alimentación de los reactivos al reactor, unidades de precalentamiento de los reactivos, reactor de acero situado dentro de un horno de calentamiento eléctrico, bucle de regulación de la temperatura dentro del reactor, bucle de regulación de la presión dentro del reactor, agente de enfriamiento del efluente del reactor y sistema de recogida de los productos líquidos y gaseosos.

En particular, el reactor consiste en un tubo de acero cilíndrico con un sistema de sellado mecánico y un diámetro igual a aproximadamente 2 cm.

A lo largo del eje mayor del reactor hay una cavidad termométrica que tiene un diámetro igual a 1 mm, que contiene en su interior un termopar libre para deslizarse a lo largo del eje mayor del reactor.

Se carga en el reactor un catalizador que contiene zeolita ZSM-12 preparada como se describió en el ejemplo 2 de la patente de EE. UU. 2003/0069459.

Se carga una cantidad de material inerte por encima y por debajo del lecho catalítico para completar el lecho.

Se alimentan los reactivos, benceno e isopropanol (IPA), al reactor - precalentado y premezclado en un mezclador apropiado - con flujo ascendente.

Los productos de reacción se analizan vía cromatografía de gases. Las condiciones de reacción en las que se lleva a cabo el análisis son las siguientes:

Temperatura de reacción: 190 °C

Presión de reacción: 0.8 MPa (8 bar)

WHSV (velocidad espacial horaria en peso, por sus siglas en inglés): 4 h^{-1}

[Benceno]/[IPA] en la alimentación: 3.25 mol/mol

Estas condiciones aseguran que los reactivos estén en fase gaseosa y los productos parcialmente en fase líquida.

La atribución del estado físico de la mezcla de reactivos se efectúa tanto por comparación con los diagramas de fase que existen para los componentes y las mezclas en cuestión, como también por cálculo, adoptando la ecuación de estado RKS (Soave. G. *Chem. Eng. Sci* 27, 1197, (1972)). Los parámetros de interacción para esta ecuación se obtienen a partir de la regresión de los datos experimentales de la bibliografía relativos al equilibrio líquido-vapor y las solubilidades recíprocas de las mezclas hidrocarburo-agua (C. C. Li, J. J. McKetta *J. Chem. Eng. Data* 8 271-275 (1963) y C. Tsionopoulos, G. M. Wilson *AIChE Journal* 29, 990-999, (1983)).

Se integra el sistema de reacción al que se aplica la ecuación anterior, con respecto a las composiciones, en el sistema

[benceno]/[propileno] = 3.25 y

[benceno]/[agua] = 3.25

La concentración de agua total presente en el sistema con la conversión completa del reactivo alcohol isopropílico es igual a aproximadamente un 5 %.

La figura 1 indica la tendencia de la selectividad molar [Ar]/[IPA] (cumeno + diisopropilbencenos + triisopropilbencenos con respecto al total de IPA convertido) con relación a la productividad del catalizador expresada en kilos de cumeno por kilo de zeolita ZSM-12 y la tendencia de la selectividad molar [Cum]/[IPA] (cumeno con respecto al total de IPA convertido) con relación a la productividad del catalizador en kilos de cumeno por kilo de zeolita ZSM-12.

Para la totalidad de la duración del análisis (aproximadamente 620 horas) no se observaron signos de desactivación del catalizador, tales como, por ejemplo, una caída en la conversión del alcohol (no mostrado en la figura 1, pero cuantitativo para la totalidad de la duración del análisis) o un incremento en la fracción polialquilada.

Las selectividades durante la totalidad del análisis, de hecho, permanecieron inalteradas con valores iguales a aproximadamente un 82 % para la selectividad [Cum]/[IPA] y aproximadamente un 98,8 % para la selectividad [Ar]/[IPA].

Ejemplo 2 (comparativo)

Los resultados obtenidos en el ejemplo previo se comparan con los obtenidos usando un catalizador que contiene zeolita beta preparada como se describió en el ejemplo 4 de la patente de europea EP 847802.

Los dos catalizadores, el del ejemplo 1 y el del ejemplo 2 comparativo, contienen aproximadamente un 50 % de fase activa.

Se usa el mismo equipo experimental descrito en el ejemplo 1, en las mismas condiciones de operación que aseguran que los reactivos están en fase gaseosa y los productos parcialmente en fase líquida.

- 5 La atribución del estado físico de la mezcla de reactivos se efectúa como se describió previamente en el ejemplo 1.

La figura 2 indica la tendencia de la selectividad molar $[Ar]/[IPA]$ y la selectividad molar $[Cum]/[IPA]$ con relación a la productividad del catalizador.

- 10 Después de aproximadamente 160 horas de funcionamiento, la conversión del alcohol ya se había reducido por un 2.5 %. Este valor demuestra claramente, en las mismas condiciones de operación, la mayor estabilidad con el tiempo del catalizador que contiene ZSM-12 en la alquilación de benceno con isopropanol en fase gaseosa y, por lo tanto, su productividad más alta.

- 15 El catalizador que contiene ZSM-12, objeto de la invención, es más selectivo con respecto a los productos aromáticos útiles totales (aproximadamente un 0.5 % más) y una comparación con las tendencias indicadas en las figuras 1 y 2 también muestra que el catalizador que contiene ZSM-12, objeto de la invención, es mucho más selectivo con respecto al cumeno (aproximadamente un 20 % más).

REIVINDICACIONES

- 5 1) Un procedimiento para la alquilación de benceno con isopropanol, o una combinación de isopropanol y propileno, que comprende efectuar dicha reacción de alquilación en condiciones de presión y temperatura en las que los reactivos estén en fase gaseosa, mientras los productos son al menos parcialmente líquidos, en presencia de un sistema catalítico que contiene una zeolita del tipo estructural MTW, en donde dicha temperatura varía de 150 °C a 230 °C, dicha presión varía de 0,5 MPa a 2 MPa (5 bar a 20 bar), dicha zeolita es ZSM-12 y en donde dicha reacción se lleva a cabo con una relación molar entre benceno e isopropanol, o entre benceno y una combinación de isopropanol y propileno, que varía de 2 a 4.
- 10 2) El procedimiento según la reivindicación 1, en donde la zeolita se usa en la forma en que el sitio catiónico presente en la zeolita esté ocupado en al menos un 50 % por iones hidrógeno.
- 3) El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde la zeolita se usa en la forma ligada con un ligando.
- 4) El procedimiento según la reivindicación 3, en donde el ligando se selecciona de: alúmina, sílice, un silicoaluminato, titanía, circonia o arcilla.
- 15 5) El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde la presión es menor que 1 MPa (10 bar).
- 6) El procedimiento según la reivindicación 1, en donde, cuando la mezcla alquilante consiste en isopropanol y propileno, la reacción se lleva a cabo con una relación molar entre isopropanol y propileno que varía entre 10 y 0.01.
- 20 7) El procedimiento para la alquilación de benceno según la reivindicación 6, en donde la reacción se lleva a cabo con una relación molar entre isopropanol y propileno que varía entre 5 y 0.1.
- 8) El procedimiento según una o más de las reivindicaciones previas, en donde el sistema catalítico contiene fósforo.
- 9) El procedimiento según la reivindicación 8, en donde el sistema catalítico contiene fósforo en una cantidad más baja que un 3 % en peso con respecto al peso total de la composición catalítica.
- 25 10) El procedimiento de alquilación de benceno según la reivindicación 1, en donde parte de la fase orgánica del efluente de reacción se realimenta a la misma reacción, después de enfriamiento, separación de la fase orgánica de la fase acuosa y retirada de la fase acuosa.
- 11) El procedimiento para la alquilación de benceno según la reivindicación 1, en donde los productos polialquilados presentes en el efluente de reacción que proceden de la reacción de alquilación se separan en una sección específica de fraccionamiento y se envían a una sección de transalquilación con benceno.

Fig. 1

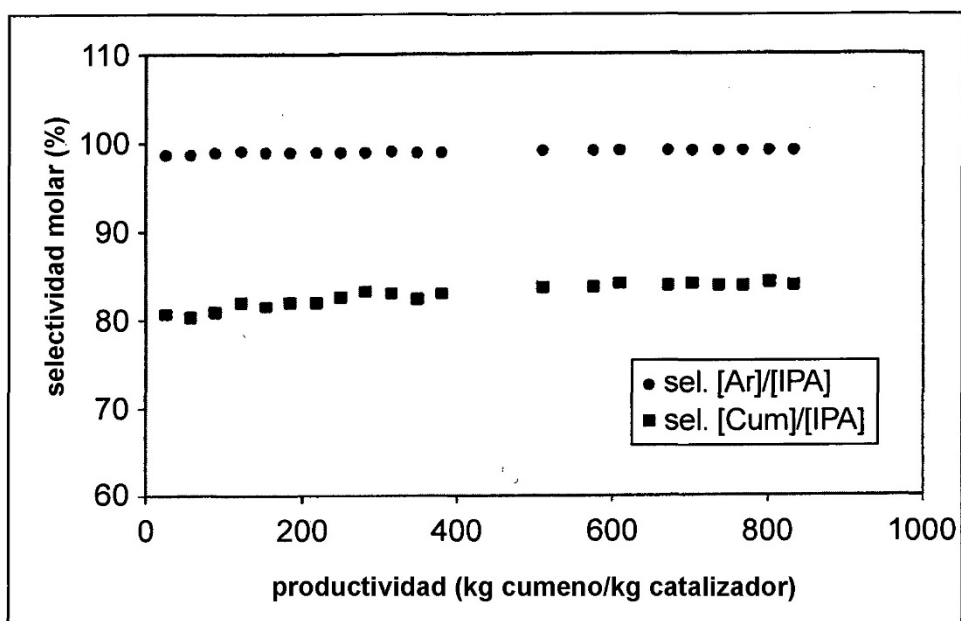


Fig. 2

