

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 759 938**

51 Int. Cl.:

C07C 2/66 (2006.01)

C07C 6/12 (2006.01)

C07C 15/02 (2006.01)

C07C 15/085 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.06.2012 PCT/US2012/044313**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.01.2014 WO14003732**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.06.2012 E 12735700 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.09.2019 EP 2867191**

54 Título: **Procedimiento de producción de cumeno**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
12.05.2020

73 Titular/es:
BADGER LICENSING, LLC (100.0%)
One Financial Center
Boston, MA 02111, US

72 Inventor/es:
HWANG, SHYH-YUAN H. y
JOHNSON, DANA E.

74 Agente/Representante:
CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 759 938 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 de producción de cumeno

Campo

5 La presente solicitud se refiere a un procedimiento para producir cumeno. Más particularmente, la presente solicitud se refiere a un procedimiento para mejorar el rendimiento de cumeno en un procedimiento de producción de cumeno en base a zeolita.

Antecedentes

10 El cumeno es un intermediario importante en las industrias química y de polímeros. La mayoría de todos los cumenos fabricados en el mundo hoy en día se utilizan para la producción de fenol. La demanda de fenol para la fabricación de bisfenol-A y, posteriormente, de policarbonatos se está acelerando, debido a la ampliación de las aplicaciones de policarbonatos en las industrias electrónica, sanitaria y automovilística.

El cumeno se produce típicamente alquilando benceno con un agente alquilante C₃, como propileno, bajo condiciones de fase líquida o de fase gaseosa líquida mixta en presencia de catalizadores ácidos, particularmente catalizadores de zeolita.

15 Schmidt et al., "Industrial Catalytic Processes - Phenol Production", Applied Catalysis A: General, Elsevier Science, Amsterdam NL, Vol 280(1), pages 89-103, 2005 divulga un procedimiento para la producción de cumeno mediante la alquilación de benceno con propileno sobre catalizadores de zeolita, como beta y MCM-22.

20 Además del cumeno, el procedimiento produce diisopropilbenceno (DIPB), algunos triisopropilbenceno (TIPB) y otros subproductos pesados, por lo que es convencional transalquilar los poliisopropilbencenos (PIPB) con benceno para generar cumeno adicional. El producto de la reacción de transalquilación se alimenta luego, junto con el efluente de la reacción de alquilación, a una o más columnas de benceno, para recuperar el benceno sin reaccionar, luego a una o más columnas de cumeno, para recuperar el producto de cumeno deseado. Los fondos de la columna o columnas de cumeno se destilan típicamente de manera adicional en una o más columnas de PIPB para recuperar la mayor parte del DIPB y parte del TIPB para reciclar al transalquilador. El resto del TIPB y esencialmente todos los compuestos más pesados que el TIPB se descargan típicamente en los fondos de la columna PIPB como residuo.

25 En general, también se realiza una purga aromática en la cabeza de la columna PIPB para eliminar el exceso de butilbencenos y cimeno producidos en el reactor de alquilación debido a la presencia de buteno en la alimentación de propileno y tolueno en la alimentación de benceno. Esta purga aromática típicamente representa una pérdida de rendimiento de aproximadamente 0,3 a 1,0 %, a pesar de que la concentración total de butilbencenos y cimeno en esta purga aromática es típicamente menor al 10 % en peso, siendo el resto principalmente compuestos recuperables como cumeno y DIPB.

30

35 Voronina, G. A., et al, "Conversion of Butylbenzene Fractions under Alkylation Conditions", Neftepererabotka I Neftekhimiya (Moscow, Russian Federation), 5, 33-4, 1988 es dirigida a la producción de cumeno por propilación de benceno sobre un catalizador de cloruro de aluminio y divulga que los butilbencenos reciclados pueden convertirse en polialquilbencenos de alto punto de ebullición sobre el catalizador de propilación de cloruro de aluminio.

Ahora se ha encontrado que, si al menos parte de la purga aromática se recicla al reactor de alquilación, el butilbenceno y el cimeno dentro de la purga aromática pueden alquilarse a precursores de cumeno útiles y compuestos más pesados que el triisopropilbenceno. Los compuestos más pesados pueden eliminarse efectivamente del sistema corriente abajo del reactor de alquilación, mientras que los precursores de cumeno pueden reciclarse para producir cumeno adicional. Los compuestos recuperables contenidos dentro de la purga aromática, como el cumeno y el DIPB, se convierten en parte en precursores de cumeno recuperables en el alquilador y se reciclan por completo para producir cumeno adicional. En consecuencia, se puede lograr una mejora en el rendimiento del procedimiento de cumeno.

40

Sumario

45 En un aspecto, la invención reside en un procedimiento para producir cumeno que comprende poner en contacto benceno y un agente alquilante C₃ bajo condiciones de alquilación con un catalizador de alquilación en una zona de alquilación para producir un efluente de alquilación que comprende cumeno y compuestos alquilaromáticos más pesados que el cumeno, en el que dicho catalizador de alquilación comprende al menos un catalizador de zeolita seleccionado del grupo que consiste en ZSM-3, ZSM-4, ZSM-5, ZSM-11, ZSM-12, ZSM-14, ZSM-18, ZSM-20, ZSM-22, ZSM-23, ZSM-35, ZSM-48, zeolita beta, zeolita Y, Y ultraestable (USY), Y desaluminizado (Deal Y), mordenita MCM-22, PSH-3, SSZ-25, ERB-1, ITQ-1, ITQ-2, MCM-36, MCM-49, MCM-56 y UZM-8; recuperar cumeno del efluente de alquilación para dejar una corriente de subproducto que contiene los compuestos alquilaromáticos más pesados que el cumeno; separar la corriente de subproductos que contiene dichos compuestos alquilaromáticos más pesados que el cumeno en una corriente que contiene poliisopropilbenceno, una corriente de cabeza aromática que comprende butilbenceno y/o cimeno en una concentración total de hasta 50 % en peso, y una corriente de fondos; reciclar al menos parte de la corriente de cabeza aromática a la zona de alquilación;

50

55

y poner en contacto la corriente que contiene poliisopropilbenceno con benceno en presencia de un catalizador de transalquilación en una zona de transalquilación para producir un efluente de transalquilación que comprende cumeno adicional, en el que el butilbenceno y/o cimeno en la corriente de cabeza reaccionan en parte en el reactor de alquilación en parte para producir compuestos más pesados que TIPB y en parte para producir compuestos precursores de cumeno C₁₅, tales como sec-butilcumenos, tert-butilcumenos y metil-diisopropilbencenos, en el que estos compuestos precursores de cumeno se recuperan del efluente de alquilación en la etapa (c) como parte de la corriente que contiene poliisopropilbenceno y se reciclan a la zona de transalquilación donde reaccionan con benceno para producir cumeno adicional.

El cumeno adicional se puede recuperar del efluente de transalquilación, generalmente después de que el efluente de transalquilación se haya combinado con el efluente de alquilación.

En general, la corriente de cabeza aromática comprende de 0,1 a 40 % en peso, tal como de 0,2 a 20 % en peso, de la corriente de subproductos.

La corriente de cabeza aromática comprende butilbenceno y cimeno en una concentración total de hasta 50 % en peso, tal como de 0,1 a 30 % en peso.

15 Descripción detallada

En la presente memoria se describe un procedimiento para producir cumeno mediante la alquilación de benceno con un agente alquilante C₃, particularmente propileno, isopropanol o su mezcla, en presencia de un catalizador de alquilación en una zona de alquilación. Además del benceno sin reaccionar y el producto cumeno deseado, el efluente de la reacción de alquilación comprende diversos compuestos alquilaromáticos más pesados que el cumeno, particularmente diisopropilbenceno (DIPB) y triisopropilbenceno (TIPB), así como ciertos subproductos adicionales resultantes de la reacción de impurezas en el benceno y la alimentación de agente de alquilación C₃. Típico de tales subproductos son los butilbencenos y cimenos. Los butilbencenos y cimenos se eliminan del sistema a través de una corriente de cabeza aromática en la columna PIPB. La corriente de cabeza aromática generalmente contiene menos del 10 % en peso de butilbencenos y cimenos, siendo el resto principalmente compuestos recuperables tales como cumeno y DIPB. Tal purga típicamente representa una pérdida de rendimiento global de cumeno de aproximadamente 0,3 a 1,0 %. En el presente procedimiento, en lugar de purgar toda la corriente de cabeza aromática, al menos parte de la corriente de cabeza aromática se recicla al reactor de alquilación para producir compuestos precursores de cumeno que pueden convertirse en un producto de cumeno adicional y, por lo tanto, mejorar el rendimiento global de cumeno.

La reacción de alquilación se realiza típicamente a una temperatura de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 350 °C, por ejemplo, aproximadamente 50 °C a aproximadamente 300 °C, tal como aproximadamente 100 °C a 280 °C, y una presión de aproximadamente 100 kPa a aproximadamente 20.000 kPa, por ejemplo aproximadamente 500 kPa a aproximadamente 10.000 kPa, de modo que al menos parte de la mezcla de reacción se mantenga en la fase líquida durante el procedimiento. Generalmente, la proporción molar de benceno al agente alquilante C₃ se mantiene dentro del intervalo de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 30:1, típicamente de 1,1:1 a 10:1. Aunque se puede usar cualquier agente alquilante C₃ para la etapa de alquilación, el presente procedimiento tiene una aplicación particular donde el agente alquilante C₃ es propileno, isopropanol o su mezcla.

El catalizador empleado en la reacción de alquilación generalmente comprende al menos un tamiz molecular de la familia MCM-22. Como se usa en la presente memoria, el término "tamiz molecular de la familia MCM-22" (o "material de la familia MCM-22" o "material de la familia MCM-22" o "zeolita de la familia MCM-22") incluye uno o más de:

- tamices moleculares hechos de una celda unitaria de bloque de construcción cristalina común de primer grado, cuya celda unitaria tiene la topología marco MWW. (Una celda unitaria es una disposición espacial de átomos que, si se coloca en mosaico en un espacio tridimensional, describe la estructura cristalina. Dichas estructuras cristalinas se analizan en el "Atlas of Zeolite Framework Types", Fifth edition, 2001);

- tamices moleculares realizados de un bloque de construcción común de segundo grado, que es un mosaico bidimensional de dichas celdas unitarias de topología de estructura MWW, formando una monocapa de un grosor de celda unitaria, preferiblemente un grosor de celda de unidad c;

- tamices moleculares realizados de bloques de construcción comunes de segundo grado, que son capas de una o más unidades de grosor de celda, en el que la capa de más de una unidad de grosor de celda está hecha de apilar, empacar o enlazar al menos dos monocapas de una unidad de grosor de celda. El apilamiento de dichos bloques de construcción de segundo grado puede ser de manera regular, de manera irregular, de manera aleatoria o cualquier combinación de estos; y

- tamices moleculares realizados por cualquier combinación regular o aleatoria bidimensional o tridimensional de celdas unitarias que tengan la topología marco MWW.

Los tamices moleculares de la familia MCM-22 incluyen aquellos tamices moleculares que tienen un patrón de difracción de rayos X que incluye máximos de espaciamiento d a $12,4 \pm 0,25$, $6,9 \pm 0,15$, $3,57 \pm 0,07$ y $3,42 \pm 0,07$ Angstrom. Los datos de difracción de rayos X utilizados para caracterizar el material se obtienen mediante técnicas estándar utilizando el doblete de cobre K-alfa como radiación incidente y un difractómetro equipado con un contador de centelleo y una computadora asociada como sistema de recolección.

Los materiales de la familia MCM-22 incluyen MCM-22 (descrito en la Patente de Estados Unidos No. 4,954,325), PSH-3 (descrito en la Patente de Estados Unidos No. 4,439,409), SSZ-25 (descrito en la Patente de Estados Unidos No. 4,826,667), ERB-1 (descrito en la Patente Europea No. 0293032), ITQ-1 (descrito en la Patente de Estados Unidos No. 6,077,498), ITQ-2 (descrito en la Publicación Internacional de Patente No. WO97/17290), MCM-36 (descrito en la Patente de Estados Unidos No. 5,250,277), MCM-49 (descrito en la patente de Estados Unidos No. 5,236,575), MCM-56 (descrito en la patente de Estados Unidos No. 5,362,697), UZM-8 (descrito en la patente de Estados Unidos No. 6,756,030) y mezclas de los mismos.

Además, o en lugar del material de la familia MCM-22, el catalizador de alquilación puede comprender al menos un tamiz molecular de poro medio que tiene un índice de restricción de 2-12 (definido en la Patente de Estados Unidos N° 4,016,218). Los tamices moleculares de poro medio adecuados incluyen ZSM-5, ZSM-11, ZSM-12, ZSM-22, ZSM-23, ZSM-35 y ZSM-48. Se describe en detalle ZSM-5 en las patentes de Estados Unidos Nos. 3,702,886 y Re. 29,948. Se describe en detalle ZSM-11 en la patente de Estados Unidos No. 3,709,979. Se describe ZSM-12 en la patente de Estados Unidos No. 3,832,449. Se describe ZSM-22 en la patente de Estados Unidos No. 4,556,477. Se describe ZSM-23 en la patente de Estados Unidos No. 4,076,842. Se describe ZSM-35 en la patente de Estados Unidos No. 4,016,245. Se describe ZSM-48 más particularmente en la patente de Estados Unidos No. 4,234,231.

Alternativamente, el catalizador de alquilación puede comprender uno o más tamices moleculares de poros grandes que tienen un índice de restricción menor que 2 además del material de la familia MCM-22. Los tamices moleculares de poros grandes adecuados incluyen zeolita beta, zeolita Y, Y ultraestable (USY), Y desaluminizada (Deal Y), mordenita, ZSM-3, ZSM-4, ZSM-18 y ZSM-20. La zeolita ZSM-14 se describe en la patente de Estados Unidos No. 3,923,636. La zeolita ZSM-20 se describe en la patente de Estados Unidos No. 3,972,983. La zeolita Beta se describe en las patentes de Estados Unidos Nos. 3,308,069, y Re. No. 28,341. El tamiz molecular Y ultraestable bajo en sodio (USY) se describe en las patentes de Estados Unidos Nos. 3,293,192 y 3,449,070. La zeolita Y desaluminizada (Deal Y) puede prepararse por el procedimiento encontrado en la patente de Estados Unidos No. 3,442,795. La zeolita UHP-Y se describe en la patente de Estados Unidos No. 4,401,556. La mordenita es un material natural pero también está disponible en formas sintéticas, como la mordenita TEA (es decir, la mordenita sintética preparada a partir de una mezcla de reacción que comprende un agente director de tetraetilamonio). La mordenita TEA se divulga en las patentes de Estados Unidos Nos. 3,766,093 y 3,894,104.

Los tamices moleculares anteriores pueden usarse como el catalizador de alquilación sin ningún aglomerante o matriz, es decir, en la denominada forma autolimitada. Alternativamente, el tamiz molecular puede estar compuesto con otro material que sea resistente a las temperaturas y otras condiciones empleadas en la reacción de alquilación. Dichos materiales incluyen materiales activos e inactivos y zeolitas sintéticas o de origen natural, así como materiales inorgánicos como arcillas y/u óxidos como alúmina, sílice, sílice-alúmina, circonia, titania, magnesia o mezclas de estos y otros óxidos. Este último puede ser de origen natural o en forma de precipitados gelatinosos o geles que incluyen mezclas de sílice y óxidos metálicos. Las arcillas también se pueden incluir con los aglomerantes de tipo óxido para modificar las propiedades mecánicas del catalizador o para ayudar en su fabricación. El uso de un material junto con el tamiz molecular, es decir, combinado con él o presente durante su síntesis, que en sí mismo es catalíticamente activo, puede cambiar la conversión y/o selectividad del catalizador. Los materiales inactivos sirven adecuadamente como diluyentes para controlar la cantidad de conversión para que los productos puedan obtenerse de manera económica y ordenada sin emplear otros medios para controlar la tasa de reacción. Estos materiales pueden incorporarse en arcillas de origen natural, por ejemplo, bentonita y caolín, para mejorar la resistencia al aplastamiento del catalizador bajo condiciones operativas comerciales y funcionar como aglomerantes o matrices para el catalizador. Las proporciones relativas de tamiz molecular y matriz de óxido inorgánico varían ampliamente, con un contenido de tamiz que varía de aproximadamente 1 a aproximadamente 90 % en peso y más usualmente, de manera particular, cuando el material compuesto se prepara en forma de perlas, en el intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 80 % en peso del material compuesto.

La reacción de alquilación se puede llevar a cabo por lotes o de forma continua. Además, la reacción puede llevarse a cabo en un lecho fijo o móvil. Sin embargo, se prefiere la operación de lecho fijo, típicamente con la zona de reacción de alquilación que comprende uno o una pluralidad de lechos de catalizadores de alquilación conectados en serie.

El efluente de la reacción de alquilación comprende benceno sin reaccionar, producto cumeno y una variedad de subproductos resultantes de reacciones no deseadas que compiten inherentemente con la monoalquilación deseada del benceno con el agente alquilante C_3 . Estos subproductos comprenden principalmente especies polialquiladas, especialmente diisopropilbenceno (DIPB), algunos triisopropilbenceno (TIPB), pero también incluyen compuestos aromáticos pesados (C_{15+}) y productos resultantes de la reacción de impurezas presentes en la alimentación comercial de benceno y el agente alquilante C_3 . Por ejemplo, el buteno es una impureza significativa en el propileno comercial y puede reaccionar con el benceno durante la reacción de alquilación para producir butilbencenos,

especialmente tert-butilbenceno y sec-butilbenceno. De manera similar, el tolueno está presente en la mayoría de las materias primas de benceno y puede reaccionar con el agente alquilante C_3 durante la reacción de alquilación para producir cimenos, como el p-cimeno (4-isopropiltolueno).

5 El efluente de la reacción de alquilación se alimenta a una o más columnas de destilación de benceno, donde el benceno sin reaccionar se recupera como una corriente de cabeza para reciclar al reactor de alquilación y/o un reactor de transalquilación (como se describe a continuación). Los fondos de la columna o columnas de benceno se alimentan luego a una o más columnas de destilación de cumeno para recuperar el producto de cumeno deseado. Los fondos de la columna o columnas de cumeno contienen la mayoría de los subproductos C_{10+} de la reacción de alquilación y se alimentan a una o más columnas de destilación de PIPB para separar una corriente de PIPB que contiene la mayor parte de DIPB y parte de TIPB para el paso al reactor de transalquilación. El resto del TIPB y esencialmente todos los compuestos más pesados que el TIPB se descargan en los fondos de la columna PIPB como residuo. Además, una corriente de cabeza de C_{12} se retira de la columna PIPB y, en lugar de purgarse completamente del sistema, se recicla, al menos en parte, al reactor de alquilación. En particular, como se ilustra en los Ejemplos, se ha encontrado que los compuestos irre recuperables en esta corriente de cabeza, como el butilbenceno y el cimeno, reaccionan en el reactor de alquilación en parte para producir compuestos más pesados que TIPB y en parte para producir compuestos precursores de cumeno C_{15} , como sec-butilcumenos, tert-butilcumenos y metil-diisopropilbencenos. Estos compuestos precursores de cumeno se recuperan del efluente de alquilación por la columna o columnas de destilación PIPB como parte de la corriente que contiene DIPB y se reciclan al reactor de transalquilación, donde reaccionan con benceno para producir cumeno adicional. Los compuestos recuperables en la corriente de cabeza, como el cumeno y el DIPB, se convierten en parte en precursores de cumeno y se reciclan por completo para producir cumeno adicional.

Típicamente, la corriente de cabeza aromática comprende de 0,1 a 40 % en peso, típicamente de 0,2 a 20 % en peso de la corriente de subproducto rechazada como fondos por la columna o columnas de cumeno y alimentada a la columna o columnas de PIPB. Donde el agente alquilante C_3 es propileno, isopropanol o su mezcla, la corriente de cabeza aromática comprende butilbenceno y cimeno en una concentración total de hasta 50 % en peso, típicamente de 0,1 a 30 % en peso.

La reacción de transalquilación se lleva a cabo en un reactor separado de la reacción de alquilación e implica hacer reaccionar la corriente de PIPB con benceno adicional en presencia de un catalizador de transalquilación. El catalizador de transalquilación comprende preferiblemente un tamiz molecular seleccionado de MCM-22, PSH-3, SSZ-25, MCM-36, MCM-49, MCM-56 y zeolita beta. Además, el catalizador de transalquilación puede comprender ZSM-5, zeolita X, zeolita Y o mordenita, tal como mordenita TEA. El catalizador de transalquilación puede ser igual o diferente del catalizador de alquilación. Las condiciones de transalquilación adecuadas incluyen una temperatura de 50 °C a 300 °C, una presión de 100 KPa a 20.000 KPa, una velocidad espacial por hora en peso de 0,2 a 20 en la alimentación total y una proporción en peso de benceno/PIPB 0,5:1 a 10:1.

35 Como se usa en la presente memoria, el término hidrocarburo " C_n " en el que n es un número entero positivo, por ejemplo, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, significa un hidrocarburo que tiene un número n de átomos de carbono por molécula. El término hidrocarburo " C_{n+} " en el que n es un número entero positivo, por ejemplo, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, como se usa en la presente memoria, significa un hidrocarburo que tiene al menos un número n de átomos de carbono por molécula. El término hidrocarburo " C_{n-} " en el que n es un número entero positivo, por ejemplo, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, como se usa en la presente memoria, significa un hidrocarburo que no tiene más que un número n de átomos de carbono por molécula.

Los siguientes ejemplos son simplemente ilustrativos y pretenden ser no limitativos.

Ejemplo 1

45 La alquilación de benceno con propileno se llevó a cabo en un reactor de lecho fijo, realizado de un tubo de acero inoxidable 316 Schedule 40 de 3/4 de pulgada (19 mm) de diámetro con una longitud total de 34 pulgadas (864 mm). Se usó un tanque de almacenamiento para benceno y se usó otro tanque para propileno. Se usó una bomba de desplazamiento positivo para alimentar la alimentación de benceno al reactor y se usó otra bomba de desplazamiento positivo para alimentar propileno al reactor. Los cuadales de alimentación de benceno y propileno se establecieron mediante la configuración de bomba y se monitorizaron mediante básculas electrónicas. Las condiciones de operación del reactor fueron controladas y monitorizadas por un sistema de control automático. Una porción del efluente del reactor se hizo circular de regreso a la entrada del reactor mediante una bomba centrífuga para controlar el aumento de temperatura a través del lecho del catalizador. La materia prima y el efluente del reactor se analizaron mediante tres cromatógrafos de gases Hewlett Packard 5890 Serie II, el primero equipado con una columna Chrompack CP-Wax 52CB que tiene un diámetro interno de 0,25 mm, un espesor de película de 0,5 μ m y una longitud de 60 metros, el segundo equipado con una columna Agilent DB-1 con un diámetro interno de 0,32 mm, un espesor de película de 0,5 μ m y una longitud de 60 metros, y el tercero equipado con una columna Agilent HP-PONA con un diámetro interno de 0,20 mm, espesor de película de 0,5 μ m y longitud de 50 metros.

Se cargaron 43 gramos de un catalizador de la familia MCM-22 en el reactor de lecho fijo. El reactor se calentó en benceno puro y el catalizador se secó a 150 °C. La temperatura del reactor se redujo a 128 °C antes de que se

introdujera la alimentación de propileno. La velocidad espacial por hora de peso de alimentación de propileno (WHSV) fue de $0,7 \text{ hr}^{-1}$, la proporción de alimentación de benceno a propileno fue 2:1 molar, y la temperatura de entrada del reactor fue de $128 \text{ }^\circ\text{C}$. La circulación del reactor se ajustó para controlar el aumento de temperatura a través del lecho de catalizador por debajo de $30 \text{ }^\circ\text{C}$. El rendimiento del catalizador fue estable.

5 La alimentación de benceno puro se cambió luego a una alimentación que contenía 99 % de benceno y 1 % de tert-butilbenceno durante cuatro días durante los cuales el rendimiento del catalizador permaneció estable. El análisis de la muestra de efluente del reactor indicó que la conversión de tert-butilbenceno fue del 27 % con la siguiente selectividad:

- 12 % para isobutano;

10 • 73 % para tert-butilcumenos; y

- 15 % para compuestos más pesados que TIPB.

15 El isobutano producido se puede purgar fácilmente del sistema como parte de la purga de gas de cabeza de la columna de benceno. Los compuestos más pesados que TIPB pueden purgarse efectivamente del sistema en los fondos de la columna PIPB como parte de los residuos debido a sus altos puntos de ebullición. Los tert-butilcumenos pueden recuperarse como parte de la corriente de reciclado de PIPB y reciclarse nuevamente al tranalquilador con benceno, donde pueden reaccionar con benceno para formar cumeno y tert-butilbenceno. El cumeno adicional fabricado se puede recuperar por destilación en la columna de cumeno como parte del producto de cumeno deseado y el tert-butilbenceno se puede recuperar en la columna PIPB de cabeza y reciclar de nuevo al alquilador hasta que se extinga.

20 **Ejemplo 2**

La misma configuración del reactor y la carga del catalizador descrita en el Ejemplo 1 se usaron en este Ejemplo. Se usó una alimentación que contenía 99 % de benceno y 1 % de sec-butilbenceno durante tres días durante los cuales el rendimiento del catalizador permaneció estable. El análisis de la muestra de efluente del reactor indicó que la conversión de sec-butilbenceno fue del 16 % con la siguiente selectividad:

25 • 91% para sec-butilcumenos; y

- 9 % para compuestos más pesados que TIPB.

30 Los compuestos más pesados que TIPB pueden purgarse efectivamente del sistema en los fondos de la columna PIPB como parte de los residuos debido a sus altos puntos de ebullición. Los sec-butilcumenos pueden recuperarse como parte de la corriente de reciclado PIPB y reciclarse nuevamente al tranalquilador con benceno, donde pueden reaccionar con benceno para formar cumeno y sec-butilbenceno. El cumeno adicional se puede recuperar por destilación en la columna de cumeno como parte del producto de cumeno deseado y el sec-butilbenceno se puede recuperar en la columna PIPB de cabeza y reciclar de nuevo al alquilador hasta que se extinga.

Ejemplo 3

35 La misma configuración del reactor y la carga del catalizador descrita en el Ejemplo 1 se usaron en este ejemplo. Se usó una alimentación que contenía 99 % de benceno y 1 % de para-cimeno durante cuatro días, período durante el cual el rendimiento del catalizador permaneció estable. El análisis de la muestra de efluentes del reactor indica que la conversión de para-cimeno fue del 20 % con la siguiente selectividad:

- 87 % para metil-DIPB; y

- 13 % para compuestos más pesados que TIPB

40 Los compuestos más pesados que TIPB pueden purgarse efectivamente del sistema en los fondos de la columna PIPB como parte de los residuos debido a sus altos puntos de ebullición. El metil-DIPB puede recuperarse como parte de la corriente de reciclado de PIPB y reciclarse nuevamente al tranalquilador con benceno, donde pueden reaccionar con benceno para formar cumeno y para-cimeno. El cumeno adicional producido puede recuperarse por destilación en la columna de cumeno como parte del producto de cumeno deseado y el para-cimeno puede recuperarse en la columna PIPB de cabeza y reciclarse de nuevo al alquilador hasta su extinción.

45 Los resultados experimentales descritos anteriormente, por lo tanto, indican que la eficiencia del procedimiento de producción comercial de cumeno se puede mejorar reciclando al menos parte de la columna PIPB de purga aromática de cabeza al reactor de alquilación.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir cumeno, comprendiendo el procedimiento:
 - 5 (a) poner en contacto benceno y un agente alquilante C₃ bajo condiciones de alquilación con un catalizador de alquilación en una zona de alquilación para producir un efluente de alquilación que comprenda cumeno y compuestos alquilaromáticos más pesados que cumeno, en el que dicho catalizador de alquilación comprende al menos un catalizador de zeolita seleccionado del grupo que consiste de ZSM-3, ZSM-4, ZSM-5, ZSM-11, ZSM-12, ZSM-14, ZSM-18, ZSM-20, ZSM-22, ZSM-23, ZSM-35, ZSM-48, zeolita beta, zeolita Y, Y ultraestable (USY), Y desaluminizado (Deal Y), mordenita, MCM-22, PSH-3, SSZ-25, ERB-1, ITQ-1, ITQ-2, MCM-36, MCM-49, MCM-56 y UZM-8;
 - 10 (b) recuperar cumeno de dicho efluente de alquilación para dejar una corriente de subproducto que contiene dichos compuestos alquilaromáticos más pesados que el cumeno;
 - (c) separar la corriente de subproducto en una corriente que contiene poliisopropilbenceno, una corriente de cabeza aromática que comprende butilbenceno y/o cimeno en una concentración total de hasta 50 % en peso, y una corriente de fondos;
 - 15 (d) reciclar al menos parte de la corriente de cabeza aromática a la zona de alquilación; y
 - (e) poner en contacto la corriente que contiene poliisopropilbenceno con benceno en presencia de un catalizador de transalquilación en una zona de transalquilación para producir un efluente de transalquilación que comprende cumeno;
 - 20 en el que el butilbenceno y/o el cimeno en la corriente de cabeza reaccionan en el reactor de alquilación en parte para producir compuestos más pesados que el triisopropilbenceno (TIPB) y en parte para producir compuestos precursores de cumeno C₁₅-, tales como sec-butilcumenos, tert-butilcumenos y metil-diisopropilbencenos, en el que estos compuestos precursores de cumeno se recuperan del efluente de alquilación en la etapa (c) como parte de la corriente que contiene poliisopropilbenceno y se reciclan a la zona de transalquilación donde reaccionan con benceno para producir cumeno adicional.
- 25 2. El procedimiento de la reivindicación 1 y que comprende además:
 - (f) recuperar cumeno del efluente de transalquilación.
3. El procedimiento de la reivindicación 2, en el que el efluente de alquilación y el efluente de transalquilación se combinan antes de recuperar el cumeno de los efluentes.
4. El procedimiento de cualquier reivindicación precedente, en el que la corriente de cabeza aromática comprende de 0,1 a 40 % en peso de la corriente de subproducto.
- 30 5. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el butilbenceno en la corriente de cabeza se alquila para producir butilcumenos y uno o más compuestos más pesados que el triisopropilbenceno en la zona de alquilación.
6. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el cimeno en la corriente de cabeza se alquila para producir metil-diisopropilbencenos y uno o más compuestos más pesados que el triisopropilbenceno en la zona de alquilación.
- 35 7. El procedimiento de cualquier reivindicación precedente, en el que la recuperación (b) comprende destilación en una o más columnas de destilación.
8. El procedimiento de cualquier reivindicación precedente, en el que la separación (c) comprende destilación en una o más columnas de destilación.
- 40 9. El procedimiento de la reivindicación 2, en el que la recuperación (f) comprende destilación en una o más columnas de destilación.
10. El procedimiento de cualquier reivindicación precedente y que comprende además:
 - (g) recuperar benceno sin reaccionar del efluente de alquilación y reciclar el benceno sin reaccionar a la zona de alquilación.
- 45 11. El procedimiento de la reivindicación 2 o la reivindicación 9 y que comprende además:
 - (h) recuperar benceno sin reaccionar del efluente de alquilación y efluente de transalquilación y reciclar el benceno sin reaccionar al menos a una de la zona de alquilación y la zona de transalquilación.
12. El procedimiento de cualquier reivindicación precedente, en el que:

ES 2 759 938 T3

el efluente de alquilación comprende cumeno, diisopropilbenceno y triisopropilbenceno;
la corriente que contiene poliisopropilbenceno comprende diisopropilbenceno y triisopropilbenceno;
la corriente de cabeza aromática comprende cumeno, butilbenceno y cimeno; y
el producto de fondos comprende triisopropilbenceno y compuestos más pesados que triisopropilbenceno.