



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 281 561**

51 Int. Cl.:  
**C07C 37/86** (2006.01)  
**C07C 45/85** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Número de solicitud europea: **02789328 .8**  
86 Fecha de presentación : **29.10.2002**  
87 Número de publicación de la solicitud: **1458663**  
87 Fecha de publicación de la solicitud: **22.09.2004**

54 Título: **Procedimiento para purificar producto de escisión de hidroperóxido de cumeno.**

30 Prioridad: **29.11.2001 US 683190**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.10.2007**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.10.2007**

73 Titular/es: **GENERAL ELECTRIC COMPANY**  
**1 River Road**  
**Schenectady, New York 12345, US**

72 Inventor/es: **Fulmer, John, William;**  
**Kumbhar, Pramod, S.;**  
**Ramani, Marakani, Venkata y**  
**Singh, Bharat**

74 Agente: **Carpintero López, Francisco**

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 purificar producto de escisión de hidroperóxido de cumeno.

## 5 Antecedentes de la invención

Esta descripción se refiere a procedimientos para la producción de fenol y, más particularmente, a sistemas y procedimientos para purificar productos de escisión de hidroperóxido de cumeno.

10 Se conocen muy bien los procedimientos para la preparación de fenol. El procedimiento de cumeno comprende dos fases: la primera es la oxidación de cumeno mediante el oxígeno del aire a hidroperóxido de cumeno (CHP), y la segunda es la escisión catalítica ácida de CHP (descomposición) a fenol y acetona. Tras producir y escindir el hidrope-  
15 róxido de cumeno (CHP), la mezcla resultante de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno contiene fenol y acetona como los productos principales junto con cantidades variables de impurezas, por ejemplo, alfa-metilestireno, acetofenona, óxido de mesitilo, cumeno, acetaldehído, hidroxiacetona y catalizador ácido residual, por ejemplo, cata-  
20 lizador de ácido sulfúrico. Antes de poder recuperar los productos, es necesario eliminar o neutralizar el catalizador ácido en las mezclas de productos de escisión de CHP debido a que la presencia del catalizador ácido en la posterior destilación obstaculiza la recuperación eficaz del producto y los subproductos de la reacción, además de producir la corrosión del equipo de destilación.

20 Comercialmente, el catalizador de ácido sulfúrico residual presente en la mezcla de productos de escisión se neu-  
traliza con una disolución alcalina acuosa, por ejemplo, hidróxido de sodio acuoso. La disolución acuosa concentrada de sal de sulfato de sodio resultante formada a partir de la reacción del ácido sulfúrico y el hidróxido de sodio se separa  
25 entonces de la mezcla orgánica principal usando una serie de operaciones de extracción líquido-líquido. La mezcla orgánica resultante, ahora libre de ácido sulfúrico, se somete entonces a una serie de destilaciones fraccionadas para recuperar los productos y diversos componentes.

Las patentes de los Estados Unidos números 2.734.085; 2.744.143; 3.931.339; y 5.510.543 enseñan de manera  
30 diversa cómo llevar a cabo la etapa de extracción/neutralización ácida de escisión como un proceso de extracción lí-  
quido-líquido en un reactor utilizando una disolución acuosa circulante de sal de sulfato de sodio concentrada, es decir,  
el extractante, formado *in situ* mediante la reacción de hidróxido de sodio y ácido sulfúrico. Se sabe que la hidroxia-  
cetona está normalmente presente en una cantidad de concentración de 1.200-2.200 partes por millón (ppm) en la mezcla  
35 de productos de escisión de CHP antes de la neutralización. Durante la neutralización, la hidroxiacetona se equilibra y  
se divide en dos fases (orgánica y acuosa) dentro de un recipiente neutralizador en concentraciones aproximadamente  
iguales. La hidroxiacetona es particularmente difícil de eliminar del fenol ya que destila conjuntamente con el fenol  
durante los procesos de rectificación aguas abajo y contamina el producto de fenol final. Aunque la hidroxiacetona  
puede estar presente solamente en cantidades mínimas en el producto de fenol final, la impureza de hidroxiacetona  
40 tiene tendencia a formar color y su presencia hace que la calidad del producto de fenol sea inaceptable para muchas  
aplicaciones de uso final, tales como bisfenol A y policarbonato.

40 Para evitar esto, las patentes de los Estados Unidos números 3.335.070; 3.454.653; 3.692.845; 5.502.259; y  
6.066.767 enseñan de manera diversa cómo eliminar la hidroxiacetona del fenol mediante reacciones de condensa-  
ción y conversión en materiales de punto de ebullición superior, que originan subproductos que pueden separarse más  
fácilmente del fenol en las etapas de destilación posteriores. Se describen procedimientos tanto homogéneos como  
45 heterogéneos que usan tanto agentes de tratamiento ácidos como básicos en las corrientes orgánicas para potenciar  
las reacciones de condensación de la hidroxiacetona, tales como hidróxido de sodio, aminas, zeolitas y resinas de  
intercambio iónico. Sin embargo, este procedimiento de tratamiento es sólo parcialmente eficaz debido a que se forma  
una nueva impureza de 2-metilbenzofurano (2MBF), que también es muy difícil de eliminar del fenol mediante desti-  
lación. Este problema es particularmente difícil ya que su presencia hace también que la calidad del producto de fenol  
50 sea inaceptable para muchas aplicaciones de uso final.

En la conversión de hidroxiacetona en materiales de puntos de ebullición superiores, la patente de los Estados  
Unidos número 6.066.767 (patente '767) describe un procedimiento para purificar fenol usando hidróxido de sodio y  
agentes alcalinos como agentes de tratamiento para potenciar las reacciones de condensación profunda de la hidroxia-  
55 cetona en materiales de puntos de ebullición altos supuestamente libres de 2MBF. En este procedimiento, se extrae  
la mezcla de productos de reacción de CHP con disolución de sal de sulfato de sodio al 10-20 por ciento en peso (%  
en peso) según procedimientos convencionales, y se trata la hidroxiacetona contenida en la fase de la sal acuosa con  
reactivo hidróxido de sodio para formar los productos de condensación profunda que se recirculan en el procedimiento  
y se mezclan con la corriente de fenol-acetona para su eliminación posterior.

60 Se asocian varias desventajas con el procedimiento de la patente '767. En primer lugar, los agentes neutralizantes  
están asociados con altos los costes del material de partida. En el procedimiento de 767, para neutralizar de manera  
eficaz la corriente acuosa ácida de sulfato de sodio al 10-20% en peso deben añadirse grandes cantidades de hidróxido  
de sodio para neutralizar y mantener el exceso de alcalinidad requerido para proporcionar la catálisis. En respuesta a  
esta cantidad de hidróxido de sodio, debe adquirirse y utilizarse ácido sulfúrico adicional para neutralizar el hidróxido  
65 de sodio, de modo que se mantenga el intervalo de control de pH crítico a la vez que se neutraliza la mezcla de  
productos de escisión de CHP. Por tanto, los costes del material de partida son significativos para el procedimiento  
de '767.

En segundo lugar, se forman sales de fenol alcalinas (por ejemplo fenolato de sodio), que pueden producir fluctuaciones de pH, separaciones de fase incompletas durante la neutralización, y que contribuyen a la obstrucción aguas abajo del equipo. Si las sales de fenol alcalinas producen fluctuaciones de pH, y el intervalo de control de pH crítico no puede mantenerse, pueden formarse emulsiones y hacer inutilizables diversos equipos. En tercer lugar, la patente '767 reconoce que productos de condensación profunda no identificados formados a partir de la hidroxiacetona vuelven a entrar en la corriente orgánica y a recircular en el procedimiento. Estos productos de condensación desconocidos pueden contaminar potencialmente el producto de fenol final y se corre el riesgo de producir otros problemas de equipo y calidad. En cuarto lugar, el procedimiento descrito en la patente '767 emplea múltiples fases de extracción para optimizar la eliminación de la hidroxiacetona. Estas múltiples fases de extracción requieren tiempo, trabajo, materiales y equipo adicionales para la puesta en práctica, aumentando por tanto los costes para eliminar la hidroxiacetona hasta niveles aceptables en el producto de fenol final.

En consecuencia, en la técnica sigue habiendo una necesidad de un procedimiento y un sistema para eliminar la hidroxiacetona y otras impurezas de los productos de escisión de hidroperóxido de cumeno hasta niveles aceptables.

### Breve resumen de la invención

Un procedimiento para eliminar las impurezas de una mezcla de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno comprende calentar una fase de sal acuosa que contiene impurezas a una temperatura de aproximadamente 150-350°C durante aproximadamente de 0,5 a 1,5 horas en un entorno no alcalino para formar derivados de impurezas solubles en agua; combinar la fase de sal acuosa que contiene los derivados solubles en agua con una mezcla de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno para formar una mezcla combinada de productos; y separar la fase de sal acuosa que contiene los derivados de impurezas solubles en agua de la mezcla combinada de productos.

En otra realización, el procedimiento para eliminar impurezas de un producto de escisión de hidroperóxido de cumeno comprende calentar una fase de sal acuosa que contiene impurezas a una temperatura y durante un tiempo suficiente como para formar derivados de impurezas solubles en agua, en el que calentar comprende calentar la fase de sal acuosa que contiene las impurezas a una temperatura de aproximadamente 150 a aproximadamente 350° Celsius durante aproximadamente de 0,5 a 1,5 horas bajo una presión de aproximadamente 0,34 a 10,34 MPa (de 50 a aproximadamente 1500 libras por pulgada al cuadrado) en la mezcla de reacción; combinar la fase de sal acuosa que contiene los derivados solubles en agua con una mezcla de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno para formar una mezcla combinada de productos; y separar la fase de sal acuosa que contiene los derivados de impurezas solubles en agua de la mezcla combinada de productos.

Un sistema para purificar una mezcla de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno comprende medios para calentar una fase de sal acuosa que contiene impurezas a una temperatura y durante un tiempo suficiente como para formar derivados de impurezas solubles en agua; medios para combinar la fase de sal acuosa que contiene los derivados solubles en agua con una mezcla de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno para formar una mezcla combinada de productos; y medios para separar fase de sal acuosa que contiene los derivados de impurezas solubles en agua de la mezcla combinada de productos.

En otra realización, el sistema para la purificación de una mezcla de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno comprende una alimentación de la mezcla de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno que contiene impurezas en comunicación fluida con una alimentación de disolución alcalina acuosa; las alimentaciones de mezcla de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno y de disolución alcalina acuosa están en comunicación fluida con un tambor de neutralización que tiene una salida de fase de sal acuosa; una alimentación de fase de sal acuosa que contiene impurezas en comunicación fluida con un recipiente de tratamiento térmico que tiene una salida de fase de sal acuosa tratada térmicamente; y una alimentación de fase de sal acuosa tratada térmicamente que contiene derivados de impurezas solubles en agua en comunicación fluida con la mezcla de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno antes del tambor de neutralización.

### Breve descripción de los dibujos

Refiriéndose ahora a la figura, que es simplemente ilustrativa, en la que los elementos similares están numerados del mismo modo, la figura es un diagrama de flujo esquemático que ilustra una realización a modo de ejemplo de un sistema y procedimiento para eliminar impurezas de los productos de escisión de hidroperóxido de cumeno.

### Descripción detallada de la invención

Los inventores del presente documento han descubierto que las impurezas comunes en la producción de fenol pueden convertirse en derivados solubles en agua aplicando calor a la corriente de fase de sal acuosa circulante. De manera bastante inesperada, la hidroxiacetona y los aldehídos, por ejemplo, acetaldehído y propionaldehído, presentes en esta corriente se convierten de manera efectiva en derivados solubles en agua mediante el tratamiento térmico en ausencia de cualquier aditivo o agente de tratamiento. Estos derivados solubles en agua no son productos de condensación pesados o materiales de alto punto de ebullición que pueden convertirse o reaccionar de manera adicional para formar 2MBF en este entorno. En cambio, estos derivados solubles en agua pueden extraerse usando el equipo existente, y un recipiente de tratamiento térmico adicional. Este recipiente de tratamiento térmico elimina la necesidad de múltiples etapas de extracción aparte del equipo existente, y puede instalarse dentro de las instalaciones existentes. En conse-

cuencia, se evitan o previenen las desventajas de los intentos anteriores que empleaban reacciones de condensación y conversiones en materiales de puntos de ebullición superiores, y similares, mediante el tratamiento térmico de la corriente de fase de sal acuosa circulante.

5 Un procedimiento y un sistema eficaz para la purificación comercial de productos de mezcla de escisión de CHP en la producción de fenol comprende calentar una fase de sal acuosa que contiene impurezas a una temperatura y durante un tiempo suficiente como para formar derivados de impurezas solubles en agua; combinar la fase de sal acuosa que contiene los derivados solubles en agua con una mezcla de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno para formar una mezcla combinada de productos; y separar la fase de sal acuosa que contiene los derivados de  
10 impurezas solubles en agua de la mezcla combinada de productos. El procedimiento y el sistema eliminan o suprimen impurezas tales como óxido de mesitilo, acetaldehído, hidroxiacetona y diversas impurezas que contienen carbonilo y que contienen aldehído, y combinaciones que comprenden al menos una de las impurezas anteriores, hasta niveles aceptables en el producto de fenol final. Para fines de ilustración, se tratará el procedimiento en el contexto de la eliminación de hidroxiacetona de mezclas de productos de escisión de CHP. Sin embargo, pueden eliminarse también  
15 de manera eficaz otros subproductos e impurezas tales como los mencionados anteriormente usando el procedimiento y el sistema descritos en el presente documento.

La figura ilustra un diagrama de flujo que muestra en detalle una realización de un sistema y un procedimiento para eliminar la hidroxiacetona de mezclas de productos de escisión de CHP. Una alimentación 10 de hidroperóxido de cumeno ("alimentación 10 de CHP") y una alimentación 12 de catalizador ácido, por ejemplo, ácido sulfúrico, u otros ácidos minerales, y similares, se alimentan en y se mezclan dentro de un reactor 14 de escisión de hidroperóxido de cumeno ("reactor 14") que tiene una salida de la mezcla de productos de escisión de CHP. Una alimentación 16 de la mezcla de productos de escisión de CHP que contiene impurezas sale del reactor 14, fluye aguas abajo y se mezcla con una disolución acuosa alcalina, tal como hidróxido de sodio acuoso, y similares, (alimentación 18 de disolución acuosa alcalina), antes o cuando entra en un tambor 20 neutralizador ("tambor 20") dispuesto en serie tras el reactor 14, en una cantidad efectiva para neutralizar cualquier catalizador ácido residual presente y mantener el pH de la mezcla de productos de escisión neutralizados resultante dentro del tambor 20. Las alimentaciones 16 y 18 combinadas de mezcla de productos de escisión y disolución acuosa alcalina, respectivamente, comprenden fenol, acetona, cumeno, subproductos y ácido sulfúrico residual, y una disolución acuosa oxidada que comprende de aproximadamente el 10  
30 a aproximadamente el 30 por ciento en peso (% en peso) de disolución de sulfato de sodio que contiene derivados de impurezas solubles en agua, que se tratarán más adelante en mayor detalle.

La cantidad de alimentación 18 de disolución acuosa alcalina puede controlarse utilizando un dispositivo de control de flujo (no mostrado), por ejemplo, una válvula, que se acciona o bien manualmente o bien mediante un operario a través de un interfaz electrónico (no mostrado), y puede monitorizarse opcionalmente utilizando un detector tal como  
35 un detector de presión, detector de salida, detector de la velocidad de flujo, detector del flujo másico, y similares. El tambor 20 contiene una cantidad de disolución acuosa alcalina efectiva para mantener el pH de la mezcla de productos de escisión neutralizados resultante mayor que o igual a aproximadamente 1, preferiblemente mayor que o igual a aproximadamente 3, lo más preferiblemente mayor que o igual a aproximadamente 5; y, a un pH inferior que o igual a aproximadamente 10, preferiblemente inferior que o igual a aproximadamente 7, lo más preferiblemente inferior que o igual a aproximadamente 6.

Puede dejarse que la mezcla de productos de escisión neutralizados sedimente dentro del tambor 20, formando dos fases distintas, una fase orgánica superior y una fase de sal acuosa inferior. La fase orgánica comprende fenol, acetona, cumeno, óxido de mesitilo, alfa metil estireno, acetofenona, alcohol dimetilbencílico, cumilfenol, hidroxiaetona, diversos carbonilos traza y agua disuelta, mientras que la fase de sal acuosa comprende aproximadamente del 10 a aproximadamente el 30% en peso de disolución de sulfato de sodio (formada *in situ* dentro del tambor 20), preferiblemente de aproximadamente el 10 a aproximadamente el 25% en peso de disolución de sulfato de sodio, que contiene impurezas incluyendo, pero sin limitarse a, hidroxiacetona y acetaldehído. El tambor 20 incluye una salida de la fase de sal acuosa, una salida de purga de la fase de sal acuosa y una salida del producto de escisión neutralizado, por lo que la fase orgánica que contiene el producto de escisión neutralizado sale por esa salida como una corriente 22 de productos de escisión neutralizados. La corriente de productos resultante experimenta una etapa de extracción en la que se extraen el fenol y la acetona utilizando técnicas convencionales conocidas por el experto en la técnica. Una parte de la fase de sal acuosa que contiene impurezas no deseadas se purga del tambor 20 como una purga 24 de fase de sal acuosa, mientras que la fase de sal acuosa restante continúa aguas abajo como una corriente 26 de fase de sal acuosa hasta un recipiente 28 de tratamiento térmico ("recipiente 28 de tratamiento térmico"), que tiene una salida de la corriente de fase de sal acuosa tratada térmicamente, y dispuesto en serie tras y en comunicación fluida con el tambor 20. El recipiente 28 de tratamiento térmico está en comunicación fluida y dispuesto en serie tras, preferiblemente en un bucle continuo, con el tambor 20. El bucle continuo comprende un flujo continuo que comienza desde la alimentación 16 de mezcla de producto de escisión de CHP hasta el tambor 20, la corriente 26 de fase de sal acuosa, la corriente 30 de fase de sal acuosa tratada térmicamente y que vuelve a la alimentación 16 de mezcla de producto de escisión de CHP. La(s) concentración(es) de una o más impurezas, por ejemplo, hidroxiacetona, presente(s) en la corriente 26 de fase de sal acuosa puede(n) medirse utilizando técnicas de análisis cuantitativo, por ejemplo, procedimientos de cromatografía de gases usando un cromatógrafo de gases Hewlett Packard.  
65

Una vez que la corriente 26 de fase de sal acuosa entra en el recipiente 28 de tratamiento térmico, el recipiente 28 se mantiene a una temperatura suficiente como para convertir las impurezas en sus derivados solubles en agua. Para lograr tal conversión, el recipiente 28 de tratamiento térmico se mantiene a una temperatura inferior de aproximadamente

## ES 2 281 561 T3

150 grados Celsius (°C), preferiblemente de aproximadamente 170°C, lo más preferiblemente de aproximadamente 200°C, hasta una temperatura superior de aproximadamente 350°C, preferiblemente de aproximadamente 330°C, lo más preferiblemente de aproximadamente 300°C, o un intervalo de temperaturas de aproximadamente 200°C a aproximadamente 300°C y a una presión inferior de aproximadamente 0,34 MPa (50 libras por pulgada al cuadrado (psi)) preferiblemente de aproximadamente 0,699 MPa (100 psi) lo más preferiblemente de aproximadamente 1,38 MPa (200 psi), hasta una presión superior de aproximadamente 10,34 MPa (1500 psi), preferiblemente de aproximadamente 9,65 MPa (1400 psi), lo más preferiblemente de aproximadamente 8,96 MPa (1300 psi) o un intervalo de presión de aproximadamente 1,38 a 8,96 MPa (de 200 a aproximadamente 1300 psi). El pH se monitoriza y se controla para el recipiente 28 de tratamiento térmico, y puede controlarse mediante la cantidad de disolución acuosa alcalina alimentada aguas arriba. Más particularmente, el recipiente 28 contiene una cantidad de disolución acuosa alcalina efectiva para mantener el pH de la mezcla de productos de escisión neutralizados resultante a mayor que o igual a aproximadamente 3, preferiblemente mayor que o igual a aproximadamente 4; y, a un pH inferior que o igual a aproximadamente 6, preferiblemente inferior que o igual a aproximadamente 5.

La tasa de descomposición, o porcentaje de conversión, de hidroxiacetona en derivados solubles en agua también puede monitorizarse, por ejemplo, midiendo cuantitativamente el contenido en hidroxiacetona de la corriente 30 de fase de sal acuosa tratada térmicamente usando técnicas de cromatografía de exclusión de iones, por ejemplo, utilizando un cromatógrafo de iones DX100 disponible comercialmente de Dionex Corporation, Sunnyvale, California. La cantidad de hidroxiacetona presente en la corriente 30 de fase de sal acuosa tratada térmicamente se compara con la cantidad de hidroxiacetona presente en la corriente 26 de fase de sal acuosa neutralizada para determinar si se está logrando el porcentaje de conversión deseado de hidroxiacetona en derivados de hidroxiacetona oxidados solubles en agua. La tasa de descomposición, o conversión, puede optimizarse variando ciertas condiciones de funcionamiento, tales como la tasa de circulación de la corriente de fase de sal acuosa, el tiempo de residencia de la corriente de fase de sal acuosa dentro del recipiente 28 de tratamiento térmico, la temperatura, la presión, y similares. El porcentaje de conversión deseado de hidroxiacetona en derivado de hidroxiacetona oxidado es mayor que aproximadamente el 50 por ciento, preferiblemente mayor que aproximadamente el 80 por ciento, lo más preferiblemente mayor que aproximadamente el 90 por ciento.

La corriente 30 de fase de sal acuosa tratada térmicamente resultante que sale del recipiente 28 generalmente comprende de aproximadamente el 10 a aproximadamente el 30% en peso de disolución de sulfato de sodio que contiene los derivados solubles en agua. Para mantener de manera efectiva el pH dentro del tambor 20 neutralizador, la corriente 30 de fase de sal acuosa se combina preferiblemente con la alimentación 16 de mezcla de productos de escisión de CHP antes de entrar en el tambor 20. La mezcla resultante se alimenta aguas abajo, y se combina y se mezcla con la alimentación 18 de disolución acuosa alcalina para controlar el pH y reequilibrar la separación de fases que se produce dentro del tambor 20, tal como se describió anteriormente. Tal como también se describió anteriormente, una parte de la fase de sal acuosa inferior se purga del tambor 20 como la purga 24 de fase de sal acuosa, mientras que la fase de sal acuosa restante sale del tambor 20 hasta el recipiente 28 de tratamiento térmico como corriente 26 de fase de sal acuosa neutralizada. La corriente de fase de sal acuosa continuará recirculando desde el tambor 20 hasta el recipiente 28 de tratamiento térmico mediante la alimentación 26 de fase de sal acuosa neutralizada, y de nuevo hasta el tambor 20 mediante la alimentación 30 de fase de sal acuosa y la alimentación 16 de mezcla de productos de escisión. La tasa de circulación de estas corrientes dentro del sistema se monitoriza para optimizar el porcentaje de conversión de las impurezas hasta sus derivados solubles en agua.

El procedimiento y el sistema se ilustran adicionalmente mediante los siguientes ejemplos no limitativos.

### Ejemplo 1

En un proceso continuo, el cumeno se oxidó para formar CHP, y el CHP resultante se sometió a escisión ácida usando una alimentación 12 de catalizador de ácido sulfúrico en el reactor 14 para formar la alimentación 16 de mezcla de productos de escisión.

La tabla 1 ilustra los componentes de la mezcla de productos de escisión en % en peso basándose en el peso total de la alimentación 16 de mezcla de productos de escisión de CHP tal como se mide mediante cromatografía de gases.

Componente	Por ciento en peso (% en peso)
Fenol	43,2%
Acetona	39,0%
Cumeno	11,7%
Alfametilestireno	3,1%
Agua	1,6%
Acetofenona	0,7%
o,p-cumilfenol	0,3%
Alcohol dimetilbencílico	0,1%
Hidroxiacetona	0,12%
Acetaldehído	0,05%
Peróxido de ducumilo	0,01%
Ácido acético	0,02%
Ácido sulfúrico	0,03%
Óxido de mesitilo	0,12%

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Se añadió una disolución acuosa de hidróxido de sodio al 20% en peso (corriente 18) a una tasa de 0,2 kg/s (1.500 libras por hora (lb/h)) a la alimentación 16 de mezcla de productos de escisión, que tenía una tasa de alimentación de 25,2 kg/s (200.000 lb/h.) en una cantidad efectiva para neutralizar el ácido sulfúrico residual presente y proporcionar un pH de 5 - 6 en el tambor 20 de neutralización. La fase orgánica resultante contenía una concentración de hidroxiacetona de 1250 partes por millón (ppm), mientras que la fase de sal acuosa contenía una disolución de sulfato de sodio al 18% en peso que tenía una concentración de hidroxiacetona de 1107 ppm, una concentración de acetaldehído de 300 ppm, una concentración de fenol de 5070 ppm, una concentración de acetona de 9200 ppm, bisulfato de sodio al 0,5% en peso y sales de acetato de sodio al 0,1%, tal como se midió utilizando un cromatógrafo de gases HP 5890 y un cromatógrafo iónico Dionex DX100.

La fase de sal acuosa se retiró del fondo del tambor 20 neutralizador, como una corriente 26 de fase de sal acuosa neutralizada que tenía un pH de 4,5, y se bombeó al recipiente 28 de tratamiento térmico a una tasa de 63 kg/s (500.000 lb/h). El recipiente 28 de tratamiento térmico se mantuvo a una temperatura de 300°C y a una presión de 8,55 MPa (1240 psi) durante una hora sin utilizar agentes de tratamiento. La concentración de hidroxiacetona en la corriente 30 de fase de sal acuosa tratada térmicamente resultante alimentada hacia delante desde el recipiente 28 de tratamiento térmico medida fue inferior a 10 ppm, mientras que la concentración de acetaldehído medida fue 30 ppm usando un cromatógrafo de exclusión de iones Dionex DX100. Esto representa una conversión de hidroxiacetona del 99,9% usando únicamente tratamiento térmico. Las concentraciones de fenol y acetona permanecieron sin cambios a 5000 ppm y 9200 ppm, respectivamente, lo que indica ausencia de pérdida de producto debido al tratamiento térmico.

Tras la recirculación a una tasa de 63 kg/s (500.000 lb/h) de la corriente 30 de fase de sal acuosa tratada térmicamente, y la posterior mezcla y reequilibrado con la corriente 16 de mezcla de productos de escisión en el tambor 20 neutralizador, un análisis cualitativo de la corriente 22 de mezcla de productos de escisión neutralizados utilizando análisis de cromatografía de gases indicó una concentración de hidroxiacetona de 220 ppm, una concentración de acetaldehído de 90 ppm, y ausencia de 2MBF. Esto representa una conversión de hidroxiacetona del 82,5%.

## Ejemplo 2

Se llevó a cabo un segundo ensayo utilizando los mismos materiales de partida y condiciones usados en el ejemplo 1, excepto que el recipiente 28 de tratamiento térmico se hizo funcionar con los parámetros siguientes: 200°C, 1,65 MPa (240 psi) y tiempo de residencia de una hora. El contenido en hidroxiacetona en la corriente 30 de fase de sal acuosa tratada térmicamente medido fue 452 ppm, lo que representó una conversión de hidroxiacetona del 59%. Tras la recirculación de la corriente 30 de fase de sal acuosa tratada térmicamente, y el reequilibrado dentro del reactor 20 neutralizador, la concentración de hidroxiacetona de la corriente 22 de productos de escisión neutralizados medida fue 610 ppm, lo que representa una conversión de hidroxiacetona del 51,2%.

## ES 2 281 561 T3

### Ejemplo 3

Se llevó a cabo un segundo ensayo utilizando los mismos materiales de partida y condiciones usados en el ejemplo 2, excepto que se utilizó una disolución acuosa de sulfato de sodio al 10% en peso. La concentración de hidroxiacetona de la corriente 30 de fase de sal acuosa tratada térmicamente, y la corriente 22 de productos de escisión neutralizados (tras la recirculación) medida fue 495 ppm y 680 ppm, respectivamente.

### Ejemplo 4

Se llevó a cabo un tercer ensayo basado en el ejemplo 2 utilizando los mismos materiales de partida y condiciones del ejemplo 2, excepto que se utilizó una disolución acuosa de sulfato de sodio al 25% en peso. Un análisis cualitativo de la corriente 30 de fase de sal acuosa tratada térmicamente y la corriente 22 de productos de escisión neutralizados (tras la recirculación) indicó una concentración de hidroxiacetona de 430 ppm y 588 ppm, respectivamente.

### Ejemplo 5

Se llevó a cabo un tercer ensayo basado en el ejemplo 1 utilizando los mismos materiales de partida y condiciones del ejemplo 1, excepto que se emplearon una disolución acuosa sintética que contenía disolución acuosa de sulfato de sodio al 18,0% en peso que tenía hidroxiacetona 1477 ppm, fenol 500 ppm y acetona 1000 ppm. El recipiente 28 de tratamiento térmico se hizo funcionar con los parámetros siguientes: 300°C, 8,27 MPa (1200 psi), tiempo de residencia de 1 hora, y pH de 5 - 7. Un análisis cualitativo de la corriente 30 de fase de sal acuosa tratada térmicamente indicó una concentración de hidroxiacetona de 115 ppm, lo que representa una conversión de hidroxiacetona del 92%. Tal como se observa en el ejemplo 1, tanto las concentraciones de fenol como de acetona permanecen sin cambios, indicando así que el tratamiento térmico solo no dio como resultado pérdida de producto.

### Ejemplo 6

Se llevó a cabo un cuarto ensayo basado en el ejemplo 1 utilizando los mismos materiales de partida y condiciones del ejemplo 1, excepto que se empleó una disolución acuosa sintética que contenía hidroxiacetona 1000 ppm, fenol 500 ppm y acetona 1000 ppm, en lugar de una disolución acuosa de sal de sodio. El recipiente 28 de tratamiento térmico se hizo funcionar con los parámetros siguientes: 300°C, 8,62 MPa (1250 psi), tiempo de residencia de 1 hora, y pH de 5 - 7. Un análisis cualitativo de la corriente 30 de fase de sal acuosa tratada térmicamente indicó una concentración de hidroxiacetona de 642 ppm, lo que representa una conversión de hidroxiacetona del 36% en ausencia de sales de sodio.

Concentración de hidroxiacetona de las corrientes (partes por millón)				
Ejemplo N°	Corriente 16	Corriente 26	Corriente 30	Corriente 22
1	1250	1107	10	220
2	1250	1107	452	610
3	1250	1107	495	680
4	1250	1107	430	588
5	-----	1477	115	-----
6	-----	1000	642	-----

El procedimiento y el sistema para eliminar hidroxiacetona de una mezcla de fenol-acetona poseen varias ventajas, tales como tiempo, trabajo, equipo, tratamiento, productos químicos y costes reducidos asociados a los procedimientos de purificación convencionales, mientras que también se mejora la calidad del producto de fenol final.

En particular, el procedimiento inventivo emplea calor solo, en lugar de reacciones de conversión y condensación o agentes alcalinos adicionales problemáticos. Estos resultados sorprendentemente efectivos obtenidos en ausencia de cualquier aditivo de tratamiento se cree que se deben al descubrimiento de que las sales producidas *in situ* presentes en la corriente de sulfato de sodio actúan como catalizadores para potenciar las reacciones de conversión de HA deseadas. En consecuencia, no hay ninguno de los materiales de punto de ebullición superior o 2-metilbenzofurano como productos, que obstruyen el equipo debido a condiciones del procedimiento demasiado ácidas o básicas, o fluctuaciones en el pH, pudiendo requerir cada uno de los cuales sistemas complejos para reducirlos. Por tanto, el procedimiento y el sistema inventivos alivian la necesidad de sistemas complejos y equipo caro, y requiere una menor inversión inicial en la planta, ya que, a excepción de un recipiente adicional, no se requiere equipo especial o adicional para las múltiples etapas de extracción y/o destilación.

## ES 2 281 561 T3

El procedimiento inventivo también elimina o evita la formación de productos de condensación pesados o materiales de alto punto de ebullición que obstruyan el equipo aguas abajo y afecten a la calidad de los productos de fenol finales. Se forman derivados oxidados solubles en agua de impurezas tales como la hidroxiacetona y el acetaldehído, se separan en etapas de equilibrado existentes y se purgan sin emplear etapas o equipo adicionales de destilación/extracción. Como resultado, las instalaciones existentes pueden poner en práctica rápidamente este procedimiento inventivo y reconocer los beneficios inmediatos.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para eliminar impurezas de una mezcla de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno, que comprende:

calentar una fase (26) de sal acuosa que contiene impurezas a una temperatura de aproximadamente 150 a aproximadamente 350°C durante aproximadamente de 0,5 a aproximadamente 1,5 horas en un entorno no alcalino para formar una fase (30) de sal acuosa que contiene derivados de las impurezas solubles en agua;

combinar la fase (30) de sal acuosa que contiene los derivados solubles en agua con una mezcla (16) de productos de escisión de hidroperóxido de cumeno para formar una mezcla combinada de productos; y

separar la fase (26) de sal acuosa que contiene las impurezas de la mezcla combinada de productos.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además hacer circular la fase (26) de sal acuosa que contiene las impurezas a una velocidad suficiente para optimizar la formación de los derivados de las impurezas solubles en agua.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además convertir más de aproximadamente el 50 por ciento de las impurezas en los derivados solubles en agua.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que las impurezas se seleccionan del grupo constituido por óxido de mesitilo, acetaldehído, hidroxiacetona, impurezas que contienen carbonilo, impurezas que contienen aldehído, y combinaciones que comprenden al menos una de las impurezas anteriores.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la fase (26) de sal acuosa que contiene las impurezas comprende de aproximadamente el 10 a aproximadamente el 30 por ciento en peso de disolución de sulfato de sodio.

6. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además aplicar una presión de aproximadamente 0,34 a 10,34 MPa mientras se calienta la fase (26) de sal acuosa que contiene impurezas.

7. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además añadir una cantidad de disolución acuosa (18) alcalina a la mezcla combinada de productos efectiva para mantener un pH de de 1 a 10.

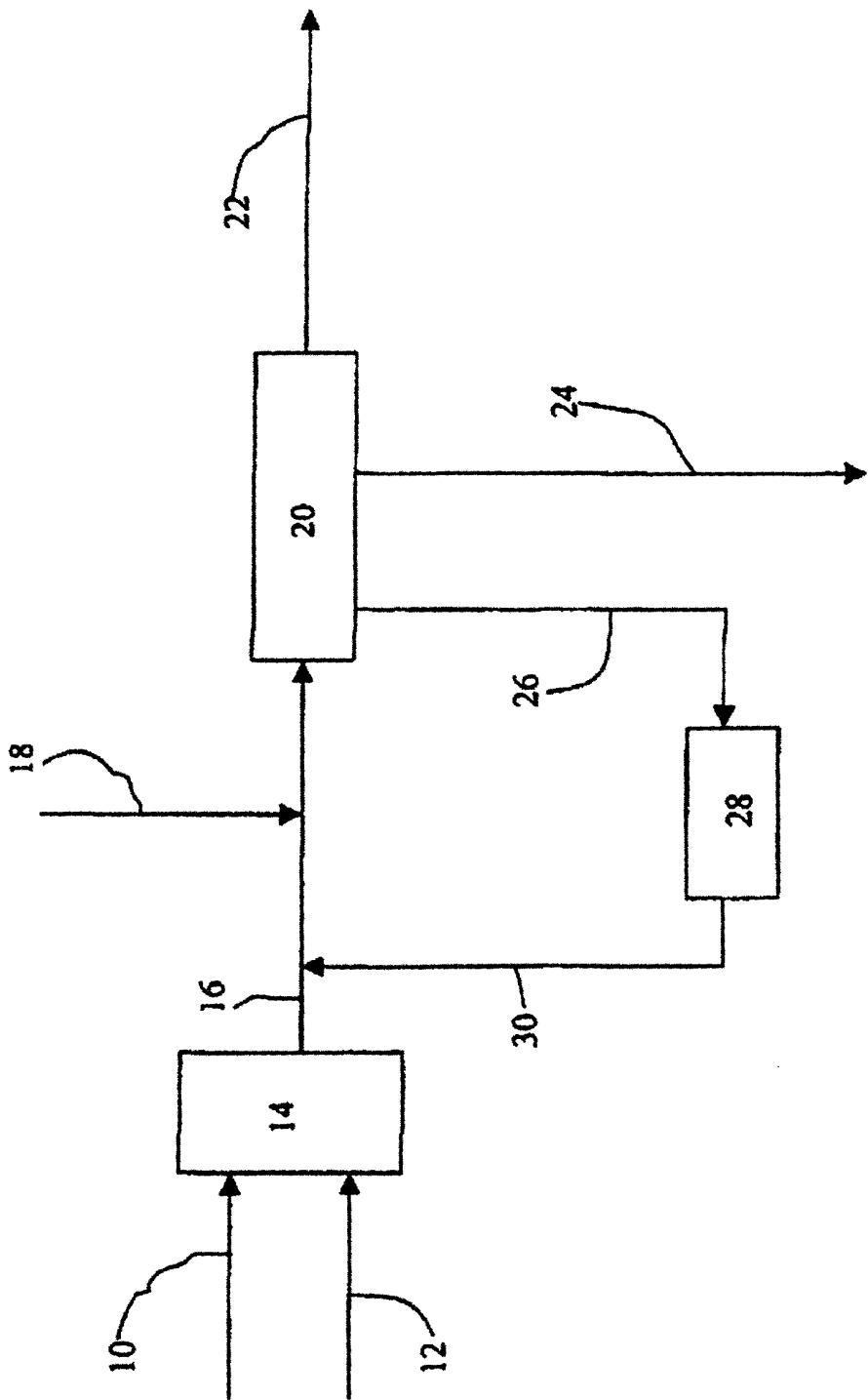


FIGURA 1