



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 266 017**

(51) Int. Cl.:

C07C 37/08 (2006.01)

C07C 45/53 (2006.01)

C07C 39/04 (2006.01)

C07C 49/08 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **00986565 .0**

(86) Fecha de presentación : **19.12.2000**

(87) Número de publicación de la solicitud: **1248759**

(87) Fecha de publicación de la solicitud: **16.10.2002**

(54) Título: **Procedimiento para la producción de fenol y acetona por descomposición de hidroperóxido de cumeno.**

(30) Prioridad: **10.01.2000 US 480206**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.03.2007

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.03.2007

(73) Titular/es: **Sunoco, Inc. (R & M)**
1801 Market Street
Philadelphia, Pennsylvania 19103-1699, US

(72) Inventor/es: **Keenan, Scott, R.**

(74) Agente: **Espiell Volart, Eduardo María**

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 producción de fenol y acetona por descomposición de hidroperóxido de cumeno.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado para la producción de fenol y acetona por descomposición de hidroperóxido de cumeno a fenol, acetona y α -metilestireno en presencia de un catalizador ácido. La mejora comprende la neutralización del catalizador ácido tras la finalización sustancial de la descomposición por adición de una amina sustituida.

Técnica anterior relacionada

Uno de los procedimientos comerciales predominantes para la elaboración del fenol es un procedimiento de oxidación del cumeno, en el cual el cumeno se oxida en el aire para generar hidroperóxido de cumeno (CHP). El CHP se escinde para originar fenol y acetona en presencia de un catalizador ácido. Este procedimiento también produce α -metilestireno (AMS), junto con otros subproductos, que incluyen acetofenona, dimetilfenilcarbinol y cumilfenoles. Por lo general, el catalizador ácido es un ácido inorgánico fuerte y no altamente corrosivo, tal como ácido sulfúrico o fosfórico. El catalizador ácido debe eliminarse o neutralizarse para evitar futuras reacciones no deseadas en los pasos posteriores de purificación que producen los productos fenol y acetona.

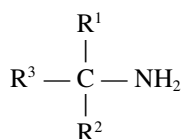
Normalmente, los procedimientos comerciales para la elaboración de fenol a partir de CHP usan bases inorgánicas, resinas de intercambio iónico o una combinación de las mismas para eliminar la acidez del flujo de producto en bruto. Dado que las resinas de intercambio iónico son sensibles a la temperatura, el flujo de producto en bruto debe ser enfriado sustancialmente antes de entrar en contacto con la resina. La necesidad de enfriar el flujo de producto aumenta los costes energéticos significativamente porque el flujo de producto en bruto debe ser entonces recalentado antes de las operaciones de purificación. Un inconveniente adicional de las resinas de intercambio iónico es el hecho de que deben ser regeneradas a menudo, un procedimiento trabajoso y caro el cual también da como resultado la formación de grandes cantidades de residuos acuosos. Además, las resinas de intercambio iónico dan un pH final altamente variable en el flujo de producto en bruto, afectando de manera adversa los rendimientos de los productos, y pueden también originar sales alcalinas que pueden provocar incrustaciones en la instalación.

El uso de una base fuerte, tal como hidróxido de sodio o hidróxido de potasio, para neutralizar el catalizador ácido no es deseable porque es difícil lograr un control preciso del pH en una reacción de neutralización entre un ácido fuerte y una base fuerte. Además, los hidróxidos metálicos generan sales que son propensas a depositarse en superficies intercambiadoras de calor, provocando incrustaciones y disminuyendo la eficacia.

El uso de amoníaco para neutralizar el catalizador ácido se detalla en la Patente de Estados Unidos número 5.254.751 de Zakoshansky. En el procedimiento descrito en esta referencia, la neutralización con amoníaco se realiza durante la descomposición de CHP, más que tras la descomposición. La descripción específica que las sales de amonio generadas por la adición de amoníaco a la mezcla de reacción actúan como catalizadores ácidos en la reacción de descomposición de CHP restante. Esta referencia sugiere que la hidracina y las alquilaminas que contienen de uno a cinco átomos de carbono son adecuadas para la neutralización durante la descomposición de CHP, pero que se prefiere el amoníaco, especialmente para la neutralización de ácido sulfúrico. Zakoshansky también sugiere una temperatura máxima de operación de 110°C.

Resumen de la invención

La presente invención se dirige a un procedimiento mejorado para la producción de fenol y acetona a partir de hidroperóxido de cumeno por descomposición de hidroperóxido de cumeno en presencia de un catalizador ácido, en el cual la mejora comprende la neutralización del catalizador ácido tras una finalización sustancial de la descomposición por adición de una amina sustituida seleccionada de un grupo constituido por: (i) una amina secundaria o terciaria que contenga de 4 a 21 átomos de carbono y que no contenga sustituyentes hidrolíticos inestables o sustituyentes ácidos; y (ii) una amina primaria de fórmula



en la que R^1 y R^2 son independientemente, hidrógeno o alquilo C_1 - C_{12} , y R^3 es hidrógeno, alquilo C_1 - C_{12} o alquilo C_1 - C_{12} sustituido por hidroxilo, amino o dimetilamino, siempre que al menos dos de R^1 , R^2 y R^3 no sean hidrógeno.

Descripción detallada de la invención

El término “alquilo” se usa en el presente documento para hacer referencia a un grupo sustituyente hidrocarbilo acíclico saturado que puede ser lineal o ramificado. El término “alquilenos” es utilizado en el presente documento para hacer referencia a un grupo sustituyente hidrocarbilo acíclico que tenga al menos un enlace doble carbono-carbono, y que puede ser lineal o ramificado. El término “amina secundaria o terciaria” es utilizado en el presente documento para hacer referencia a una amina en la cual existe al menos un átomo de nitrógeno enlazado directamente con al menos dos átomos de carbono.

El término “sustituyentes ácidos” es utilizado en el presente documento para hacer referencia a sustituyentes que tienen un valor de pKa en medio acuoso menor de 5. Ejemplos de sustituyentes ácidos incluyen las formas ácidas de carboxilatos, nitratos, fosfatos, fosfonatos, sulfatos y sulfonatos. El término “sustituyentes hidrolíticamente inestables” se usa en el presente documento para hacer referencia a aquellos sustituyentes que experimentan reacciones sustanciales de hidrólisis y/o condensación a un pH en el intervalo de 3,5 a 1,5 y a una temperatura en un intervalo de 30°C a 180°C en un periodo de dos horas. Ejemplos de grupos hidrolíticamente inestables son ésteres, anhídridos, amidas, haluros ácidos, amidinas, aminales, enaminas, aldehídos, éteres, acetales, hemiacetales, cetales, hemiacetales, epóxidos y alquinos. Preferiblemente, una amina sustituida empleada en la presente invención no debe contener otros elementos más que carbono, hidrógeno, nitrógeno y oxígeno, y grupos funcionales que no contengan nitrógeno u oxígeno aparte de grupos amina e hidroxilo.

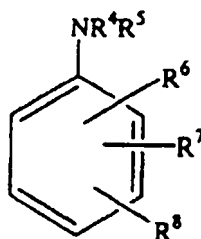
La amina sustituida empleada en la presente invención permite la neutralización de flujos de producto que provienen de la descomposición de hidroperóxido de cumeno a elevadas temperaturas con la mínima formación de subproductos a partir de reacciones entre la amina y los constituyentes orgánicos del flujo de producto, por ejemplo, acetona. La realización de la neutralización a temperaturas elevadas, es decir, temperaturas próximas a la temperatura normal del procedimiento de descomposición del hidroperóxido, elimina la necesidad de enfriar el flujo antes de la neutralización, y el posterior recalentamiento antes de la realización de las operaciones de purificación. El intervalo preferido de temperatura para el procedimiento de neutralización de esta invención es de 30°C a 180°C, más preferiblemente de 60°C a 160°C y aún más preferiblemente de 120°C a 160°C.

La neutralización con aminas relativamente no sustituidas, las cuales son altamente básicas, relativamente no sustituidas y relativamente impedidas estéricamente, como se sugiere en la bibliografía, por ejemplo amoniaco, no es eficaz, especialmente a temperaturas elevadas. Esto se cree que es debido al consumo de amina en reacciones con acetona u otros componentes del flujo del procedimiento. Como se muestra más adelante en el Ejemplo 33, la adición de hidróxido de amonio a una mezcla de producto típica a 140,3°C produce un cambio mucho menor en el pH que la misma cantidad añadida a 22,5°C, lo que indica que una cantidad sustancial del amoniaco se consume en las reacciones secundarias. Incluso a 100,2°C, el pH es significativamente inferior al observado a 22,5°C. La adición de aminas relativamente no sustituidas DYTEK®-A, hexametildiamina o n-propilamina también produce un cambio mucho menor en el pH a altas temperaturas, tal como se muestra más adelante en los Ejemplos 1-3.

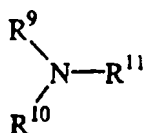
Por el contrario, las aminas empleadas en la presente invención muestran un pH final a elevada temperatura que es mucho más próximo al pH observado a baja temperatura. Estas aminas están más impedidas estéricamente o están más altamente sustituidas en el nitrógeno. Sin restringirse a la teoría, se cree que estas aminas no experimentan reacciones con constituyentes orgánicos del flujo de producto como consecuencia de las mencionadas características, y son por tanto, agentes neutralizantes más efectivos, especialmente a elevadas temperaturas.

El procedimiento de la presente invención permite un mejor control del pH tras la neutralización del flujo de producto que en los procedimientos convencionales, especialmente cuando la neutralización se lleva a cabo a temperaturas elevadas. Preferiblemente, el pH final objetivo se encuentra en el intervalo de 2,0 a 3,5, más preferiblemente de 2,2 a 2,8.

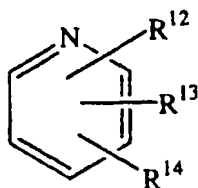
En una forma de realización preferida de la invención, la amina secundaria o terciaria se selecciona de un grupo constituido por:



en la que R⁴ y R⁵ son independientemente, hidrógeno o metilo y R⁶, R⁷ y R⁸ son independientemente, hidrógeno o alquilo C₁-C₄;

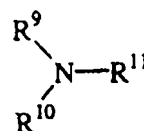


en la que R^9 y R^{10} son independientemente alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{12}$, alquilo $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ sustituido por hidroxilo, amino o dietilamino, alquilenos $\text{C}_3\text{-C}_7$ o R^9 y R^{10} se unen con NR^{11} para formar una amina cíclica alifática que contenga de 5 a 7 átomos por anillo, por ejemplo hexametenimina, y R^{11} es hidrógeno, alquilo $\text{C}_2\text{-C}_{12}$, alquilo $\text{C}_2\text{-C}_{12}$ sustituido por hidroxilo, cicloalquilo $\text{C}_5\text{-C}_6$ o alquilenos $\text{C}_3\text{-C}_7$, siempre que R^9 , R^{10} y R^{11} considerados de manera conjunta contienen al menos seis átomos de carbono; y



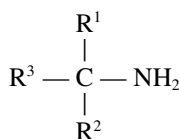
en la que R^{12} , R^{13} y R^{14} son independientemente, hidrógeno o alquilo $\text{C}_1\text{-C}_4$.

En otra forma preferida de la invención, la amina sustituida es



en la que R^9 y R^{10} son independientemente alquilo $\text{C}_2\text{-C}_6$ o alquilo $\text{C}_2\text{-C}_6$ sustituido por hidroxilo, o R^9 y R^{10} se unen con NR^{11} para formar una amina alifática cíclica con de 6 a 7 átomos por anillo; y R^{11} es hidrógeno, alquilo $\text{C}_2\text{-C}_6$ o alquilo $\text{C}_2\text{-C}_6$ sustituido por hidroxilo. La amina sustituida contiene al menos seis átomos de carbono. Las aminas preferidas en esta forma de realización de la invención son trietilamina, tri-n-propilamina, triisopropilamina, triisopropanolamina, di-n-propilamina, di-isopropilamina, di-n-butilamina, di-n-hexilamina y hexametenimina. Más preferiblemente, R^9 , R^{10} y R^{11} son independientemente alquilo $\text{C}_2\text{-C}_6$ o alquilo $\text{C}_2\text{-C}_6$ sustituido por hidroxilo. Especialmente las aminas preferidas en esta forma de realización de la invención son trietilamina, tri-n-propilamina, triisopropilamina y triisopropanolamina. Más preferiblemente R^9 , R^{10} y R^{11} son independientemente alquilo $\text{C}_3\text{-C}_6$ o alquilo $\text{C}_3\text{-C}_6$ sustituido por hidroxilo. Las aminas más preferidas en esta forma son tri-n-propilamina, triisopropilamina y triisopropanolamina.

En otra forma de realización preferida de la invención, la amina sustituida es



en la que R^1 y R^2 son independientemente alquilo $\text{C}_1\text{-C}_9$, y R^3 es un alquilo $\text{C}_1\text{-C}_9$ o un alquilo $\text{C}_1\text{-C}_9$ sustituido por hidroxilo o amino. Es preferible que R^1 y R^2 sean independientemente alquilo $\text{C}_1\text{-C}_9$ y R^3 sea alquilo $\text{C}_2\text{-C}_9$. Las aminas preferidas incluyen *terc*-amilamina (1,1-dimetilpropilamina) y *terc*-octilamina (1,1,3,3-tetrametilbutilamina). Es más preferible que R^1 y R^2 sean metilo y R^3 sea un alquilo $\text{C}_3\text{-C}_9$. La amina más preferible en esta forma de realización de la invención es la *terc*-octilamina.

En otra forma preferida de la invención, la amina sustituida es seleccionada de un grupo constituido por 2,6-dialquilanilina, N-metilnilina y N,N-dimetilnilina. Las anilinas de este tipo particularmente preferidas son 2,6-dimetilnilina, 2,6-dietilnilina y N-metilnilina.

Otras bases orgánicas son adecuadas para su uso en el procedimiento de la presente invención, aunque no preferidas. Por ejemplo, hidróxidos de tetraalquilamonio, en los que los grupos alquilo contienen independientemente de uno a diez átomos de carbono, son eficaces agentes neutralizadores en las condiciones aquí descritas, tal como se muestra en los Ejemplos 29 y 30.

Los siguientes ejemplos sólo pretenden ilustrar algunas formas de realización preferidas de la invención, y no limitan la invención.

ES 2 266 017 T3

Ejemplos

Ejemplo 1

5 Efectos de la temperatura sobre la Neutralización del producto en bruto con amina “DYTEK® A”

Un tubo de acero inoxidable de 1,27 cm (1/2”) tapado en un extremo, con una válvula de escape de acero inoxidable de 0,63 (1/4”) cm en el otro extremo, se empleó como un reactor estático para las operaciones a elevada temperatura. A temperaturas por encima de aproximadamente 80°C, la salida de la válvula se selló con una tapa partida la cual estaba asegurada con un cable. El tubo era suficientemente largo como para que una carga de 10 ml de producto en bruto a temperatura ambiente dejase aproximadamente 1 cm de espacio vacío en el propio tubo. El producto en bruto tenía un contenido ácido de 34-38 ppm como ácido sulfúrico. Una solución al 1% de 2-metil-1,5-pentadiamina (disponible de Aldrich Chemical Co. con el nombre de “DYTEK® A”) en agua se añadió mediante una jeringa hermética a los gases con una aguja suficientemente larga como para alcanzar el centro del espacio vacío, agitar de manera vigorosa y mezclar durante 30 segundos tras la adición. Para operaciones a baja temperatura (22,5°C), las soluciones se mezclaron en un vaso de precipitados para mediciones del pH. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se resumen en la siguiente tabla, junto con la cantidad de amina añadida y la temperatura en °C (T) en dicha operación. El cambio de pH con la temperatura se indica como “% del objetivo”, que es el pH de la operación a baja temperatura menos el pH de la operación a elevada temperatura dividido por el pH de la operación a baja temperatura, expresada a como un porcentaje.

T	μL DYTEK® A 1%	pH	% del objetivo
22,5	40,0	2,70	0,0
100,2	40,0	2,12	21,5
140,3	40,0	1,29	52,2
22,5	40,0	2,64	0,0
100,5	40,0	1,99	24,6
140,5	40,0	1,20	54,5
22,5	40,0	2,60	0,0
100,3	40,0	1,98	23,8
140,7	40,0	1,13	56,5

Ejemplo 2

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con hexametildiamina

El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de hexametildiamina (HMDA). Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

T	μL HMDA 0,5%	pH	% del objetivo
22,5	80,0	2,74	0,0
100,5	80,0	2,26	17,5
140,5	80,0	1,40	48,9

ES 2 266 017 T3

Ejemplo 3

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con n-propilamina

- 5 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de n-propilamina. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

10	T	μl n-propilamina 0,3%	pH	% del objetivo
	22,5	60,0	2,48	0,0
	100,5	60,0	1,91	23,0
15	140,5	60,0	0,92	62,9

Ejemplo 4

- 20 *Efecto de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con isopropil amina*

- El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de isopropilamina. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

25	T	μl isopropil amina 0,3%	pH	% del objetivo
	22,5	80,0	2,64	0,0
30	100,5	80,0	2,26	14,4
	140,5	80,0	1,94	26,5

- 35 **Ejemplo 5**

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con terc-amilamina

- 40 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de terc-amilamina ("t-amilamina"). Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

45	T	μl t-aminlamina 1,0%	pH	% del objetivo
	22,5	50,0	2,84	0,0
	100,5	50,0	2,71	4,6
50	140,5	50,0	2,54	10,6

Ejemplo 6

- 55 *Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto de terc-octilamina*

- El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de terc-octilamina ("t-octilamina") en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

60	T	μl t-octilamina 1,0%	pH	% del objetivo
	22,5	70,0	2,61	0,0
65	100,2	70,0	2,51	3,8
	140,3	70,0	2,35	10,0

ES 2 266 017 T3

Ejemplo 7

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con bis(hexameten)triamina (“BHMT”)

- 5 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de BHMT. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

10

T	μl BHMT 0,5%	pH	% del objetivo
22,5	120,0	2,64	0,0
15 100,5	120,0	2,48	6,1
140,5	120,0	1,81	31,4

20 Ejemplo 8

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con DYTEK®-EP

- 25 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de 1,3-diaminopentano (disponible en Aldrich Chemical Co. bajo el nombre de DYTEK®-EP). Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

30

T	μl DYTEK®-EP 0,5%	pH	% del objetivo
22,5	80,0	2,67	0,0
35 100,5	80,0	2,26	15,4
140,5	80,0	1,98	25,8

40 Ejemplo 9

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con di-n-propilamina

- 45 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de di-n-propilamina (“di-n-PrNH₂”) en cumeno. Los resultados de mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

50

T	μl di-n-PrNH ₂ 1,0%	pH	% del objetivo
22,5	60,0	2,52	0,0
55 100,3	60,0	2,37	6,0
140,5	60,0	2,16	14,3

60 Ejemplo 10

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con di-n-butilamina

- 65 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de di-n-butilamina (“di-n-BuNH₂”) en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

ES 2 266 017 T3

T	μl di-n-BuNH ₂ 1,0%	pH	% del objetivo
22,5	80,0	2,70	0,0
100,2	80,0	2,53	6,3
140,5	80,0	2,34	13,3

Ejemplo 11

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con hexametenimina ("HMI")

El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de HMI. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

T	μl HMI 1,0%	pH	% del objetivo
22,5	50,0	2,67	0,0
100,5	50,0	2,58	3,4
140,5	50,0	2,25	15,7

Ejemplo 12

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con N-metilanilina

El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de N-metilanilina ("N-MeAn") en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

T	μl N-MeAn 3,0%	pH	% del objetivo
22,5	70,0	2,66	0,0
100,3	70,0	2,67	-0,4
140,5	70,0	2,56	3,8

Ejemplo 13

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con anilina

El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de anilina en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

T	μl anilina 3,0%	pH	% del objetivo
22,5	80,0	2,65	0,0
100,3	80,0	2,14	19,2
140,5	80,0	1,78	32,8

ES 2 266 017 T3

Ejemplo 14

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con 1,4-fenilendiamina ("1,4-PDA")

- 5 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de 1,4-PDA. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

10	T	μ l 1,4-PDA 0,4%	pH	% del objetivo
	22,5	100,0	2,53	0,0
15	100,5	100,0	1,69	33,2
	140,5	100,0	1,46	42,3

20 Ejemplo 15

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con m-toluidina

- 25 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la neutralización del producto en bruto con una solución de m-toluidina en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

30	T	μ l m-toluidina 2,1%	pH	% del objetivo
	22,5	80,0	2,59	0,0
35	100,3	80,0	1,93	25,5
	140,5	80,0	1,34	48,3
40	140,5	80,0	1,37	47,1

Ejemplo 16

- 45 *Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con o-toluidina*

El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de o-toluidina en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

50	T	μ l o-toluidina 3,1%	pH	% del objetivo
55	22,5	70,0	2,59	0,0
	100,3	70,0	2,24	13,5
60	140,5	70,0	1,81	30,1

Ejemplo 17

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con 2-etilanilina

- 65 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de 2-etilanilina ("2-EtAn") en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

ES 2 266 017 T3

T	μl 2-EtAn 3,0%	pH	% del objetivo
22,5	80,0	2,61	0,0
100,3	80,0	2,18	16,5
140,5	80,0	1,76	32,6

Ejemplo 18

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con 2-n-propilanilina ("2-n-PrAn")

El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de 2-n-PrAn en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

T	μl 2-n-PrAn 3,2%	pH	% del objetivo
22,5	90,0	2,56	0,0
100,3	90,0	2,18	14,8
140,5	90,0	1,80	29,7

Ejemplo 19

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con 2-iso-propilanilina ("2-i-PrAn")

El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de 2-i-PrAn en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

T	μl 2-i-PrAn 4,3%	pH	% del objetivo
22,5	60,0	2,54	0,0
100,3	60,0	2,18	14,2
140,5	60,0	1,77	30,3

Ejemplo 20

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con piridina

El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de piridina en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

T	μl piridina 1,0%	pH	% del objetivo
22,5	130,0	2,51	0,0
100,2	130,0	2,39	4,8
140,3	130,0	2,43	3,2

ES 2 266 017 T3

Ejemplo 21

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con tri-n-propilamina

- 5 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de tri-n-propilamina (Tri-n-PrNH₂) en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

10	T	μL tri-n-PrNH ₂ 1,0%	pH	% del objetivo
	22,5	60,0	2,53	0,0
	100,3	60,0	2,41	4,7
15	140,5	60,0	2,38	5,9

Ejemplo 22

- 20 *Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con tri-iso-propilamina*

- El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de tri-iso-propilamina ("tri-i-PrNH₂") en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

25	T	μl tri-i-PrNH ₂ 1,0%	pH	% del objetivo
	22,5	70,0	2,60	0,0
30	100,3	70,0	2,44	6,2
	140,5	70,0	2,38	8,5

- 35 Ejemplo 23

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con triisopropanol amina ("TIPA")

- 40 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de TIPA. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

45	T	μl TIPA 1,14%	pH	% del objetivo
	22,5	70,0	2,65	0,0
	100,5	70,0	2,53	4,5
50	140,5	70,0	2,50	5,7

Ejemplo 24

- 55 *Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con 2,6-dimetilanilina ("2,6-di-MeAn")*

- El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de 2,6-di-MeAn en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

60	T	μl 2,6-di-MeAn 5,0%	pH	% del objetivo
	22,5	80,0	2,64	0,0
65	100,3	80,0	2,65	-0,4
	140,7	80,0	2,65	-0,4

ES 2 266 017 T3

Ejemplo 25

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con 2,6-dietilanilina ("2,6-di-EtAn")

- 5 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de 2,6-di-EtAn en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

10	T	μl 2,6-di-EtAn 8,5%	pH	% del objetivo
	22,5	80,0	2,63	0,0
	100,3	80,0	2,78	-5,7
15	140,7	80,0	2,70	-2,7

Ejemplo 26

- 20 *Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con 2,5-di-terc-butilanilina ("2,5-di-tBuAn")*

El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de 2,5-di-tBuAn en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

25	T	μl 2,5-di-tBuAn 5,6%	pH	% del objetivo
	22,5	70,0	2,49	0,0
30	100,3	70,0	2,18	12,4
	140,7	70,0	1,71	31,3

- 35 Ejemplo 27

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con 2,6-diisopropilanilina ("2,6-di-iPrAn")

- 40 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de 2,6-di-iPrAn en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

45	T	μl 2,6-di-iPrAn 15,0%	pH	% del objetivo
	22,5	80,0	2,87	0,0
	100,3	80,0	2,92	-1,7
50	140,7	80,0	2,86	0,3

Ejemplo 28

- 55 *Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con di-n-hexilamina*

El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución de di-n-hexilamina ("di-n-HexNH₂") en cumeno. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

60	T	μl di-n-HexNH ₂ 1,0%	pH	% del objetivo
	22,5	110,0	2,57	0,0
65	100,3	110,0	2,44	5,1
	140,7	110,0	2,21	14,0

ES 2 266 017 T3

Ejemplo 29

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con hidróxido de tetrametilamonio ("TMAH")

- 5 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de TMAH. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

10	T	μl TMAH 0,7%	pH	% del objetivo
	22,5	50,0	2,56	0,0
15	100,3	50,0	2,43	5,1
	140,7	50,0	2,36	7,8

20 Ejemplo 30

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con hidróxido de tetra-n-butilamonio ("TBAH")

- 25 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de TBAH. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

30	T	μl TBAH 1,1%	pH	% del objetivo
	22,5	90,0	2,65	0,0
35	100,3	90,0	2,55	3,8
	140,7	90,0	2,48	6,4

40 Ejemplo 31

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con trietilamina ("TEA")

- 45 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de TEA. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

50	T	μl TEA 1,0%	pH	% del objetivo
	22,5	60,0	2,63	0,0
55	100,3	60,0	2,51	4,6
	140,5	60,0	2,50	4,9

60 Ejemplo 32

Efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con diisopropilamina ("di-i-PrNH₂")

- 65 El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución cuménica de di-i-PrNH₂. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

ES 2 266 017 T3

T	$\mu\text{l di-i-PrNH}_2$ 0,5%	pH	% del objetivo
22,5	100,0	2,62	0,0
100,1	100,0	2,46	6,1
140,8	100,0	2,33	11,1

Ejemplo 33

Efectos de la temperatura sobre la neutralización sobre el producto en bruto con hidróxido de aluminio

El procedimiento y equipo descritos en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con hidróxido de aluminio. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en la siguiente tabla:

T	$\mu\text{l NH}_4\text{OH}$ 0,33%	pH	% del objetivo
22,5	30,0	2,36	0,0
100,2	30,0	2,05	13,1
140,3	30,0	1,49	36,9

Ejemplo 34

Efectos de la temperatura sobre la neutralización sobre el producto en bruto con hidróxido de sodio

El procedimiento y equipo descrito en el Ejemplo 1 se usaron para determinar los efectos de la temperatura sobre la neutralización del producto en bruto con una solución acuosa de hidróxido de sodio. Los resultados de las mediciones del pH para cada operación se presentan en las siguientes tablas:

T	$\mu\text{l NaOH}$ 0,8%	pH	% del objetivo
22,5	30,0	2,71	0,0
140,3	30,0	2,51	7,4

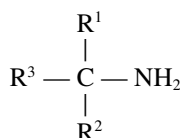
T	$\mu\text{l NaOH}$ 0,4%	pH	% de cambio
22,5	60,0	2,49	0,0
100,5	60,0	2,46	1,2
140,5	60,0	2,37	4,8

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento mejorado para la producción de fenol y acetona a partir de hidroperóxido de cumeno por descomposición de hidroperóxido de cumeno en presencia de un catalizador ácido, en el que la mejora comprende la neutralización de dicho catalizador ácido tras una finalización substancial de dicha descomposición por adición de una amina seleccionada del grupo constituido por:

(i) una amina secundaria o terciaria que tiene de 4 a 21 átomos de carbono y que no tiene sustituyentes hidrolíticamente inestables que experimentan reacciones sustanciales de hidrólisis y/o condensación a un pH en el intervalo de 3,5 a 1,5 y a una temperatura en el intervalo de 30°C a 180°C en un periodo de dos horas o sustituyentes ácidos que tengan un valor de pKa en medio acuoso de menos de 5; y

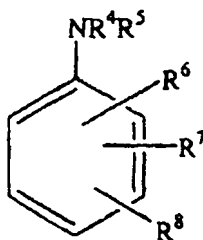
(ii) una amina primaria de fórmula



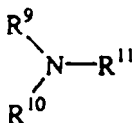
en la que R¹ y R² son independientemente, hidrógeno o alquilo C₁-C₁₂, y R³ es hidrógeno, alquilo C₁-C₁₂ o alquilo C₁-C₁₂ sustituido por hidroxilo, amino o dimetilamino, siempre que al menos dos de R¹, R² y R³ no sean hidrógeno.

2. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que dicha neutralización se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 120 a 160°C.

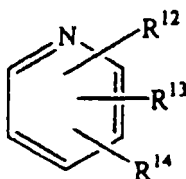
3. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que dicha amina secundaria o terciaria se selecciona del grupo constituido por



en la que R⁴ y R⁵ son independientemente, hidrógeno o metilo, siempre que R⁴ y R⁵ no sean ninguno de los dos hidrógeno, y R⁶, R⁷ y R⁸ son independientemente, hidrógeno o alquilo C₁-C₄;



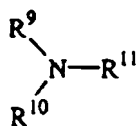
en la que R⁹ y R¹⁰ son independientemente alquilo C₁-C₁₂, alquilo C₂-C₁₂ sustituido por hidroxilo, amino o dietilamino, alquilenos C₃-C₇ o R⁹ y R¹⁰ se une con NR¹¹ para formar una amina cíclica alifática con de 5 a 7 átomos en el anillo, y R¹¹ es hidrógeno, alquilo C₂-C₁₂, alquilo C₂-C₁₂ sustituido por hidroxilo, cicloalquilo C₅-C₆ o alquilenos C₃-C₇, siempre que, considerado de manera conjunta R⁹, R¹⁰ y R¹¹ contienen al menos seis átomos de carbono; y



en la que R¹², R¹³ y R¹⁴ son independientemente, hidrógeno o alquilo C₁-C₄.

4. El procedimiento de la reivindicación 3 en el que dicha neutralización se lleva a cabo a un pH final en el intervalo de 2,0 a 3,5.

5. El procedimiento de la reivindicación 4 en el que dicha amina sustituida es



5

10 en la que R^9 y R^{10} son independientemente alquilo $\text{C}_2\text{-C}_6$ o alquilo $\text{C}_2\text{-C}_6$ sustituido por hidroxilo, o R^9 y R^{10} se unen con NR^{11} para formar una amina alifática cíclica con de 6 a 7 átomos por anillo; y R^{11} es hidrógeno, alquilo $\text{C}_2\text{-C}_6$ o alquilo $\text{C}_2\text{-C}_6$ sustituido por hidroxilo.

15 6. El procedimiento de la reivindicación 5 en el que R^9 , R^{10} y R^{11} son independientemente alquilo $\text{C}_2\text{-C}_6$ o alquilo $\text{C}_2\text{-C}_6$ sustituido por hidroxilo.

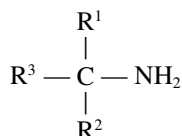
7. El procedimiento de la reivindicación 6, en el que dicha neutralización se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 60 a 160°C.

20 8. El procedimiento de la reivindicación 7 en el que dicha neutralización se lleva a cabo hasta un pH final en el intervalo de 2,2 a 2,8.

9. El procedimiento de la reivindicación 8 en el que dicha neutralización se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 120 a 160°C.

25

10. El procedimiento de la reivindicación 4 en el que dicha amina sustituida es



30

35 en la que R^1 y R^2 son independientemente alquilo $\text{C}_1\text{-C}_9$ y R^3 es un alquilo $\text{C}_1\text{-C}_9$ o un alquilo $\text{C}_1\text{-C}_9$ sustituido por hidroxilo u amino.

11. El procedimiento de la reivindicación 10 en el que R^1 y R^2 son independientemente alquilo $\text{C}_1\text{-C}_9$ y R^3 es alquilo $\text{C}_2\text{-C}_9$.

40 12. El procedimiento de la reivindicación 11 en el que R^1 y R^2 son metilo y R^3 es alquilo $\text{C}_3\text{-C}_9$.

13. El procedimiento de la reivindicación 12 en el que R^1 y R^2 son metilo y R^3 es alquilo $\text{C}_5\text{-C}_9$.

45 14. El procedimiento de la reivindicación 13 en el que dicha neutralización se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 60 a 160°C.

15. El procedimiento de la reivindicación 14 en el que dicha neutralización se lleva a cabo hasta un pH final en el intervalo de 2,2 a 2,8.

50 16. El procedimiento de la reivindicación 15 en el que dicha neutralización se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 120 a 160°C.

55

60

65