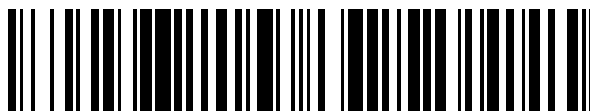


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 898 634**

51 Int. Cl.:

C07C 37/08 (2006.01)

C07C 37/20 (2006.01)

C07C 303/06 (2006.01)

C07C 45/53 (2006.01)

C08G 64/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.08.2015** **PCT/IB2015/056024**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.02.2016** **WO16020896**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.08.2015** **E 15766628 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.10.2021** **EP 3186216**

54 Título: **Optimización de la producción de fenol O-sulfonado para la escisión de hidroperóxido de cumeno**

30 Prioridad:

08.08.2014 RU 2014132773

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
08.03.2022

73 Titular/es:

SABIC GLOBAL TECHNOLOGIES B.V. (100.0%)
Plasticslaan 1
4612 PX Bergen op Zoom, NL

72 Inventor/es:

NELSON, MARK ERIK;
DYKMAN, ARKADY SAMUILOVICH;
ZINENKOV, ANDREY VLADIMIROVICH;
PINSON, VICTOR VLADIMIROVICH y
ZHUKOV, DMITRIJ NIKOLAYEVICH

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 898 634 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

Optimización de la producción de fenol O-sulfonado para la escisión de hidroperóxido de cumeno

5 Antecedentes

Un método para la producción de fenol y de acetona puede incluir la oxidación de cumeno con oxígeno atmosférico, seguido por la descomposición catalizada por ácido (denominada también como escisión) del hidroperóxido de cumeno (CHP). Además del CHP, la reacción de oxidación puede producir dimetilfenilcarbinol (DMPC, denominado también alcohol dimetilbencílico (DMBA)). La reacción de descomposición puede catalizarse con ácido sulfúrico y el proceso se puede llevar a cabo en una o más etapas.

Una primera etapa puede incluir la descomposición de CHP y la síntesis de peróxido de dicumilo (DCP) a partir del DMBA formado durante la oxidación. La segunda etapa puede incluir la adición de un agente de neutralización alcalino (por ejemplo, amoníaco) para inactivar el ácido sulfúrico en exceso y reducir la acidez de la mezcla de reacción. La segunda etapa puede incluir la descomposición del CHP residual, la deshidratación del DMBA residual y la escisión del DCP. Este proceso en dos etapas también puede dar como resultado la formación de subproductos, que pueden incluir hidroxiacetona (HA), α -metilestireno (AMS), dímeros de AMS, acetofenona, cumil fenoles y resinas fenólicas pesadas.

La hidroxiacetona también puede reaccionar para formar 2-metil-benzofurano, que puede ser difícil de separar del fenol y que puede tener un efecto negativo sobre los índices de color de los productos preparados a partir de fenoles impuros de calidad comercial. Se puede llevar a cabo la eliminación de la hidroxiacetona a partir del fenol, por ejemplo, con la ayuda de tratamientos alcalinos o ácidos. Sin embargo, dichos procesos pueden ser complicados y requerir más reactivos, equipos de proceso y controles, lo que puede aumentar el coste de la producción de fenol.

El documento WO 2010/045423 A1 divulga un método para producir fenol y acetona en un proceso multietapa a una temperatura elevada a partir de una mezcla de hidroperóxido de cumeno que comprende cumeno, comprendiendo el método las etapas de a) hacer reaccionar la mezcla de hidroperóxido de cumeno con 2 catalizadores de ácido hidroxibencenosulfónico que tienen una concentración de 0,1 a 1 mmol/l de catalizador ácido para formar una segunda mezcla que comprende fenol, acetona y peróxido de dicumilo en una primera etapa y descomponer la segunda mezcla en una segunda etapa para producir una tercera mezcla que comprende fenol y de acetona

El documento WO 2009/042246 A1 divulga un método para la producción de fenol y de acetona a partir de una mezcla de hidroperóxido de cumeno que comprende una primera etapa y una segunda etapa y al menos dos reactores conectados en serie, en donde la primera etapa comprende la descomposición de una mezcla de hidroperóxido de cumeno en presencia de una mezcla de catalizador para formar una mezcla de peróxido de dicumilo, y la segunda etapa comprende la formación de una mezcla de fenol y de acetona a partir de la descomposición de la mezcla de peróxido de dicumilo formada en la primera etapa, en donde, la primera etapa además comprende: a) formar una mezcla de catalizador combinando ácido sulfúrico y fenol en una relación en peso de 2:1 a 1:1000 en un reactor de formación del catalizador, b) mantener la mezcla del catalizador en el reactor de formación del catalizador a una temperatura de aproximadamente 20 °C a 80 °C durante aproximadamente de 1 a 600 minutos; y, c) añadir la mezcla de catalizador a la mezcla de hidroperóxido de cumeno para formar la mezcla de fenol y de acetona.

Beyer Walter Ed., "Lehrbuch der Organische Chemie, Phenolsulfonsauren", 01-01-1991, página 503, divulga fenoles sulfonados. El documento WO 2008/100165 A1 se refiere a la producción de bisfenol A a partir de fenol y de acetona mediante condensación catalítica en presencia de resinas de intercambio iónico sulfonadas promovidas, utilizando cristalización fraccionada para aislar el isómero p,p'-BPA.

Por consiguiente, existe una necesidad en la producción de fenol y de acetona a partir de cumeno de un método para reducir la cantidad de subproductos en el fenol producido, reducir o eliminar completamente la adición de un agente de neutralización alcalino, sustituir el agente de neutralización por un agente menos caro, sustituir el agente de neutralización por un agente más fácilmente disponible, aumentar el rendimiento del fenol y la acetona o una combinación que comprenda al menos uno de los anteriores.

Breve descripción

Un método para la fabricación de un fenol sulfonado para usar como catalizador de descomposición del hidroperóxido de cumeno puede comprender: combinar fenol y un agente sulfonante a una primera temperatura que es de 1 °C a 15 °C superior a la temperatura de fusión del fenol, para formar una mezcla de reacción a la primera temperatura; reducir la primera temperatura de la mezcla de reacción a una segunda temperatura que es 10 °C a 40 °C inferior a la primera temperatura; y formar el fenol sulfonado a la segunda temperatura.

Las características descritas anteriormente y otras se ejemplifican mediante la siguiente descripción detallada.

Descripción detallada

La descomposición de un hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ para producir fenol y una cetona C₃₋₆ se puede llevar a cabo en presencia de un catalizador de ácido prótico, tal como ácido sulfúrico. El catalizador ácido puede mezclarse directamente con una materia prima que contiene hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ a una temperatura de 40 °C a 75 °C en un reactor. La materia prima se puede obtener partir de un proceso de oxidación de alquilbenceno C₈₋₁₂ y puede incluir el hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂, alquilbenceno C₈₋₁₂ sin reaccionar, DMBA, trialquilaluminio o una combinación que incluya al menos uno de los anteriores. El reactor puede incluir una corriente de recirculación que puede recircular una porción de la corriente de salida del reactor a la entrada del reactor. En este caso, la concentración de catalizador necesaria para conseguir una conversión de producto deseada puede depender de la temperatura de la mezcla de reacción, la relación de fenol a cetona C₃₋₆, el contenido de agua y el contenido de DMBA en la materia prima.

Se puede llevar a cabo la descomposición en un proceso en múltiples etapas. En una etapa inicial, se puede mantener la velocidad de alimentación a una velocidad inferior o igual al 10 % de la velocidad de recirculación, por ejemplo, menor o igual al 5 %. Además de la materia prima, se puede proporcionar al reactor una fuente de alquilbenceno C₈₋₁₂ nueva. La velocidad de alimentación del alquilbenceno C₈₋₁₂ nuevo se puede mantener a una velocidad menor o igual al 10 % de la velocidad de recirculación, por ejemplo, menor o igual al 5 %. En las condiciones indicadas, se puede descomponer un hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ para formar fenol y una cetona C₃₋₆ y se puede sintetizar un peróxido de dialquilbencilo a partir de un hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ y DMBA con una tasa de conversión del hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ del 95 % al 99,9 %. Los subproductos de las condiciones indicadas pueden incluir hidroxiacetona (HA), α -metilestireno (AMS), dímeros de AMS, acetofenona, cumil fenoles u otros componentes derivados de otros peróxidos de alquilbencilo C₈₋₁₂ o una combinación que incluye al menos uno de los anteriores. Se ha descubierto que la cantidad de dímeros de AMS, HA, y otros subproductos puede aumentar con la concentración de ácido prótico. Por lo tanto, puede ser importante controlar la cantidad de catalizador ácido, proporcionar un neutralizante de ácido, reducir el tiempo de residencia de la mezcla de reacción, ajustar la temperatura de reacción, adaptar un catalizador alternativo, o una combinación que incluye al menos una de las estrategias anteriores para limitar la formación de subproductos indeseados.

El peróxido de dialquilbencilo sintetizado y el hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ restante pueden descomponerse en otra etapa a una temperatura de 90 °C a 140 °C. Esta etapa puede utilizar un agente de neutralizante de ácido para reducir el pH de la mezcla de reacción de manera que se pueda mantener la temperatura de la mezcla de reacción. El pH de la mezcla de reacción puede controlarse durante la reacción del peróxido de dialquilbencilo para convertir el peróxido de dialquilbencilo y el alquilbenceno C₈₋₁₂ en fenol y una cetona C₃₋₆ limitando a la vez la formación de subproductos indeseados. Una estrategia para controlar el pH puede ser la adición de un agente de supresión de ácido. Un agente de supresión de ácido puede incluir un reactivo alcalino, por ejemplo, amoníaco, carbonato o similares. Otra estrategia para controlar el pH puede incluir reducir la cantidad de ácido usada en el proceso reduciendo y/o eliminando de este modo la necesidad de un agente de supresión de ácido. Un medio para reducir la cantidad de ácido puede incluir el uso de un catalizador de fenol ortosulfonado en la fase de descomposición del hidroperóxido de alquilbenceno, lo que puede reducir la acidez de cualquier corriente de recirculación recuperada desde la etapa de oxidación del alquilbenceno. Se puede usar cualquiera de estas estrategias, o una combinación de cualquiera de estas estrategias, para controlar el valor del pH de la mezcla de reacción de 4 a 10, por ejemplo, de 4,5 a 10 o de 6,5 a 7,5.

La descomposición de un hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ se puede llevar a cabo en presencia de un catalizador de fenol sulfonado. El catalizador de fenol sulfonado se puede preparar combinando un agente sulfonante y fenol para formar una mezcla de reacción. El agente sulfonante y el fenol pueden combinarse en una fase líquida. La mezcla de reacción se puede combinar a una temperatura de combinación que es de 1 °C a 15 °C superior a la temperatura del punto de fusión del fenol (por ejemplo, el fenol puro puede tener una temperatura del punto de fusión de 40,8 °C). La adición del agente sulfonante al fenol puede disminuir la temperatura del punto de fusión de la mezcla de reacción por debajo de la temperatura del punto de fusión del alcohol puro. Como resultado, la temperatura de la mezcla de reacción se puede disminuir a una temperatura de formación que puede ser de 10 °C a 40 °C inferior a la temperatura de combinación sin solidificar la mezcla de reacción. Por otra parte, se ha descubierto que la relación entre el fenol ortosulfonado y el fenol parasulfonado puede aumentar (por ejemplo, una cantidad molar de fenol sulfonado ortosustituido superior o igual a la cantidad de fenol sulfonado parasustituido, 1:1 o una porción mayor de fenol ortosustituido) a medida que se reduce la temperatura de formación. El fenol ortosulfonado puede proporcionar mayor actividad en la reacción de descomposición de hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ en comparación con el fenol parasulfonado. Por ejemplo, cuando se descompone hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ en presencia de una relación molar igual (1:1) del fenol ortosulfonado a fenol parasulfonado, la concentración del catalizador de descomposición puede ser aproximadamente el 50 % de la cantidad cuando se compara con ácido sulfúrico puro (basándose en la masa de ácido sulfúrico utilizada).

Además, proporcionar un catalizador de fenol ortosulfonado puede reducir la formación de hidroxiacetona (HA) durante la descomposición en comparación con otros métodos (por ejemplo, descomposición con un ácido prótico fuerte tal como ácido sulfúrico, o con un catalizador que tiene una relación superior de fenol parasulfonado o un catalizador de fenol ortosulfonado). Por ejemplo, llevar a cabo la reacción de descomposición del hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ en presencia de un catalizador de fenol ortosulfonado puede reducir la cantidad de subproducto de HA formada a menos o igual al 25 % de la cantidad formada cuando la descomposición se realiza en presencia del catalizador de

fenol parasulfonado.

El catalizador de fenol sulfonado se puede formar a temperaturas superiores o iguales a 41,8 °C, para evitar la congelación del fenol, lo que puede dar como resultado una relación molar orto/para (por ejemplo, moles de fenol ortosulfonado divididos por los moles de fenol parasulfonado) de menos de 0,5. En este caso, los productos de descomposición del hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ pueden incluir más o igual a 700 partes por millón en peso (ppmw) de hidroxiacetona (HA). Sin embargo, cuando la reacción de descomposición del hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ se realiza en presencia de una relación molar orto/para mayor o igual a 1, la concentración de HA en el producto de descomposición puede ser menor de 1500 ppmw, por ejemplo, de 600 ppmw a 1500 ppmw, o, de 600 ppmw a 1000 ppmw, o, de 600 ppmw a 800 ppmw.

Aunque se puede conseguir el aislamiento completo del fenol ortosulfonado, dicho procedimiento puede basarse en procesos de separación y/o purificación costosos. El coste de implementar dichos procesos de separación y/o purificación puede aumentar el coste del producto. Por lo tanto, puede ser deseable un método para producir una cantidad molar más grande de fenol ortosulfonado en comparación con el fenol parasulfonado minimizando a la vez el impacto sobre el coste del producto.

Combinar los reactivos de fenol y agente sulfonante para formar una mezcla de reacción puede incluir calentamiento, mezclado (por ejemplo, mezcla estática y/o dinámica) en un recipiente, tal como en un reactor tanque agitado continuo (CSTR), un reactor de flujo pistón, un reactor discontinuo, o dispositivos similares, y puede incluir además añadir, hacer fluir o introducir de otra forma el agente sulfonante y el fenol para crear la mezcla de reacción. La mezcla de reacción puede estar en fase líquida, y puede mantenerse en fase líquida durante la totalidad de la producción de catalizador de fenol sulfonado. Un agente sulfonante puede incluir ácido sulfúrico, acetil sulfato, trióxido de azufre, ácido sulfúrico fumante (oleum), o una combinación que incluya al menos uno de los anteriores. El fenol puede estar fundido, tal como a una temperatura superior a la temperatura de su punto de fusión. La mezcla de reacción puede mantenerse a una temperatura superior a su temperatura de fusión (por ejemplo, a una temperatura a la cual la mezcla de reacción comienza a solidificarse cuando se enfría, que puede ser menor que la temperatura del punto de fusión del fenol puro) mientras se lleva a cabo la reacción de sulfonación. La mezcla de reacción puede incluir fenol, un agente sulfonante, agua, productos de sulfonación de alquilbenceno C₈₋₁₂ (por ejemplo, cumeno) o una combinación que comprenda al menos uno de los anteriores.

Cuando se usa ácido sulfúrico como el reactivo sulfonante, se puede usar un ácido sulfúrico de concentración reducida con la condición de que la reacción sea suficiente. La relación de masas inicial entre el fenol y el agente sulfonante en la mezcla de reacción puede ser de 1:2 a 1000:1, respectivamente. La mezcla de reacción se puede mantener en un reactor a una temperatura de 11,8 °C a 55,8 °C, durante un periodo de tiempo de 0,5 horas (h) hasta 100 horas, por ejemplo, de 1 h a 20 h o, de 3 h a 8 h.

La fabricación de un catalizador de fenol ortosulfonado se puede llevar a cabo en un reactor que tenga múltiples zonas. Cada zona puede configurarse para transmitir una condición deseada, por ejemplo, la presión, la temperatura, fase, el tiempo de residencia, velocidad, homogeneidad y similares. Por ejemplo, en una zona del reactor, los reactivos pueden combinarse para formar una mezcla de reacción y calentarse (por ejemplo, antes, durante o después de combinarse). En otra zona del reactor, los reactivos y/o la mezcla de reacción se pueden enfriar a una temperatura deseada dentro de un periodo de tiempo deseado. En otra zona del reactor, la mezcla de reacción puede dejarse reaccionar en una extensión de reacción deseada. En una realización, un reactor puede incluir tres zonas donde los reactivos se combinan y/o calientan en una primera zona, se enfrían en una segunda zona, y se deja continuar la reacción a una temperatura más baja en la tercera zona. En otra realización de un reactor de tres zonas, la segunda zona puede tener un volumen más pequeño que la tercera zona y puede transmitir un tiempo de residencia de 0,01 h a 0,2 h en la mezcla de reacción.

El fenol ortosulfonado se puede usar en la reacción de descomposición de hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ en comparación con el fenol, una cetona C₃₋₆, un alquilaldehído C₂₋₆ o una combinación que incluya al menos uno de los anteriores. El proceso de descomposición de hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ puede incluir múltiples etapas. Una etapa del proceso de descomposición del hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ puede incluir mezclar el catalizador de fenol ortosulfonado, acetona, agua, hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ en un recipiente de reacción a una temperatura de reacción. La temperatura de reacción puede ser de 40 °C a 90 °C, por ejemplo, de 40 °C a 70 °C. La escisión del hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ a estas temperaturas puede permitir reducir la cantidad de catalizador de ácido prótico en comparación con otros métodos de escisión. Como resultado, el proceso se puede llevar a cabo sin usar un agente neutralizante de ácido (por ejemplo, tales como amoníaco, acetona, agua y similares). Por ejemplo, las etapas adicionales pueden estar exentas de un alimento de un agente neutralizante de ácido siempre que se pueda reducir la cantidad de ácido usada en la primera etapa.

En estas condiciones de proceso, la cantidad de hidroperóxido de alquilbenceno C₈₋₁₂ que sale de una primera etapa de reacción puede mantenerse igual o ser menor al 1,0 % en peso. Además, la cantidad de hidroxiacetona que sale de la etapa final puede controlarse a menos de 700 ppmw, por ejemplo, de 500 ppmw a 400 ppmw, o 300 ppmw, lo que afecta significativamente a la calidad del producto de fenol comercial producida mediante el proceso. Además, la reducción en la cantidad de ácido sulfúrico puede conducir a una reducción en el consumo de álcali usado para

neutralizar el ácido, lo que en última instancia reduce la cantidad de residuos minerales, tales como sulfato de sodio, del proceso de producción.

Un alquilbenceno C_{8-12} puede incluir cualquier alquilbenceno C_{8-12} , por ejemplo, isopropilbenceno (cumeno), sec-butilbenceno, diisopropilbenceno o una combinación que incluya al menos uno de los anteriores. Una cetona C_{3-6} puede incluir cualquier cetona C_{3-6} , por ejemplo, acetona, metil etil cetona (MEK o butanona), pentanona, hexanona, ciclohexanona o una combinación que incluya al menos una de los anteriores.

Descomponer un hidroperóxido de alquilbenceno C_{8-12} en presencia de un fenol o-sulfonado como se describe en el presente documento puede reducir la cantidad de subproductos presentes en el fenol producido, reducir o eliminar completamente la adición de un agente de neutralización alcalino, sustituir el agente de neutralización por un agente menos caro, sustituir el agente de neutralización por un agente más fácilmente disponible, aumentar el rendimiento del fenol y la acetona o una combinación que comprenda al menos uno de los anteriores

15 Ejemplos:

Se llevó a cabo la escisión del hidroperóxido utilizando una instalación experimental que incluía un reactor de vidrio de 12 ml con un bucle de circulación provisto de una bomba de circulación (con un caudal de hasta 1000 mililitros por hora (ml/h)), una entrada de alimentación de hidroperóxido, y una entrada del catalizador, y mezcladores estáticos integrados en el bucle de circulación para proporcionar una corriente de circulación uniformemente mezclada. La temperatura del reactor se controló haciendo pasar líquido de transferencia térmica a través de la camisa del reactor. Una porción de la mezcla de reacción procedente del bucle de circulación se hizo pasar a través de un recipiente intermedio y se bombeó a través de un segundo reactor de escisión de flujo pistón con un volumen de 10 mililitros (ml) provisto de un calentador eléctrico para proporcionar la temperatura de reacción deseada.

El catalizador de escisión preparado in situ alimentando fenol y agente sulfonante a través del mezclador en T de temperatura controlada que tiene un volumen posterior al mezclado de 0,4 microlitros (μ l) (por ejemplo, parte caliente del reactor de preparación del catalizador) y hacer pasar la mezcla resultante a través de un tubo capilar de PTFE (parte fría del reactor de preparación del catalizador) colocado en el interior del cerramiento de temperatura controlada y con su extremo conectado a la entrada del bucle de circulación del reactor de escisión.

El alimento de hidroperóxido de alquilbenceno se preparó mediante oxidación de los hidrocarburos e incluía productos secundarios de la reacción de oxidación como se muestra en las siguientes tablas.

35 Ejemplo 1:

Una corriente de hidroperóxido de cumeno con la composición presentada en la Tabla 1 se alimentó a una velocidad de 25 gramos por hora (g/h) al reactor de escisión experimental anteriormente descrito. El catalizador de escisión se preparó bombeando simultáneamente 0,7 microlitros por hora (μ l/h) de ácido sulfúrico al 96 % en peso y 2,4 μ l/h en el mezclador en T a 50 °C, y haciendo pasar la mezcla resultante a través de un tubo capilar de 305 milímetros (mm) de longitud con un diámetro interior (DI) de 0,5 mm, con un volumen de 60 μ l y que proporciona un tiempo de residencia de 20 horas a 20 °C. En la Tabla 2 se presentan las composiciones del producto de reacción.

Tabla 1: Composición de la alimentación

Componente	Contenido, % en peso
Hidroperóxido de cumeno (CHP)	82,55
Cumeno	11,88
Alcohol dimetilbencílico (DMBA)	3,97
Acetofenona	0,61
Agua	0,06
Peróxido de dicumilo (DCP)	0,62
Fenol	0,02
No identificado	0,29
Total	100

Tabla 2: Composición de la mezcla de reacción

Componente	Composición, % en peso
Fenol	40,75
Acetona	44,56
Peróxido de dicumilo (DCP)	0,14
Alcohol dimetilbencílico (DMBA)	0,07
Cumilfenoles	0,18
dímeros de α -metilestireno (DAMS)	0,12
Acetofenona (AP)	0,51
α -metilestireno (AMS)	2,58
Cumeno	9,69
Hidroxiacetona (HA)	0,04
Óxido de mesitilo	0,01
No identificado	0,46
Agua	0,89
Total	100

Ejemplo de referencia 2:

- 5 El proceso de escisión se llevó a cabo de la misma manera que se presentó en el Ejemplo 1, pero el catalizador se preparó alimentando 0,5 $\mu\text{l/h}$ de ácido sulfúrico fumante al 20 % (oleum) y 5,5 $\mu\text{l/h}$ de fenol en la T de mezcla a 56 °C, y haciendo pasar la mezcla resultante a través de un reactor de tubo capilar de 40 mm de longitud con un DI de 0,31 mm a 46 °C proporcionando un tiempo de residencia de 0,5 horas. En la Tabla 3 se presentan las composiciones del producto de reacción.

10

Tabla 3: Composición de la mezcla de reacción

Componente	Composición, % en peso
Fenol	40,61
Acetona	44,79
Peróxido de dicumilo (DCP)	0,15
Alcohol dimetilbencílico (DMBA)	0,08
Cumilfenoles	0,16
dímeros de α -metilestireno (DAMS)	0,11
Acetofenona (AP)	0,51
α -metilestireno (AMS)	2,50
Cumeno	9,59
Hidroxiacetona (HA)	0,04
Óxido de mesitilo	0,01
No identificado	0,49
Agua	0,93
Total	100

Ejemplo 3:

- 15 El proceso de escisión se llevó a cabo de la misma manera que se presentó en el Ejemplo 1, pero el catalizador se preparó alimentando 0,6 $\mu\text{l/h}$ de ácido sulfúrico fumante al 96 % en peso y 1,8 $\mu\text{l/h}$ de fenol en la T de mezcla a 45 °C, y haciendo pasar la mezcla resultante a través de un reactor de tubo capilar de 480 mm de longitud con un DI de 0,8 mm a 5 °C proporcionando un tiempo de residencia de 100 horas. En la Tabla 4 se presentan las composiciones del producto de reacción.

20

Tabla 4: Composición de la mezcla de reacción

Componente	Composición, % en peso
Fenol	40,86
Acetona	44,55
Peróxido de dicumilo (DCP)	0,11
Alcohol dimetilbencílico (DMBA)	0,06
Cumilfenoles	0,18
dímeros de α -metilestireno (DAMS)	0,13
Acetofenona (AP)	0,54
α -metilestireno (AMS)	2,44
Cumeno	9,63
Hidroxiacetona (HA)	0,03
Óxido de mesitilo	0,01
No identificado	0,52
Agua	0,94
Total	100

Ejemplo 4:

- 5 El proceso de escisión se llevó a cabo de la misma manera que se presentó en el Ejemplo 1, pero con una composición de alimentación como se presenta en la Tabla 5. El catalizador se preparó alimentando 0,7 μ l/h de ácido sulfúrico fumante al 96 % en peso y 2,4 μ l/h de fenol en la T de mezcla a 50 °C, y haciendo pasar la mezcla resultante a través de un reactor de tubo capilar de 305 mm de longitud con un DI de 0,5 mm a 20 °C proporcionando un tiempo de residencia de 20 horas. En la Tabla 6 se presentan las composiciones del producto de reacción.

10

Tabla 5: Alimentación para la escisión de la mezcla de hidroperóxido

Componente	Contenido, % en peso
Hidroperóxido de cumeno (CHP)	67,35
Hidroperóxido de sec-butilbenceno	17,76
Cumeno	1,27
sec-Butilbenceno	8,61
Alcohol dimetilbencílico (DMBA)	3,19
Acetofenona	0,74
Agua	0,06
Peróxido de dicumilo (DCP)	0,42
Fenol	0,01
No identificado	0,59
Total	100

Tabla 6: Composición de la mezcla de reacción

Componente	Composición, % en peso
Fenol	41,25
Acetona	40,05
Metiletilcetona (MEK)	6,20
Peróxido de dicumilo (DCP)	0,11
Alcohol dimetilbencílico (DMBA)	0,06
Cumilfenoles	0,13
dímeros de α -metilestireno (DAMS)	0,08

(continuación)

Componente	Composición, % en peso
Acetofenona (AP)	0,61
α -metilestireno (AMS)	1,99
Cumeno	1,02
sec-Butilbenceno	6,94
Hidroxiacetona (HA)	0,03
No identificado	0,80
Agua	0,73
Total	100

Ejemplo de referencia 5:

- 5 El proceso de escisión se llevó a cabo de la misma manera que se presentó en el Ejemplo 1, pero con una composición de alimentación como se presenta en la Tabla 7. El catalizador se preparó alimentando 0,8 μ l/h de ácido sulfúrico fumante al 96 % en peso y 2,4 μ l/h de fenol en la T de mezcla a 42 °C, y haciendo pasar la mezcla resultante a través de un reactor de tubo capilar de 47 mm de longitud con un DI de 0,5 mm a la misma temperatura proporcionando un tiempo de residencia de 3 horas. En la Tabla 8 se presentan las composiciones del producto de reacción.

10

Tabla 7: Alimentación para la escisión del hidroperóxido de cumeno

Componente	Contenido, % en peso
Hidroperóxido de cumeno (CHP)	82,15
Cumeno	12,02
Alcohol dimetilbencílico (DMBA)	4,06
Acetofenona	0,67
Agua	0,11
Peróxido de dicumilo (DCP)	0,64
Fenol	0,02
No identificado	0,33
Total	100

Tabla 8: Composición de la mezcla de reacción

Componente	Composición, % en peso
Fenol	40,75
Acetona	44,62
Peróxido de dicumilo (DCP)	0,08
Alcohol dimetilbencílico (DMBA)	0,07
Culilfenoles	0,19
dímeros de α -metilestireno (DAMS)	0,13
Acetofenona (AP)	0,51
α -metilestireno (AMS)	2,57
Cumeno	9,67
Hidroxiacetona (HA)	0,05
Óxido de mesitilo	0,01
No identificado	0,46
Agua	0,89
Total	100

REIVINDICACIONES

1. Un método para la escisión de un hidroperóxido de alquilbenceno C_{8-12} en fenol y de una cetona C_{3-6} , que comprende:
 - un método para la fabricación de un fenol sulfonado para usar como catalizador de descomposición del hidroperóxido de cumeno, llevado a cabo preferentemente en un reactor de flujo pistón, que comprende:
 - combinar fenol y un agente sulfonante a una primera temperatura que es de 1 °C a 15 °C superior a la temperatura de fusión del fenol, para formar una mezcla de reacción a la primera temperatura, preferentemente, en donde al menos uno de:
 - el fenol y el agente sulfonante se combinan en una relación molar de 50:1 a 1:3, preferentemente, una relación molar de 4:1 a 1:1;
 - el agente sulfonante comprende: ácido sulfúrico, acetil sulfato, trióxido de azufre, ácido sulfúrico fumante o una combinación que comprende al menos uno de los anteriores; y
 - la combinación comprende añadir el agente sulfonante al fenol,
 - reducir la primera temperatura de la mezcla de reacción a una segunda temperatura que es de 10 °C a 40 °C inferior a la primera, y
 - formar el fenol sulfonado a la segunda temperatura, formando preferentemente fenol o-sulfonado y fenol p-sulfonado en una relación en peso de fenol o-sulfonado a fenol p-sulfonado mayor o igual a 1;
 - poner en contacto el hidroperóxido de alquilbenceno C_{8-12} con una cantidad catalíticamente suficiente del fenol sulfonado en condiciones eficaces para escindir el hidroperóxido de alquilbenceno C_{8-12} con el fin de formar el fenol, la cetona C_{3-6} , un alquilaldehído C_2-C_6 o una combinación que comprende al menos uno de los anteriores; y mantener una concentración de hidroxiacetona inferior o igual a 400 ppmw, o inferior o igual a 300 ppmw.
2. El método de la reivindicación 1, en el que la cantidad catalíticamente suficiente es de 10 - 500 ppm peso, preferentemente de 10-80 ppm en peso.
3. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1-2, que comprende además diluir el fenol sulfonado con el correspondiente alquilbenceno C_{8-12} del hidroperóxido de alquilbenceno C_{8-12} antes de la puesta en contacto.
4. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el alquilbenceno C_{8-12} comprende cumeno y la cetona C_{3-6} comprende acetona.
5. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el alquilbenceno C_{8-12} comprende etilbenceno y el alquilaldehído comprende acetaldehído.
6. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el alquilbenceno C_{8-12} comprende sec-butilbenceno y la cetona C_{3-6} es metil etil cetona.
7. El método de cualquiera de las Reivindicaciones 1-3, en el que el alquilbenceno C_{8-12} es ciclohexilbenceno y la cetona C_{3-6} es ciclohexanona.
8. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además mantener la segunda temperatura durante un periodo de tiempo de 0,5 horas a 100 horas, preferentemente, un periodo de tiempo de 1 hora a 20 horas, o un periodo de tiempo de 3 horas a 8 horas.
9. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la combinación está en una primera zona del reactor, la reducción de la primera temperatura es en una segunda zona del reactor y la formación es en una tercera zona del reactor.
10. El método de la Reivindicación 9, en el que la segunda zona del reactor tiene un volumen menor que la tercera zona del reactor y transmite un tiempo de residencia de aproximadamente 0,01 - 0,2 horas, y en donde el tiempo de residencia es menor o igual al 1 % de un tiempo de reacción total.