

204580

P.- 10.179.-



JUL 1952

17 JUL 1952

580

MEMORIA DESCRIPTIVA  
para solicitar  
P A T E N T E D E I N V E N C I O N  
e n  
E S P A Ñ A  
por VEINTE años

a nombre de THE DISTILLERS COMPANY, LIMITED, entidad británica, establecida en 12 Torphichen Street, Edimburgo, Escocia, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA RECUPERACION DE FENOL".

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la recuperación de fenol y se relaciona en particular con la recuperación de fenol en estado puro desde mezclas de reacción derivadas de la descomposición del hidropéroxido de isopropilbenceno mediante catalizadores disociativos. La e-xpresión "hidropéroxido" en lo que sigue incluye asimismo el péroxido.

Es un hecho conocido que cuando el hidropéroxido

204580



do de isopropilbenceno se descompone mediante agentes disociativos de acción catalítica tales como ácidos, por ejemplo, el ácido sulfúrico, el ácido fosfórico, el ácido tolueno sulfónico y el ácido acético y otrosí, y además tierras tratadas con ácido, materias que intercambian hidrogeniones, 5 cloruro férrico, pentacloruro fosforoso, cloruro de aluminio y similares compuestos ácidos, además del fenol y la acetona que constituyen los productos principales, se forman como productos secundarios acetofenona, alfametilestireno, 10 fenildimetilcarbinol y cumilfenol. Cuando la reacción disociativa se realiza con una mezcla de reacción de oxidación que contiene isopropilbenceno sin reaccionar, la mezcla de reacción resultante contiene, además, isopropilbenceno. Los componentes de la citada mezcla de descomposición 15 se recuperan de ella preferentemente por destilación fraccionada, recuperándose acetona como primer producto de esta destilación. Si se continua la destilación, como fracción inmediata siguiente se recoge cualquier isopropilbenceno que haya quedado sin reaccionar -si se halla presente en la mezcla a separar- juntamente con agua y alfametilestireno. 20 Después de haber separado completamente el alfametilestireno monomero, inicialmente presente, queda en el alambique una mezcla de fenol, acetofenona, fenildimetilcarbinol, cumilfenol y alguna materia resinosa formada por polimerización de metilestireno. Si esta mezcla se destila con objeto de 25 recuperar de ella el fenol, se comprueba que, aunque la desti-

204580



lación se haya efectuado en condiciones de fraccionamiento exactas, la fracción recogida del fenol destilado no resulta suficientemente libre de impurezas para dar cumplimiento a los requisitos establecidos por la British Standard Specification 523/38 en cuanto a solubilidad en agua, ya que al diluirlo con agua resulta una solución turbia, así como tampoco cumple las condiciones de la correspondiente especificación U.S.P.XIII. Investigaciones detalladas han mostrado que este enturbiamiento de la solución es debido a la presencia en el fenol de pequeñas cantidades de hidrocarburos- principalmente alfa metil estireno- y que una cantidad tan pequeña como la de 260 partes por millón resulta suficiente para producir el inconveniente enturbiamiento. Como el alfa metil estireno hierve a una temperatura considerablemente más baja que el fenol y como el alfa metil estireno, inicialmente presente en la mezcla de la reacción disociativa, ha sido completamente separado conforme demuestra el análisis, la presencia de ulteriores cantidades en el fenol final resultaba, al principio, inexplicable.

El presente invento se basa en el descubrimiento de que las ulteriores cantidades de alfa metil estireno halladas en el fenol después de que el inicialmente presente en la mezcla de descomposición ha sido completamente separado, se forman durante la destilación por la deshidratación del fenil dimetil carbinol que se halla presente en la citada mezcla de descomposición. La deshidratación del fenil dimetil carbinol solo se realiza gradualmente. Depende de la tempe-

20 4 5 8 0



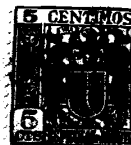
1952

ratura a que se someta el fenildimetilcarbinol y crece con el aumento de temperatura, la cual a medida que la destilación progresa a presión constante aumentará gradualmente. Pero con estas temperaturas más altas la tendencia del alfa-  
5 metilestireno a polimerizarse crece también. Por añadidura el empleo de altas temperaturas favorece la condensación del fenol con alfa metilestireno y con acetofenona también presentes en la mezcla de reacción. Todas estas reacciones de condensación causadas por la aplicación de altas tempe-  
10 raturas se traducen en pérdida del fenol y de otros valioso compuesto. Si se intenta catalizar la deshidratación del fenildimetilcarbinol, por ejemplo: mediante adición de ácido, tal como el ácido sulfúrico, al contenido del alambique, el resultado no es siempre satisfactorio, ya que el ácido  
15 tiende a favorecer, tanto la polimerización del alfa metilestireno producido, como la condensación del metilestireno con fenol para formar cumilfenol, con la consiguiente pérdida de material valioso.

Uno de los objetos del presente invento consiste  
20 te en recuperar fenol puro a partir de la mezcla de descomposición del hidroperóxido de isopropilbenceno. Entendemos por "fenol puro" un producto que satisfaga tanto los requisitos de la condición XIII de la Farmacopea de los Estados Unidos como la 523/38 de las Condiciones Normativas Británicas.  
25

Otro de los objetos del invento consiste en recuperar, a partir de la mezcla de descomposición, alfa metil-

204580



estireno monomero en un rendimiento tan alto como sea posible, ya que el propio alfa metil estireno es, un valioso material. Puede ser ulteriormente hidrogenado para producir isopropilbenceno, el cual puede, a su vez, devolverse al ciclo al proceso de oxidación sirviendo así de material inicial para la producción de cantidades adicionales de hidropéroxido de isopropilbenceno, con lo que resulta favorecida la economía de todo el proceso de producción del fenol.

Un objeto adicional del invento consiste en obtener los resultados antes mencionados de un modo muy sencillo por el que quede reducida al mínimo la formación de productos secundarios y con ello, la pérdida de material valioso.

El proceso para la recuperación del fenol puro por destilación fraccionada a partir de mezclas que contienen fenol, derivadas de la descomposición catalítica del hidropéroxido de isopropilbenceno, supone consecuentemente la eliminación del fenildimetilcarbinol de la citada mezcla que contiene fenol, antes de separar fenol puro por medio de la destilación fraccionada. Resulta preferible separar la mezcla de descomposición del catalizador y de la acetona antes de eliminar de ella el fenildimetilcarbinol.

La eliminación del fenildimetilcarbinol puede efectuarse destilando fraccionadamente la mezcla de descomposición de tal suerte que se obtenga un destilado que contiene fenol/alfa metil estireno e isopropilbenceno si este se halla presente en la mezcla o bien por descomposición del



fenildimetilcarbinol en la mezcla de descomposición.

Los requisitos referentes a la deseada pureza del fenol varían en los diferentes países y consecuentemente, también difieren las cantidades de fenildimetilcarbinol que, después de separadas de la masa total, pueden ser toleradas en la mezcla que contiene fenol. Así por ejemplo, cuando se desea producir el fenol en la calidad requerida por las Condiciones Normativas Británicas, se permite tanta cantidad de fenildimetilcarbinol como resulte en la producción por deshidratación durante el fraccionamiento de la mezcla que contiene fenol de no más de 0.04% en peso de alfa-metilestireno calculado sobre la cantidad de fenol. Hablando en general, una cantidad de 0.09% en peso, de fenildimetilcarbinol en la mezcla que contiene fenol a fraccionar, permitirá finalmente la recuperación del fenol conforme a las Condiciones Normativas Británicas y una cantidad de 0.15% fenildimetilcarbinol permitirá la recuperación de un fenol de la calidad exigida por la Farmacopea de los Estados Unidos.

La eliminación del fenildimetilcarbinol sometiendo la mezcla de descomposición a la destilación fraccionada, puede efectuarse mediante un cuidadoso ajuste de la destilación, las temperaturas, la altura de la columna o columnas y el número de placas que se emplee.

Al realizar la destilación de la mezcla - que debe verse previamente libre del catalizador disociativo y de la acetona y que contiene alfa-metilestireno, fenol, fenil-



dimetilcarbinol, acetofenona y cumilfenol y que puede conte-  
ner también isopropilbenceno - en una columna con 40 placas  
y manteniendo la proporción del destilado en relación con el  
reflujo en el valor de 1:4, puede obtenerse un destilado que  
5 se reduzca en su contenido de fenildimetilcarbinol en la me-  
dida deseada y dentro de los límites arriba indicados.

La destilación fraccionada por medio de la cual  
se consigue la separación del fenildimetilcarbinol de la mez-  
cla que contiene fenol, puede ser realizada en una sola fa-  
10 se en la cual los hidrocarburos- principalmente alfa metil-  
estireno e isopropilbenceno, si se hallan presentes- son des-  
tilados juntamente con el fenol, dejando en el residuo el fe-  
nildimetilcarbinol. Como alternativa, la separación puede  
efectuarse en dos fases, en la primera de las cuales los hi-  
15 drocarburos presentes son destilados, bien separadamente,  
bien en conjunto, mientras que el fenol queda sustancialmente  
íntegro con el fenildimetilcarbinol y otros compuestos de pun-  
to de ebullición más elevado. Esta destilación puede reali-  
zarse en presencia o en ausencia de agua. El residuo se so-  
20 mete entonces a una destilación ulterior en la que el fenol,  
con algun alfa metilestireno derivado principalmente de la  
descomposición del fenildimetilcarbinol durante la destila-  
ción- pasa como producto destilado, permaneciendo en el alam-  
bique el remanente del fenildimetilcarbinol con las otras  
25 sustancias de mayor punto de ebullición.

De esta manera puede ser destilado hasta cerca  
del 95% del fenol presente inicialmente en la mezcla de des-



composición, dejando por residuo en el alambique además de la masa de fenildimetilcarbinol y otros compuestos de mayor punto de ebullición, fenol en cantidad cuando menos suficiente para formar una mezcla azeotrópica con la acetofenona también presente. Esta destilación puede ser realizada a presión ordinaria o reducida.

El fenol obtenido de este modo como destilado contiene alfametilestireno y puede contener también en algunos casos isopropilbenceno y otros hidrocarburos, pero la cantidad de fenildimetilcarbinol presente es nula o solo muy pequeña. Se le somete posteriormente a destilación fraccionada con lo que la separación del fenol respecto de los hidrocarburos se lleva a cabo en tal medida que el producto final cumplirá todos los requisitos que se deseen con relación al estado de pureza. Como alternativa, puede someterse el destilado a nueva destilación en presencia de agua, que se regulará de tal modo que solo los hidrocarburos con únicamente una pequeña cantidad de fenol sean destilados, mientras que el fenol permanezca sin destilar y pueda ser recuperado de este residuo por medio de una destilación ulterior como destilado en forma esencialmente pura.

El residuo del alambique que contiene la parte remanente del fenildimetilcarbinol originariamente presente en la mezcla de descomposición, que no ha sufrido descomposición durante la destilación, juntamente con otros productos de descomposición de mayor punto de ebullición, del hidroperóxido de isopropilbenceno, y que contiene algo de fe-



5      nol, puede ser posteriormente sometido a un tratamiento conveniente para deshidratar el fenildimetilcarbinol para dar alfametilestireno. Por ejemplo, el residuo puede ser calentado a una temperatura que exceda los 180°C y preferiblemente que se halle comprendida entre los 250° y los 300°C. Puesto que, sin embargo, p-cumilfenol y otros compuestos también se hallan presentes en el residuo del alambique y estos pueden descomponerse con la formación de fenol, isopropilbenceno y alfametilestireno cuando son calentados a temperaturas superiores que aquéllas que efectúan la deshidratación del fenildimetilcarbinol resulta preferible calentar el residuo del alambique a una temperatura entre 250 y 400°C, en virtud de cuyo tratamiento el fenildimetilcarbinol, el p-cumilfenol y otros elementos constitutivos son descompuestos, obteniéndose cantidades adicionales de isopropilbenceno, metilestireno y fenol. La deshidratación del fenildimetilcarbinol y la descomposición del p-cumilfenol y otros componentes puede ser mejorada si se halla presente en la zona de calentamiento una pequeña cantidad de ácido, por ejemplo: 0.1% de ácido sulfúrico. Cuando el residuo se trata del modo indicado se producen isopropilbenceno, alfametil-  
10      estireno, agua y algo de fenol, todo lo cual puede ser recuperado como se desee. Por ejemplo: el alfametil-  
15      estireno puede ser recuperado por destilación y el fenol (que forma con la acetofenona presente una mezcla azeotrópica) por extracción, por ejemplo: con solución acuosa de hidróxido de sodio, por ejemplo: por el método descrito en nuestra soli-  
20      -  
25      -

20 4 5 8 0



cidad británica Nº. 20670/51. De la solución fenólica acusa puede ser liberado el fenol en las formas de todas conocidas, por ejemplo: por acidificación.

5 El método ulterior para separar fenildimetilcarbinol de la mezcla que contiene fenol, de acuerdo con el presente invento, a que ya se ha hecho referencia, comprende someter la mezcla de descomposición - preferiblemente, después de separar previamente el catalizador disociativo y la acetona- a un tratamiento térmico a temperaturas suficientemente  
10 te altas para producir esencialmente la completa deshidratación del fenildimetilcarbinol. Sin embargo, la duración del tratamiento térmico no debe ser tan larga como para polimerizar en proporciones de cierta amplitud, el metilestireno presente en la mezcla. Con objeto de reducir al mínimo la  
15 polimerización del alfametilestireno se prefiere, no obstante, destilar el alfametilestireno de la mezcla de descomposición, antes de someterlo al tratamiento térmico, especialmente si este se realiza a la gama superior de temperatura a que antes nos hemos referido. Cualquier isopropilbenceno  
20 presente puede también ser separado de la mezcla antes de que esta sea sometida al tratamiento térmico. Semejante tratamiento térmico puede ser realizado mediante una destilación súbita a una temperatura de por ejemplo: 300°C cuando se expone la mezcla a altas temperaturas solamente durante  
25 te muy pocos segundos. Otro modo de conseguir satisfactoriamente la deshidratación consiste en introducir la mezcla que contiene fenildimetilcarbinol dentro de una columna, la par-



te más baja de la cual se halla calentada a la temperatura de deshidratación, por ejemplo: de 300 a 350°C. Como otro método alternativo, la mezcla puede ser calentada durante un tiempo más largo, a una temperatura más baja, por ejemplo: 200°C. Este último procedimiento puede aplicarse ventajosamente cuando el procedimiento de la invención se desarrolla por tandas.

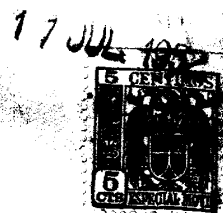
Con este propósito, se carga la mezcla de descomposición dentro de un recipiente apropiadamente aislado, en el que se la calienta a la temperatura deseada, conservándose en ella durante un tiempo considerable, transcurrido el cual se somete la mezcla a la destilación fraccionada.

Es preferible separar el alfa metil estireno de la mezcla a medida que se forme, para impedir la polimerización.

El tratamiento térmico puede también ser realizado a temperaturas que excedan de 300°C y preferentemente entre los 300 y 400°C, con lo que el p-cumilfenol presente resulta sometido a cracking simultáneamente convirtiéndose en alfa metil estireno y fenol. El fenol contenido en la mezcla resultante puede después ser fácilmente separado del alfa metil estireno mediante destilación fraccionada y puede ser recuperado en estado puro y libre sustancialmente de hidrocarburos. Adicionalmente la mezcla sometida al tratamiento térmico puede ser puesta a presión reducida para facilitar la separación del alfa metil estireno.

Los ejemplos siguientes con los dibujos diagra-

204580



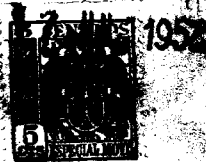
máticos anejos ilustran la manera en la cual el proceso, objeto del presente invento, puede ser conducido en la práctica. Las partes que se indican son partes en peso.

EJEMPLO I:

5                   Una mezcla, obtenida por descomposición del hidropéroxido de isopropilbenceno, mediante un ácido, contenía acetona, agua, isopropilbenceno, alfa metil estireno, fenol, acetofenona, fenildimetilcarbinol y algunos compuestos de mayor punto de ebullición. Se destiló para separarla acetona y el residuo contenía 923 partes de fenol y 37 partes de carbinol. Esta mezcla se alimentó a una columna de destilación continua, que se muestra en los dibujos esquemáticos en la figura 1, como columna A. El líquido penetró en un punto situado aproximadamente a un tercio del trayecto total hacia arriba de la columna que contenía 40 placas, operándose en una relación de 5:1 entre el producto que refluye y el producto destilado y a una presión de 200 mm.Hg absoluta en el extremo superior de la columna. El producto destilado contenía la mayor parte del isopropilbenceno algo del metil estireno y un poco de fenol, que se recuperó por extracción con alcalí. La mezcla que abandonó el fondo de la columna A se alimentó a una columna de destilación continua, dibujada en la figura 1 como B, conteniendo 45 placas y funcionando a una razón de 4:1 entre líquido que refluye y líquido destilado y a una presión de 100 mm Hg en la cima de la columna. La mezcla se alimentó 8 placas a partir de la base de la columna. El destilado contenía 800 partes de fenol y solo 0.8



partes de carbinol, así como alfametilestireno, isopropilbenceno y trazas de acetofenona y un poco de agua. Se introdujo en la columna de destilación final C que contiene 50 placas y se halla operada con una relación de separación de 0.85:1 y una presión de 200 mm Hg en la cima de la columna. La mezcla que abandonaba el fondo de la columna B contenía algo de fenol, prácticamente toda la acetofenona, algo de carbinol residual y materias de mayor punto de ebullición. Todo ello se envió a bomba a un dispositivo de pirólisis, no mostrado en el dibujo, mantenido a una temperatura de unos 325°C, suficiente para descomponer tanto el carbinol en alfametilestireno, como el cumilfenol en alfametilestireno, isopropilbenceno y fenol. La mezcla procedente de este pirolizador se fraccionó y el destilado (consistente principalmente en fenol) con algo de alfametilestireno e isopropilbenceno) se reunió con la que procede de la columna B y ambas juntamente se introdujeron en la columna C. La alimentación combinada contenía 915 partes de fenol y 0.8 partes de carbinol. El destilado de la columna C consistía principalmente en isopropilbenceno y alfametilestireno con un poco de fenol que se recuperó por extracción con álcali cáustico. Desde 2 placas a partir de la base de la columna C, el vapor de fenol se separó y se hizo pasar a través de una pequeña columna lateral D de 5 placas, que se operaba con la baja relación entre reflujo y destilado de 0.25:1. El vapor de la parte superior de la columna D, después de su condensación, rindió 890 partes de fenol puro, cumpliendo en todos los sen-



tidos los requisitos impuestos por las Condiciones Normativas Británicas y de los Estados Unidos, mientras que como residuo, se obtienen productos polímeros formados durante la destilación.

5 EJEMPLO 2:

Una mezcla de descomposición es tratada haciéndola pasar a través de las columnas A y B, conforme se describe en el Ejemplo I. El producto resultante, separado desde la cima de la columna B como destilado, y conteniendo 10 1715 partes de fenol con algo de isopropilbenceno, alfa-metilestireno y trazas de hidrocarburos de mayor punto de ebullición, es cargado con 300 partes de agua dentro de un recipiente de destilación por tandas en sustitución de la columna C en la figura 1. Se equipó este alambique con una 15 columna fraccionadora rellena de 1.80 x 0.032 m. a través de la cual se destilan ante todo, los hidrocarburos, como azeotrópos con agua, mientras que el fenol acuoso es devuelto al alambique. De esta manera se separan del fenol 170 partes de hidrocarburos. Posteriormente, como segunda fracción, se 20 de-stila azeotropo de fenol-agua y finalmente se separa fenol puro anhidro. De este modo es recuperado más del 95% del fenol en la calidad exigida por las Condiciones Normativas Británicas. El azeotropo de fenol-agua puede ser reintroducido en el recipiente de destilación por tandas en lugar 25 de su carga de agua.

EJEMPLO 3:

La operación de este ejemplo se halla ilustra-

204580



da en la figura 2. Una mezcla obtenida por descomposición del hidroperóxido de isopropilbenceno es primeramente destilada con objeto de separar la acetona. La materia libre de acetona, se introduce en el alambique de destilación continua E, actuando bajo una presión de 60 mm Hg absoluta en la cima de la columna. Se emplea una relación de reflujó de 4:1 y la columna contiene 40 placas. Siendo el objetivo del alambique la separación del fenildimetilcarbinol respecto del fenol, se dispone de tal manera que el fenildimetilcarbinol no pase, sustancialmente, en la destilación. La masa de fenol- esto es: el 70 al 90% de fenol en la alimentación, con las materias de menor punto de ebullición, agua e hidrocarburos, se separa del destilado, el cual se introduce en la columna de destilación continua F provista de una pequeña columna lateral G y operada en condiciones similares a las indicadas para las columnas C y D de la figura 1. De la parte superior de la columna G se recupera fenol libre sustancialmente de hidrocarburos y de impurezas de mayor punto de ebullición y satisfaciendo las Condiciones Normativas.

Los residuos del alambique E que contienen fenol, carbinol, acetofenona y compuestos de mayor peso molecular, son pasados a través de un aparato de cracking mantenido a una temperatura de unos 300°C, que descompone a ambos, carbinol y cumilfenol. Ulteriores cantidades de fenol se recuperan de la mezcla que sale del citado aparato, mediante un procedimiento similar al descrito en el ejemplo 1.

EJEMPLO 4:

Una mezcla de descomposición de la que han sido separados el catalizador y la acetona, contiene además de isopropilbenceno, alfametilestireno, acetofenona y compuestos de mayor punto de ebullición, 2774 partes de fenol y 138 partes de fenildimetilcarbinol. Esta mezcla es introducida en la base de la columna H en la figura 3, que contiene residuos líquidos de operaciones previas, mantenidas a 320°C. El destilado de la columna H estaba libre de fenildimetilcarbinol y consistía en agua, isopropilbenceno, alfametilestireno, fenol, acetofenona y una pequeña cantidad de compuestos de mayor punto de ebullición. Ello se introduce en la columna I donde sustancialmente toda el agua, isopropilbenceno y alfametilestireno es separado en forma de destilado con una pequeña cantidad de fenol. El producto de colas, conteniendo la mayor parte del fenol, acetofenona, y una pequeña cantidad de compuestos de alto punto de ebullición, es introducido en la columna J, donde se obtienen 2679 partes de fenol como destilado que satisface las Condiciones Normativas.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en GRAN BRETAÑA, el 18 de Julio de 1951, bajo el Número 17010/51, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto Ley sobre Propiedad Industrial.

20 4 5 8 0



-----  
---- N O T A ----  
-----

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, son los siguientes:

5                    1º. El procedimiento para la recuperación de fenol puro por destilación fraccionada a partir de mezclas que contienen fenol, derivadas de la descomposición catalítica de hidroperóxido de isopropilbenceno, que comprende la separación del fenildimetilcarbinol de la mezcla que contiene fenol, antes de la separación del fenol puro por destilación fraccionada.

10                    2º. El procedimiento según se reivindica en el punto 1º., en el que la eliminación del fenildimetilcarbinol de la mezcla que contiene fenol se realiza por destilación fraccionada.

15                    3º. El procedimiento según se reivindica en el punto 2º., en el que las condiciones de la destilación se disponen de modo que la principal cantidad de fenildimetil-



carbinol permanece en el residuo y el destilado contiene la mayor parte del fenol, y fenildimetilcarbinol en una cantidad que no exceda sustancialmente en 0.15% del peso del fenol, con lo que en la subsiguiente destilación fraccionada se recupera el fenol puro.

4°. El procedimiento según se reivindica en los puntos 2°. ó 3°. , en el que el residuo de la primera fase de la destilación fraccionada, es sometido a tratamiento térmico para descomponer el fenildimetilcarbinol y la mezcla resultante que contiene alfa metil estireno se destila fraccionadamente para recuperar el alfa metil estireno.

5°. El procedimiento según se reivindica en los puntos 2°. , 3°. ó 4°. , en el que el residuo de la primera fase de la destilación fraccionada, es sometido a tratamiento térmico mediante el cual se deshidrata el fenildimetilcarbinol, se descompone el cumilfenol y la mezcla resultante conteniendo fenol, alfa metil estireno e isopropilbenceno se destila fraccionadamente para recuperar cantidades adicionales de fenol, isopropilbenceno y alfa metil estireno.

6°. El procedimiento según se reivindica en el punto 1°. , en el que la separación del fenildimetilcarbinol se efectúa a partir de la mezcla inicial a separar, sometiendo la citada mezcla a un tratamiento térmico a una temperatura a la cual se deshidrata el fenildimetilcarbinol.

7°. El procedimiento según se reivindica en el punto 6°. , en el que el tratamiento térmico se realiza a una temperatura comprendida entre los 180 y los 300°C.



8°. El procedimiento según se reivindica en el punto 1°. ó en el 6°. , en el que la separación del fenildimetilcarbinol de la mezcla inicial de descomposición se efectúa sometiendo la citada mezcla a tratamiento térmico a una temperatura a la cual se deshidrata fenildimetilcarbinol y se descompone cumilfenol.

9°. El procedimiento según se reivindica en el punto 8°. , en el cual el tratamiento térmico se efectúa a una temperatura situada entre 300 y 400°C.

10 10°. El procedimiento según se reivindica en cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el cual el alfametilestireno, inicialmente presente en la mezcla que contiene fenol, es separado de ella antes de separar el fenildimetilcarbinol.

15 11°. El procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos precedentes, en el cual el isopropilbenceno, presente en la mezcla que contiene fenol, es separado de ella antes de separar el fenildimetilcarbinol.

20 12°. El procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, en el que los hidrocarburos son separados de la mezcla que contiene fenol mediante destilación en presencia de agua antes de la eliminación del fenildimetilcarbinol.

25 13°. El procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, en el cual la mezcla descompuesta se libera del catalizador y de la acetona, antes de la separación del fenildimetilcarbinol.



14°. El procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, en el que la destilación fraccionada para la recuperación de fenol puro, después de la separación del fenildimetilcarbinol, se dispone de suerte que el fenol puro se recupera como destilado y queden como residuo productos polímeros formados durante la destilación.

15°. El procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, en el cual la destilación fraccionada para la recuperación del fenol puro, después de eliminar el fenildimetilcarbinol, se efectúa en dos fases en la primera de las cuales los hidrocarburos se separan como destilado, mientras que en la segunda el fenol puro se recupera como destilados.

16°. El procedimiento según se reivindica en el punto 15°, en el cual la primera de ambas fases se realiza como destilación en presencia de agua con lo cual destilan los hidrocarburos, mientras que el fenol residual se recupera en la segunda como destilado.

17°. Un procedimiento para la recuperación de fenol.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, ilustrado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria

17 JUL 1952

2,04,580



consta de veinte hojas y la presente, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

17 JUL 1952

P. A.

Alberto de Elzaburu

Por Poder