

268096

268096



PATENTE DE INVENCION

=====
Your Case No. 484

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de obtención de fenol puro partiendo de fenol crudo que contenga, como impureza, por lo menos un derivado oxigenado de ciclohexano".

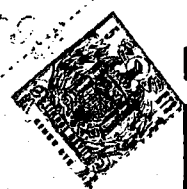
=====

Solicitante: SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, Inc., entidad norteamericana, residente en 2 Park Avenue, NUEVA YORK 16, (N.Y.) EE. UU. de A.

=====

Esta solicitud se refiere a un procedimiento para la purificación de fenol, más especialmente la purificación de fenoles obtenidos por deshidrogenación de un derivado oxigenado de ciclohexano, tal como

5. ciclohexanol, ciclohexanona o mezclas de los mismos,



5. y especialmente a un procedimiento de fraccionamiento realizado por lo menos en dos etapas básicas, separando los materiales de punto de ebullición elevado del fenol, en una etapa, y separando del mismo los materiales de bajo punto de ebullición en otra etapa, para obtener fenol de pureza elevada.

10. El fenol, un producto químico industrial muy importante, puede prepararse por deshidrogenación de ciclohexanol o ciclohexanona. Sin embargo, se ha observado, por ensayo, que el fenol de grado elevado no puede obtenerse del producto de deshidrogenación resultante, por medio de los procesos de fraccionamiento corrientes. La técnica se enfrenta con los problemas de proporcionar métodos económicos y convenientes para la obtención de fenol de

15. grado elevado, partiendo de fenol bruto obtenido por la deshidrogenación de ciclohexanona, ciclohexanol o mezclas de los mismos.

20. Los descubrimientos asociados con este invento, relativos a la solución de los problemas anteriores y a los objetivos realizados de acuerdo con este invento tal como se describe en esta Memoria, comprenden el suministro de : el procedimiento para preparar un fenol puro partiendo de un fenol bruto que contenga por lo menos un derivado oxigenado de ciclohexano como impureza, procedimiento

25. que comprende el fraccionar dicho fenol bruto por lo menos en dos fracciones: fracción (a) que contenga prácticamente todo el fenol, y fracción(b) que contenga los componentes de punto de ebullición más elevados del fenol crudo o bruto, y el fraccionamiento de la fracción (a)

30. para recuperar fenol puro como una fracción de punto de

268096



5. ebullición más elevado de la misma; Los procedimientos en los que el fenol crudo no contiene mas allá del 10 % del derivado oxigenado de ciclohexano, impureza; los procedimientos en los que el fenol bruto se obtiene por deshidrogenación de una fracción ciclohexanona, ciclohexanol de un producto de oxigenación de ciclohexano, y otros objetos que resultarán evidentes de los detalles de los tipos de este invento descritos más adelante.

10. Con objeto de indicar mas claramente todavía la naturaleza de este invento, se describen los ejemplos siguientes de casos típicos, en los que las partes y porcentajes son ponderales, debiendo entenderse que dichos ejemplos se ofrecen como representativos solamente y no se destinan a limitar el alcance de este invento.

15. EJEMPLO 1 - El aparato utilizado en este ejemplo es una columna de vidrio (oldershaw) de 35 platillos en total, con envoltura de vacío, equipada con un separador magnético de reflujo accionado por medio de un interruptor cronométrico, y provista además de un punto de entrada en la misma por encima de la placa nº 7 de la parte superior del recipiente, punto de entrada lateral que se halla provisto de una llave o grifo de cierre, y un tubo de vidrio en U que actúa como cierre u obturador líquido.

20. El recipiente de destilación se carga con fenol crudo obtenido partiendo del ciclohexano; por ejemplo sometiendo este a una oxidación por aire a 150°C. y a una presión superatmosférica en presencia de un catalizador de naftenato de cobalto, para proporcionar una mezcla de reacción en la que se oxide alrededor del 8% del ciclohexano. Esta mezcla de reacción se destila en vacío y una fracción de punto de ebullición
- 25.
- 30.

205696



inmediatamente después (por encima) del ciclohexano y mediante (comprendiendo) el ciclohexanol, se obtiene como carga o material de base para la deshidrogenación. Esta se lleva a cabo utilizando un catalizador de platino sobre carbón, para obtener el fenol crudo usado en la destilación.

5.

El recipiente de destilación se carga con fenol crudo. Los productos de bajo punto de ebullición, el agua y el fenol se separan en forma de destilado utilizando una relación de reflujo de 5 á 1, a la presión atmosférica y una temperatura superior que varía entre 60°C y 184°C. La temperatura del recipiente de destilación es de 180°C al principio, y llega a una temperatura final de 280°C.

10.

El análisis de partes de este destilado acusan pequeñas proporciones de ciclohexanol solamente en las primeras partes de productos de cabeza de la destilación, y no acusan ciclohexanona ni en las primeras ni en las últimas partes del destilado. El destilado o primera fracción, no es fenol puro. El residuo o segunda fracción contiene los materiales de punto de ebullición más elevado, y puede contener algo de fenol. Este residuo puede volverse a tratar para la fase de deshidrogenación, si se desea, o puede separarse una fracción oxigenada de ciclohexano del mismo, y volverse a tratar solamente esta fracción, en la etapa de deshidrogenación.

15.

20.

25.

La primera fracción, se fracciona nuevamente utilizando un equipo como el ya descrito, y con una relación inicial de reflujo de 2 á 1 para la eliminación del agua y de los productos de cola finales, a temperaturas extremas comprendidas entre 60°C y 178°C. Luego la relación de reflujo

30.

238096



se varía a 20:1 y la destilación se continúa hasta una temperatura final del recipiente de 205° (la temperatura de la vasija durante la mayor parte de esta destilación, está comprendida entre 182° y 185°C.) La temperatura superior después de la eliminación de los productos ligeros de cola y del agua, está comprendida entre 178° y 182°C.

5. Después de separar los productos ligeros de cola y el agua, las muestras retiradas del platillo nº 7 de la parte inferior y del receptor del destilado, tienen los puntos de congelación siguientes:

10.

<u>% aproximado de destilado de primera fracción (Inclusive)</u>	<u>Temperatura superior en ° C.</u>	<u>Punto de toma de muestras</u>	<u>Punto de congelación en ° C.</u>
54	178	Platillo nº 7	40.6
54	178	Receptor	40.3
57	179	Platillo nº 7	40.6
61	179	Receptor	40.2

15.

De estos datos resulta evidente que el fenol puro (de 40.6° C de punto de congelación) se obtiene por este proceso de dos etapas.

20.

EJEMPLO 2 Se repite el proceso del ejemplo 1, excepto que el fenol impuro se deriva por deshidrogenación de una mezcla igual de tipos comerciales de ciclohexanol y ciclohexanona.

25.

El análisis del fenol puro es de alrededor de 95,9 % de fenol, y se fracciona utilizando equipo como el anteriormente descrito. La relación de reflujo es de 10 a 1 inicialmente y se cambia a 20-1 cuando la temperatura superior es de 172° C. Su primera fracción contiene 93% del fenol de la carga, junto con colas ligeras y agua.

30.



El agua y las colas ligeras se separan durante el refraccionamiento (de la primera fracción), a temperaturas comprendidas entre 69° y 182°. El receptor de la destilación, se purga y de él se sacan muestras periódicamente. El platillo nº 7 a partir del fondo, proporciona también muestras periódicamente.

5.

La tabla siguiente resume las condiciones de trabajo en la etapa de estas obtenciones de muestras, y los puntos de congelación de las muestras de fenol:

	<u>% de destilación de primera fracción (inclusive)</u>	<u>Temperatura superior en ° C.</u>	<u>Punto de toma de muestras</u>	<u>Punto de congelación en ° C.</u>
	9.1	179	Platillo nº 7	40.7
	14.7	182	Receptor	32.2
	23.9	182	Platillo nº 7	40.75
15.	27.2	183	Receptor	38.5
	32.9	183	Platillo nº 7	40.85
	36.7	183	Receptor	40.1
	42.5	184	Receptor	40.4
	47.4	184	Platillo nº 7	40.85
20.	52.7	184	Receptor	40.7
	78.5	183	Receptor	40.65
			Vasija de residuos	40.80

carga del 15.6% de primera fracción

En esta etapa de refraccionamiento, se recupera el 71,4 % de la primera fracción al estado de fenol puro (punto de congelación 40,6° C por lo menos) y alrededor del 25% del mismo se separa como fracción de punto de ebullición inferior. El fenol puro puede recuperarse como destilado retirado del platillo nº 7, o evacuado de la vasija. La recuperación total de fenol de punto de congela-

25.

30.

268096



ción de 40.6° C como mínimo, del fenol bruto, es de 69,2% aproximadamente para este ejemplo.

5. Resulta desde luego sorprendente que pueda recuperarse fenol de pureza elevada de modo tan conveniente si se eliminan del mismo los materiales de punto de ebullición superior, con anterioridad. En presencia de estos materiales de punto de ebullición más elevado, solamente puede obtenerse fenol impuro (punto de congelación inferior a 40.6°C).

10. Las destilaciones antes indicadas, se realizan a presión atmosférica y ello es preferido. Sin embargo, si se desea, pueden utilizarse presiones más elevadas o inferiores por ajustes de temperaturas.

15. Si se desea, la primera fracción puede retirarse en distintas destilaciones, tal como una sub-fracción que contenga material de punto de ebullición inferior, y otra sub-fracción que contenga fenol. El fenol puro, se obtiene de esta última.

20. El fenol bruto, generalmente, contiene preponderantemente fenol junto con una proporción inferior de la impureza de ciclohexano oxigenado, tal como ciclohexanona o ciclohexanol, o mezclas de estos. Desde luego, si tienden a formar una composición azeotrópica con el fenol las impurezas presentes (de una composición del tipo de punto de ebullición más elevado que el fenol) la cantidad de estas impurezas debe de ser menos que la proporción precisa para combinar todo el fenol en dicha composición. En el caso de que la impureza sea la ciclohexanona, la cantidad de la misma ha de ser inferior a un 25% aproximadamente de la muestra. Es conveniente que si se hallan presentes

25.

30.



estas impurezas, la cantidad de las mismas no sea superior a un 10 % aproximadamente de la mezcla de fenol crudo y, con preferencia no sea superior al 2 % de la misma.

5. La destilación puede realizarse en cualquier equipo o aparato conveniente de fraccionamiento, tal como por ejemplo un dispositivo de barboteo o una columna de bandejas, una torre rellena o similares, y de modo intermitente, semicontinuo o continuo.

10. Por procedimientos correspondientes pueden purificarse fenoles sustituidos correspondientes, tales como cresoles y resorcínoles que contengan impurezas correspondientes.

15. El procedimiento a que este invento se refiere, resulta especialmente adecuado para obtener fenol de pureza elevada partiendo de un producto obtenido por medio del procedimiento descrito en la solicitud de patente de Saffer y Lidov, sobre "Procedimiento Químico" presentada en la Oficina de Patentes norteamericana en o alrededor del 20. 26 de abril de 1960.

25. En vista de los detalles anteriores, a los peritos en la materia les resultarán evidentes variaciones y modificaciones susceptibles de introducirse en este invento, y se trata de que todas ellas se consideren comprendidas en el mismo, excepto cuando no estén abarcadas por el alcance de las reivindicaciones adjuntas.

N O T A

30. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También



se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con fecha 10 de junio de 1960, nº 35.127, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento de obtención de fenol puro partiendo de fenol crudo que contenga, como impureza, por lo menos un derivado oxigenado de ciclohexano"; caracterizándose por lo siguiente :

1.- Procedimiento de obtención de fenol puro partiendo de fenol bruto que contenga, como impureza, por lo menos un derivado oxigenado de ciclohexano, caracterizado por comprender el fraccionar el fenol crudo por lo menos en dos fracciones: (a) que contiene practicamente todo el fenol y (b) que contiene los componentes de punto de ebullición más elevado del mismo, y el fraccionar (a) y recuperar fenol puro como fracción de punto de ebullición más elevado de la misma.

2.- Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado por permitir la preparación de fenol de un punto de congelación de 40,6° C por lo menos, y porque el fenol bruto no contiene más del 10 % en peso del derivado oxigenado de ciclohexano, impureza.

3.- Procedimiento, según reivindicación 2ª, caracterizado porque el fenol bruto no contiene más del 2% de la impureza del ciclohexano oxigenado.

4.- Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado porque el fenol bruto se obtiene por deshidrogenación de una fracción de ciclohexanona-ciclohexanol de un

268096



producto de reacción de oxigenación de ciclohexano.

5.- Procedimiento, según reivindicación 4ª, caracterizado porque la fracción es tal que hierve por encima del ciclohexano y "a través" del ciclohexanol.

5.

6.- Procedimiento, según reivindicación 5ª, caracterizado porque el fenol puro se recupera en forma de corriente secundaria.

10.

7.- Procedimiento, según reivindicación 5ª, caracterizado porque el fenol se recupera como residuo del recipiente.

8.- Procedimiento, según reivindicación 5ª, caracterizado porque el fenol puro se recupera como destilado.

15.

9.- Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado porque el fenol bruto se obtiene por deshidrogenación de una mezcla 50:50 de ciclohexanona y ciclohexanol.

20.

10.- Procedimiento de obtención de fenol puro partiendo de fenol crudo que contenga, como impureza, por lo menos un derivado oxigenado de ciclohexano; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

-9 JUN. 1961

Madrid,

SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, Inc.

J. GOMEZ ACEBO Y MODESTO