

332 203

P-33.254

B.A. 43945/65



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E     D E     I N V E N C I O N

en

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:  
"PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR FENOLES DE MEZCLAS ACUOSAS QUE  
LOS CONTIENEN"

---

La presente invención se refiere a la separación de fenoles de mezclas acuosas que los contienen, y en particular a tal separación mediante extracción con disolvente.

5 En la operación de cualquiera de los procedimientos conocidos para producir fenoles a escala comercial, es necesario recuperar el fenol producto, de una solución en efluentes acuosos, para asegurar que el efluente acuoso es adecuado para su descarga a los canales normales para eliminar efluentes. Así, es conocido el tratamiento de mezclas  
10 acuosas que contienen fenoles disueltos, con disolventes de



extracción de fenoles, por ejemplo benceno, acetofenona, fracciones de petróleo o alquitrán, éter isopropílico, acetato de butilo, fosfato de tricresilo, y recuperar el fenol extraído de la fase disolvente, por ejemplo

5 por destilación o tratamiento con álcali acuoso.

Se ha hallado ahora que el óxido de mesitilo se puede emplear ventajosamente como disolvente de extracción de fenoles.

Por tanto, la presente invención es un procedimiento para separar fenoles de mezclas acuosas que los contienen, el cual comprende extraer los fenoles con un disolvente de extracción que disuelve a los fenoles, que comprende óxido de mesitilo.

10

Además de óxido de mesitilo, el disolvente de extracción puede contener hidrocarburos arílicos tales como benceno, tolueno, xileno o cumeno. En la aplicación del procedimiento de la presente invención a la separación de fenol producido por escisión ácida de hidroperóxido de cumeno, a partir de mezclas acuosas, se prefiere emplear mezclas de óxido de mesitilo y cumeno como disolvente de extracción, ya que se dispone fácilmente de tales mezclas como productos secundarios de las operaciones de purificación del procedimiento en el que se produce fenol. Sin embargo, se apreciará que el procedimiento de la invención es aplicable al tratamiento de cualquier mezcla fenólica acuosa, independientemente de su origen. La cantidad de óxido de mesitilo presente en mezcla con el hidrocarburo arílico puede estar comprendida entre 1 y 5% en volúmen, pero preferiblemente es mayor del 5% en volúmen, basado en la mezcla total de

15

20

25

30



óxido de mesitilo e hidrocarburo.

La extracción de los fenoles de las mezclas acuosas se puede efectuar de cualquier forma conveniente, tal como en un sistema en contracorriente en una columna , o en sistemas de varias etapas de mezcla y sedimentación. En la extracción de fenoles de tales mezclas se prefiere, si es necesario, ajustar el pH de estas soluciones antes de efectuar la extracción, para que sea neutro o débilmente ácido. Además, se prefiere reducir la solubilidad del óxido de mesitilo en la solución acuosa, por adición o esta última de sales metálicas, tales como cloruro sódico, sulfato sódico o carbonato sódico. Algunas de estas sales pueden estar ya presentes en las soluciones acuosas o tratar, como residuos producidos durante el procedimiento de formación de fenol.

El aislamiento del fenol del disolvente rico en fenol se puede efectuar de cualquier manera conveniente, por ejemplo por destilación o tratamiento con álcalí acuoso, para producir soluciones acuosas de fenolato de las que se puede recuperar el fenol por acidificación, o que se pueden recircular al procedimiento.

El uso de disolventes de extracción que disuelven al fenol, que comprenden óxido de mesitilo, según la presente invención, tiene la ventaja, sobre los disolventes empleados hasta ahora, de que el coeficiente de reparto de los fenoles entre el disolvente y el agua es mayor, bajo condiciones comparables, en el caso de los disolventes de óxido de mesitilo, y por



tanto es posible obtener una extracción de fenoles más eficaz y económica. Además, el uso de disolventes según la invención permite tratar mayor caudal de solución por unidad de tiempo, en el aparato de extracción. Estas ventajas son claramente ilustradas por referencia a los siguientes ejemplos.

#### Ejemplo 1

Unas porciones de una mezcla acuosa que contiene 1% de fenol, en peso/volumen, se agitaron con diferentes disolventes durante 5 min., a temperatura ambiente. La relación en volumen entre disolvente y mezcla acuosa fué igual a 2:1. Después de agitar, la mezcla de disolvente y fase acuosa se dejó sedimentar, y se determinó el contenido de fenol que quedaba en la fase acuosa. Luego se repitió la extracción. Los resultados se indican en la tabla siguiente, comparándose los obtenidos con disolventes de la invención frente a los resultados obtenidos usando un disolvente de acetofenona/cumeno, demostrando así las ventajas del disolvente de la invención.



Tabla 1

|    | Mezcla   | Fenol en la fase acuosa, ppm en peso/volumen |               |               | Coeficiente de reparto en la primera extracción |
|----|--|--|---------------|---------------|---|
|    |  | 1ª extracción                                | 2ª extracción | 3ª extracción |   |
| 5  | óxido de mestilo:cumeno  |  |               |               |   |
|    | 20:80  | 300)   | 16            | 5             | 16  |
|    |  | 320)   | 19            | 5             | 15  |
|    |  | 290)   | 13            | 5             | 17  |
| 10 | 10:90  | 570)   | 39            | 5             | 9   |
|    |  | 540)   | 50            | 5             |   |
|    | 5:95   | 1140   | 125           | 14            | 4   |
| 15 | Mezcla óxido de mestilo:cumeno de un procedimiento de fenol de cumeno*                       | 520)   | 30            | 5             | 9   |
|    |  | 540)   | 27            | 5             |   |
| 20 | Acetofenona:cumeno 10:90   | 830  | 82,5          | 16            | 5   |
|    | *Composición: óxido de mestilo, 10%; cumeno, 82,7%; etilbenzeno, 7,0%; y metilestireno, 0,3% |  |               |               |   |

25

Ejemplo 2

30

Se repitió el Ejemplo 1 usando un efluente fenólico acuoso diferente, y se efectuó un ensayo comparativo usando un disolvente que no era según la invención. Los resultados se indican en la tabla siguiente:

15 OCT. 1965



Tabla 2

| 5  | <u>Mezcla</u>   | <u>Fenol en la fase acuosa, ppm en peso/volumen</u> |                  |                  |                  | Coeficien<br>te de re<br>parto en<br>la prime<br>ra extrac<br>ción |
|----|---|---|------------------|------------------|------------------|--|
|    |   | Inicial   | 1ª<br>extracción | 2ª<br>extracción | 3ª<br>extracción |  |
| 10 | Oxido de<br>mesitilo*   | 9.700   | 65               | --               | --               | 148  |
|    | Acetofenona   | 9.700   | 194              | --               | --               | 49   |
| 15 | Oxido de<br>mesitilo:<br>cumeno   | 50:50<br>8.200                                      | 58               | 13               | 5                | 70   |
|    | Acetofeno<br>na:cumeno  | (8.200<br>50:50                                     | 140<br>144       | 50<br>25         | 5<br>8           | 29<br>34   |
| 20 | Oxido de me<br>sitilo:cu<br>meno  | 30:70<br>10.000                                     | 144              | 30               | 5                | 34   |
| 25 | *Extracción efectuada con una relación en volumen entre di-<br>solvente y mezcla acuosa igual a 1:1 |   |                  |                  |                  |  |

Los resultados anteriores demuestran claramente las ventajas que se pueden obtener trabajando según la invención.

15/06/1986

Se realizó otro ensayo de comparación usando cumeno sólo como disolvente, en relación 1:1 en volúmen con mezclas acuosas que contenían diferentes concentraciones de fenol. Los resultados se indican en la siguiente tabla.

5

Tabla 3

|    | Fenol en mezcla acuosa, ppm en peso/volúmen | Fenol en fase disolvente, ppm en peso/volúmen | Fenol en fase acuosa, ppm en peso/volúmen | Coefficiente de reparto |
|----|---|---|---|-------------------------|
| 10 |   |   |   |                         |
| 15 | 0,3   | 18000   | 12000                                     | 1,5                     |
|    | 0,5   | 32000   | 19000                                     | 1,68                    |
|    | 1,2   | 76000   | 43000                                     | 1,77                    |
|    | 2,0   | 123000  | 79000                                     | 1,56                    |
| 20 | 5,3   | 341000  | 191000                                    | 1,79                    |

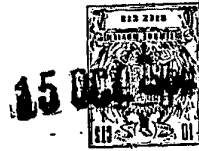
La comparación de los anteriores resultados de la Tabla 3 con los de la Tabla 1 indica, por ejemplo, que la presencia de sólo 5 a 10 partes de óxido de mesitilo en mezcla con cumeno hace aumentar mucho el reparto a favor de la fase disolvente.

25

Ejemplo 3

30

Un efluente acuoso que contenía 1% en pe-



so/peso de fenol, se sometió a extracción con (a) 60/40 en volúmen/volúmen de mezcla de óxido de mesitilo/cumeno; y (b) 60/40 en volúmen/volúmen de mezcla de acetofenona/cumeno, en una columna de disco rotatorio, de 61 cm de altura, a temperatura ambiente (19 a 21°C). Se obtuvieron los siguientes resultados.

Tabla 4

| Exp. nº   | Fenol, % en peso/peso |                          |          | Relación disolvente/alimentación acuosa en volúmen | Flujo global cm/seg. | Velocidad global de inundación cm/seg | Coeficiente de transferencia de materia |
|---|-----------------------|--------------------------|----------|--|----------------------|---------------------------------------|---|
|   | Alimentación acuosa   | Extracción en disolvente | Refinado |  |                      |                                       |   |
| 60/40<br>vol/vol<br>óxido de<br>mesitilo/cumeno | 0,97                  | 0,54                     | 0,0001   | 1,89   | 0,161                | 0,32                                  | 30,8                                    |
| 60/40<br>aceto-<br>feno-<br>na/cu-<br>meno      | 1,00                  | 0,31                     | 0,0007   | 2,9  | 0,052                | 0,066                                 | 5,8                                     |

Los resultados anteriores demuestran claramente



15 DE

te las ventajas de usar disolventes que comprenden óxido de mesitilo, según la invención, ya que:

5 1) El óxido de mesitilo/cumeno, en relación volumétrica igual a 1,89, reduce la cantidad de fenol en el refinado a 1 ppm, mientras que con acetofenona/cumeno, en mayor relación volumétrica (2,9) el fenol en el efluente asciende a 7 ppm.

10 2) Con mezclas de óxido de mesitilo/cumeno, el sistema de extracción empleado tratará mayor cantidad de material antes de la inundación, es decir, tiene una capacidad aumentada.

15 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña el día 16 de Octubre de 1.965, bajo el nº 43.945/65, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

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

25 1.- Procedimiento para separar fenoles de mezclas acuosas que los contienen , que comprende extraer los fenoles con un disolvente de extracción que disuelve al fenol, y que comprende óxido de mesitilo.

2.- Procedimiento según el punto 1, donde el disolvente de extracción comprende un hidrocarburo arílico, además de óxido de mesitilo.

30 3.- Procedimiento según el punto 2, donde



el hidrocarburo arílico es benceno, tolueno, xileno o cumeno.

5 4.- Procedimiento según el punto 3, donde el hidrocarburo arílico es cumeno, y el disolvente de extracción se obtiene de las operaciones de purificación de un procedimiento para producir fenol por escisión ácida de hidroperóxido de cumeno.

10 5.- Procedimiento según cualquiera de los puntos 2 a 4 , donde la cantidad de óxido de mesitilo presente en el disolvente de extracción está comprendida entre 1 y 5% en volúmen, basado en la mezcla total de óxido de mesitilo e hidrocarburo arílico.

15 6.- Procedimiento según cualquiera de los puntos 2 a 4, donde la cantidad de óxido de mesitilo presente en el disolvente de extracción es mayor del 5% en volúmen, basado en la mezcla total de óxido de mesitilo e hidrocarburo arílico.

20 7.- Procedimiento según cualquiera de los puntos precedentes , donde la mezcla acuosa que contiene fenol se hace neutra o ligeramente ácida, antes de someterla a extracción.

25 8.- Procedimiento según cualquiera de los puntos precedentes, donde la solubilidad del disolvente de extracción en la mezcla acuosa es reducida por adición de sales metálicas a la mezcla acuosa, antes de la extracción.

30 9.- Procedimiento según el punto 8, donde las sales metálicas son cloruro sódico, sulfato sódico o carbonato sódico.

10.- Procedimiento según cualquiera de los puntos precedentes, donde la extracción de los fenoles de



las mezclas acuosas se efectúa en un sistema en contracorriente, o en un sistema de etapas múltiples de mezclado y sedimentación.

5 11.- Procedimiento según cualquiera de los puntos precedentes, donde el fenol es aislado del disolvente rico en fenol, por destilación.

10 12.- Procedimiento según cualquiera de los puntos 1 a 10, donde el fenol se aísla del disolvente rico en fenol por tratamiento con álcali acuoso, para producir soluciones acuosas de fenolato, seguido por recuperación del fenol por acidificación de tales soluciones.

13.- Procedimiento para separar fenoles de mezclas acuosas que los contienen.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 OCT 1966

P.A.

Alberto de Eizaburu

Por Poder

fb.