

377763



EMPLAZAMIENTO DE LA INVENCIÓN CLAS. C 07 MODELO C
--

377763

PATENTE
DE

377763

INTRODUCCION

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE FENOL Y ACETONA",
 a favor de la firma italiana SOCIETA ITALIANA RESINE, S.p.A.,
 residente en MILAN (Italia), Via Grazioli, 33.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a la producción de fenol y acetona mediante oxidación de cumeno al hidroperóxido de cumeno, descomposición del hidroperóxido en fenol y acetona en presencia de cumeno no oxidado y separación de la mezcla de reacción de una fracción acetónica, una fracción fenólica y una fracción que contiene cumeno no oxidado.

5.

La fracción ultimamente mencionada contiene, como es sabido, proporciones más o menos relevantes de alfa metil estireno (AMS), que ascienden en general del 1% al 20% en peso, o incluso más. Tal fracción no puede ser por tanto reciclada.

10.



377763

da (como cumeno de recuperación) al depósito de alimentación del oxidador, por lo que es costumbre someter la propia fracción a un proceso de hidrogenación apto para convertir en cumeno el alfa metil estireno en ella contenido. Los procedimientos de hidrogenación hasta ahora aplicados industrialmente en esta técnica no son ni seguros ni fáciles (ipsa facto), dado el serio peligro de hidrogenar el núcleo del alfa metil estireno en el cumeno, antes que el doble enlace que aparece en la cadena lateral del alfa metil estireno.

5.

10.

Presente invención prevé un procedimiento perfeccionado, caracterizado esencialmente por el hecho de que la fracción que contiene cumeno no oxidado y el alfa metil estireno se hidrogena, mediante hidrógeno molecular, en un lecho catalítico constituido esencialmente por paladio adsorbido sobre carbón activo en gránulos, para obtener cumeno de recuperación

15.

substancialmente privado de alfa metil estireno, apto para ser reciclado al estadio de oxidación (o bien al depósito de alimentación de tal estadio).

20.

El porcentaje de paladio, referido al carbón activo de soporte, es de por lo menos del 1% (preferentemente 2%) en peso. Como límite máximo, no conviene superar el 5% en peso, ya sea por razones de economía, ya sea por el hecho de que porcentajes mayores reducen la resistencia mecánica del catalizador. La temperatura en el hidrogenador puede ser la del ambiente (20°C), pero asimismo aumentarse hasta 200°C aproximadamente;

25.

el campo preferido es de 60°C a 150°C. No son necesarias presiones elevadas; en efecto, es posible operar a presión atmosférica, mientras que por otra parte no se realiza ninguna ventaja sensible operando a presiones superiores a 10 atmósferas aproximadamente.

30.

En estas condiciones, la selectividad del procedimiento de hidrogenación es prácticamente total; además, el

377763



5. catalizador como ha sido definido antes presente asimismo la ventaja de ser insensible a las impurezas contenidas en la mezcla a hidrogenar, como agua, acetona, fenol, substancias oxidantes, etc. Un catalizador adecuado, asequible en el mercado, se denomina "VA" y es producido por la Engelhard Ind.

10. Los mejores resultados se obtienen con un lecho catalítico fijo, o, preferentemente, con más lechos fijos atravesados en sucesión por la mezcla a hidrogenar y que tienen ventajosamente profundidades crecientes en la dirección del flujo.

15. Para tener bajo control la temperatura de la mezcla es suficiente inyectar en esta última, hacia abajo del lecho catalizador (o de cada uno de los lechos), cumeno frío extraído del depósito de alimentación del oxidador; sin embargo, puede asimismo emplearse, para el mismo objeto, una parte del cumeno de recuperación (o sea del producto de hidrogenación) reciclando tal parte al hidrogenador a través de un intercambiador de calor oportunamente regulado. El mismo intercambiador puede servir igualmente para preenfriar el cumeno extraído del depósito.

20. Además, ha resultado conveniente efectuar la hidrogenación en presencia de un fuerte exceso de hidrógeno; es preferible un exceso que ascienda a 10-20 veces aproximadamente la cantidad estequiométrica requerida del alfa-metil estireno presente.

25. En los dibujos anexos:

La figura 1 ilustra un esquema general del procedimiento según la invención; y

30. La figura 2 ilustra el estadio de hidrogenación comprendido en la figura 1.

El cumeno es extraído de un depósito 10 a través de una conducción 11 e introducido en un oxidador 12, donde

377763



se oxida en parte a hidroperóxido de cumeno (XHP) mediante oxígeno molecular (aire) insuflado a través de la conducción 13. Se obtiene así una mezcla de cumeno y de CHP que, después de una concentración eventual en un dispositivo 14, se introduce en un reactor de descomposición 15, en el cual el CHP presente se descompone en fenol y acetona por obra de un catalizador, como por ejemplo ácido sulfúrico concentrado alimentado en proporciones catalíticas por la línea 16.

10. La mezcla de descomposición (constituida esencialmente por acetona, fenol, cumeno, alfa-metilestireno, agua y ácido sulfúrico) se neutraliza en un dispositivo 17, por ejemplo mediante intercambio iónico sobre resinas adecuadas. La mezcla neutralizada pasa a un dispositivo indicado en su conjunto con 18 y en el cual se efectúa una serie de procesos de separación (destilaciones fraccionadas, decantaciones, etc.) con medios de por sí conocidos, a continuación de lo cual se obtiene una fracción acetónica (Ac), pura o bruta, una fracción fenólica (Ph), pura o bruta, y una fracción (indicada en el dibujo con Cy + AMS) que contiene el cumeno que se desea reciclar al depósito 10.

20. Esta última fracción se hidrogena con hidrógeno molecular en un dispositivo indicado en su conjunto con 19, enlazado al depósito 10 a través de una conducción de reciclado 20.

25. En la figura 2, se indica con 21 una columna de hidrogenación que comprende cuatro lechos catalíticos fijos C1, C2, C3, C4, de profundidad creciente desde arriba hacia abajo. La mezcla Cy + AMS a hidrogenar es bombeada a la cima de la columna a través de una línea 22 que incluye intercambiadores térmicos 23, 24 y una válvula de regulación 25. En la conducción 22, hacia arriba del intercambiador 23, se inserta la conducción 26 de alimentación de hidrógeno. De tal modo,

377763



5. el hidrógeno y la mezcla Cy + AMS recorren la columna 21 en igual corriente de arriba hacia abajo, viniendo primero precalentados en el intercambiador 23 por el producto de hidrogenación que afluye desde el fondo de la columna a través de la conducción 27, y después calentados a temperatura de reacción mediante vapor de agua que circula a través del intercambiador 24.

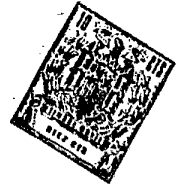
10. Cada uno de los cuatro lechos catalíticos C1, C2, C3, C4 está constituido por paladio depositado sobre gránulos de carbón activo. Bajo los primeros tres lechos catalíticos se disponen rociadores S, alimentados con cumeno frío por una conducción común 28 a través de válvulas de regulación 29.

15. El efluente de la columna pasa a un separador 30, en el que el hidrógeno gastado se separa del cumeno de recuperación sustancialmente privado de alfa metil estireno. El hidrógeno separado es reciclado a la conducción 26 a través de un primer intercambiador termico 31 (enfriado con agua y en el que se condensan los vapores orgánicos arrastrados por el hidrógeno) y a través de un segundo intercambiador térmico 32 (calentado con vapor de agua y que tiene el objeto de mantener en fase gaseosa los residuos no condensados de dichos vapores orgánicos). Adecuadas bombas y dispositivos de regulación permiten regular ya sea la circulación del hidrógeno, ya sea su reintegración.

20. El cumeno de recuperación se descarga del separador 30 a través de una conducción 33. Una parte de éste puede ser extraído a través de una conducción 34 y un intercambiador térmico de enfriamiento 35 para ser alimentado a la conducción 28, y por consiguiente, a los rociadores S. Otra parte del cumeno de recuperación se recicla al depósito 10 (Fig. 1) a través de la conducción 20; otra parte todavía puede ser

30.

377763



extraída, para usos particulares, a través de una conducción 36. Si se desea, la conducción 34 puede ser omitida o substituida por una conducción 37, derivada del depósito 10 y que desemboca en el intercambiador de enfriamiento 35. Sin embargo, tiene que observarse que la conducción 34 presenta una ventaja específica, consistente en la posibilidad de reciclar a la columna 21 el efluente de este último en el caso de una hidrogenación incompleta; en tal caso, el intercambiador 35 en la conducción 28 será hecho funcionar como calentador del efluente de reciclaje para llevar este último a la temperatura de reacción. Si se desea, no obstante, el reciclado anterior, puede efectuarse por la conducción 36 a la bomba de alimentación 22A de la conducción 22, o bien en ambas formas. En cada caso, es ventajoso insertar en la conducción 40 (Figura 1), que enlaza los dispositivos 18 y 19, un depósito "de espera" (no ilustrado) para la mezcla a hidrogenar, cuyo depósito podrá reciclar todo o parte del efluente no completamente hidrogenado.

En un dispositivo según la figura 1, que emplea un volumen total de 500 litros aproximadamente de catalizador VA en una columna 21 de seis metros de altura, y de 40 cm de diámetro interno, es posible obtener 1000 litros/hora aproximadamente de cumeno de recuperación prácticamente puro de una fracción Cy + AMS al 5% de alfa metil estireno, operando a 130°C aproximadamente y a 3 atmósferas aproximadamente, con una circulación de hidrógeno de 180 Mmc/hora aproximadamente.

= . =

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran como no divulgado ni practicado en España las siguientes reivindicaciones.

30.

377763



5. 1..- Procedimiento para la producción de fenol y acetona mediante oxidación de cumeno al cumeno hidroperóxido, descomposición del hidroperóxido de fenol o acetona en presencia de cumeno no oxidado, y preparación de la mezcla reaccional de una fracción fenólica, una fracción acetónica y una fracción que contiene cumeno no oxidado y alfa-metilestireno, caracterizado por el hecho de que por lo menos una parte de dicha fracción que contiene cumeno no oxidado y alfa-metilestireno se hidrogena, mediante hidrógeno molecular, en un lecho catalítico constituido esencialmente por paladio absorbido sobre carbón activo en gránulos para obtener cumeno de recuperación, privado substancialmente de alfa-metilestireno, siendo reciclado por lo menos una parte del citado cumeno al estadio de oxidación.

15. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la hidrogenación se efectúa a una temperatura de 20° a 200° C, preferentemente de 70° a 150° C, a presión atmosférica o sobreatmosférica.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, en el que la presión no supera las 10 atmósferas.

20. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, 2 o 3, en el porcentaje de paladio respecto al carbón activo es del 1% al 5% en peso, preferentemente de 2 a 5%.

5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que se emplea un lecho catalítico fi-

25. jo.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, en el que se emplean más lechos catalíticos atravesados en sucesión por la mezcla a hidrogenar, siendo la profundidad de dichos lechos creciente en el sentido del flujo de la mezcla.

30. 7.- Procedimiento según la reivindicación 5 o 6, en el que en la mezcla que sale de a lo menos uno de los lechos catalíticos se introduce cumeno frío con el objeto de controlar

377763

377763



la temperatura de la propia mezcla.

8.- Procedimiento según la reivindicación 7, en el que el cumeno frío se retira del depósito de alimentación del estadio de oxidación.

5. 9.- Procedimiento según la reivindicación 7, en el que el cumeno frío está constituido por una parte del cumeno de recuperación reciclado al estadio de hidrogenación a través de un intercambiador de calor.

10. 10.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el hidrógeno molecular y la mezcla a hidrogenar se conducen en igual corriente.

11.- Procedimiento según la reivindicación 10, en el que la hidrogenación se efectúa con exceso de hidrógeno.

15. 12.- Procedimiento según la reivindicación 11, en el que el exceso de hidrógeno supera por lo menos 10 veces la cantidad estequiométrica necesaria para la hidrogenación del alfa-metilestireno contenido en la mezcla a hidrogenar.

20. 13.- Procedimiento según la reivindicación 11 o 12, en el que el hidrógeno molecular circula en ciclo cerrado, enlazado a una fuente de hidrógeno de integración.

14.- Procedimiento para la producción de fenol y acetona.

25. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 8 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras y acompañadas de los dibujos reglamentarios.

Madrid, a 21 MAR. 1970

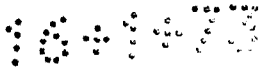
p.a. JAIME ISERN

[Handwritten signature]

Firmado: JOSE F. NIETO

mpc.

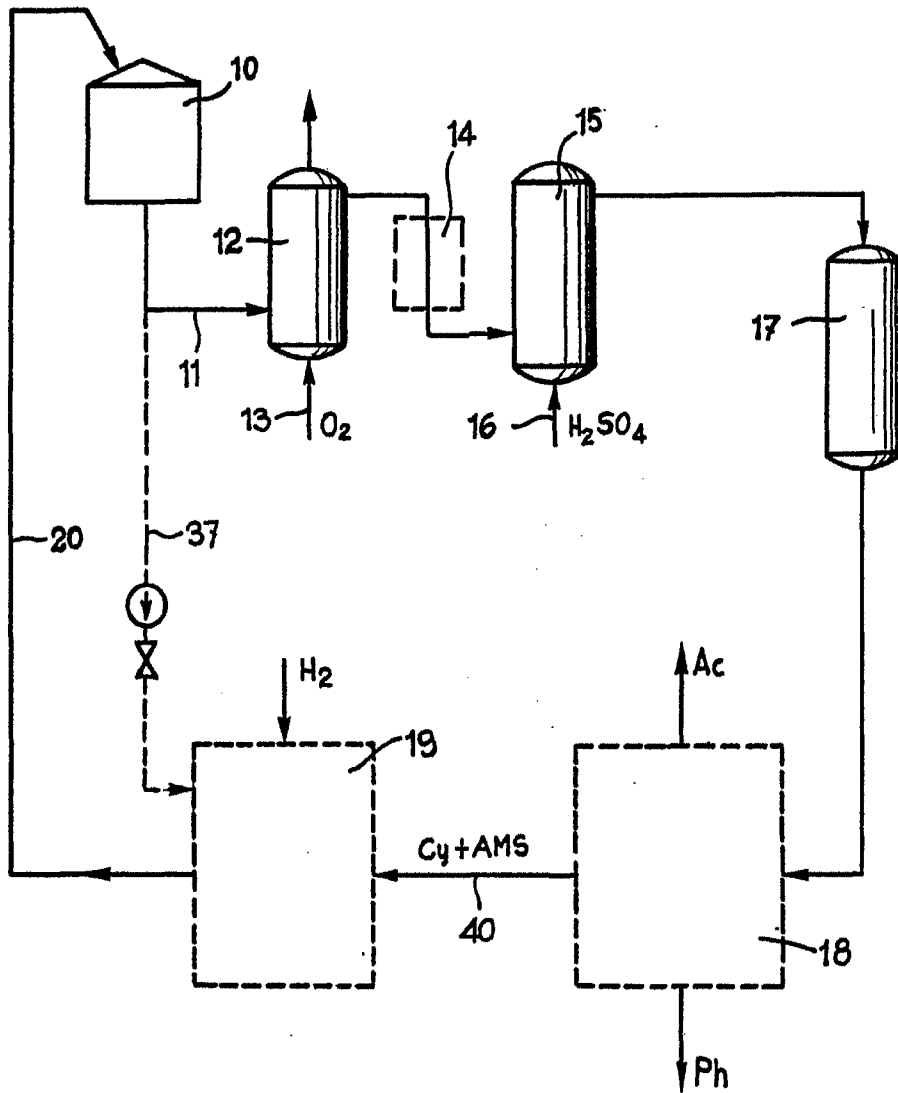
Cos 18



377763



Fig. 1

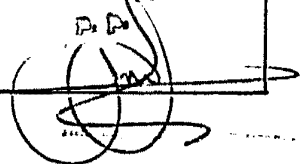


Madrid, a 21 MAR. 1970

p. a.

P. D.

CIAMME 1970

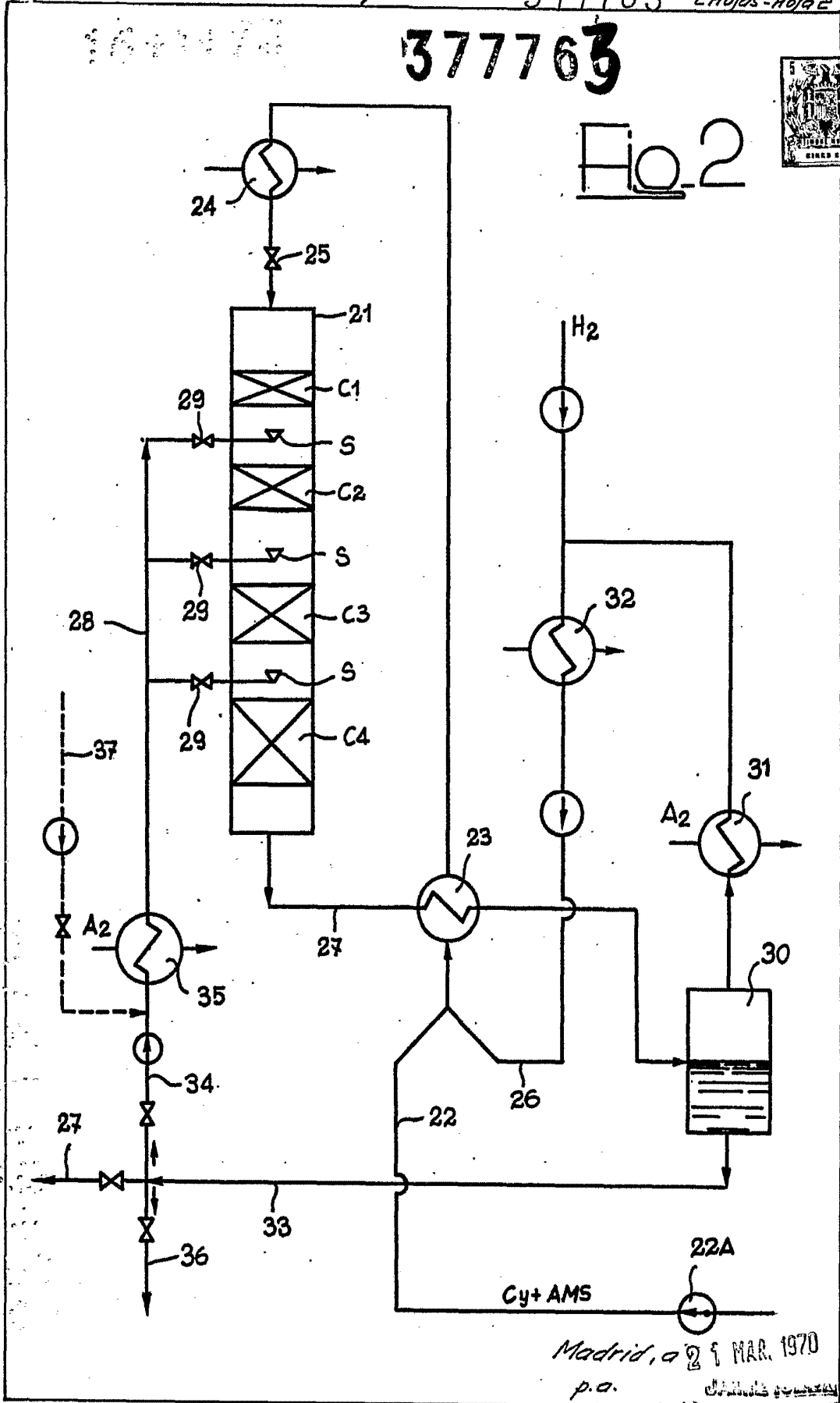


Cors 18

377763



Fig. 2



Madrid, a 29 MAR. 1970
p.o.

[Handwritten signature]