

RE DE INDUSTRIA
PROPIEDAD INDUSTRIAL



ES	(11) NUMERO	A I
	(21) 435.995	
	(22) FECHA DE PRESENTACION	
	25-3-75	

P.- 60.053
Case CHE 3446

PATENTE DE INVENCIÓN

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
-	-	-

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	COFC	

(64) TITULO DE LA INVENCIÓN

"UN PROCEDIMIENTO PARA ELIMINAR Y NEUTRALIZAR CATALIZADOR DE ACIDO MINERAL Y SUBPRODUCTOS DE ACIDO ORGANICO DE UNA REACCION DE REACCION"

CONCEDIDA

(71) SOLICITANTE (S)

BP CHEMICALS INTERNATIONAL LIMITED

29 NOV. 1976

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Britannic House, Moor Lane, Londres EC2Y 9BU, Inglaterra.

(72) INVENTOR (ES)

Maurice Dudley Cooke

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ

La presente invención se refiere en general, a un procedimiento para la producción de fenol mediante la oxidación de cumeno y la disociación o desdoblamiento catalizado por ácidos minerales, del hidroperóxido de cumeno. En particular, se refiere a la separación y neutralización del catalizador de ácido mineral y de los ácidos orgánicos obtenidos como subproducto, de los productos de desdoblamiento.

La producción de fenol mediante oxidación de cumeno seguida del desdoblamiento del hidroperóxido de cumeno catalizado por ácidos minerales, es bien conocida. El producto de desdoblamiento contiene fenol y acetona como principales productos, junto con cantidades variables de productos secundarios en forma de alquitranes y sustancias orgánicas tales como ácidos orgánicos. Antes de recuperar los productos es necesario separar y neutralizar el catalizador de ácido mineral y, de preferencia, los ácidos orgánicos existentes en los productos de desdoblamiento, ya que la presencia de los ácidos en la destilación subsiguiente interfiere con la recuperación eficaz de los productos y subproductos de la reacción, además de ocasionar corrosión de la instalación de destilación. Hasta la fecha ésto ha sido con

seguido, por ejemplo, tratando los productos de desdoblamiento con una solución acuosa de una sal inorgánica para extraer los ácidos y favorecer la separación de fases, y una solución acuosa de un hidróxido o fenato de metal alcalino, para neutralizar los ácidos. La separación incompleta de las sales en esta etapa o la formación de un exceso de fenato de metal alcalino, da como resultado su pase en la fase orgánica, bien en solución o en suspensión, a las etapas de separación y purificación, donde su presencia conduce a la formación de suciedad en los hervidores de la columna de destilación y a la pérdida de rendimiento del producto. Una sal particularmente perjudicial a este respecto, es el fenato de sodio que puede ser introducido con objeto de neutralizar tanto el catalizador de ácido mineral como los subproductos de ácidos orgánicos, liberando con ello fenol, o que puede ser formado mediante la reacción de un exceso de sosa cáustica, añadida como agente de neutralización, y fenol, en condiciones alcalinas. Las sales se concentran en los residuos alquitranosos separados de diversos puntos del proceso y aparecen eventualmente como cenizas cuando se queman los alquitranes. Los altos contenidos de cenizas inorgánicas hacen que el alquitrán residual sea in

decuado para usarle como combustible para las calde
ras convencionales. En épocas anteriores ha existido
la tendencia de intentar mantener el pH ligeramente
por debajo de 7,0 durante la etapa de eliminación y
5 neutralización del catalizador con objeto de evitar
que el fenato de metal alcalino sea transportado has
ta la etapa de lavado subsiguiente. No obstante, se
experimentan en la práctica dificultades durante la
operación comercial, para mantener el pH ligeramen
10 te por debajo de 7,0, lo que da como resultado las
desventajas antes citadas. Además, incluso si el pH
se mantiene con éxito por debajo de 7,0, frecuente
mente se encuentra, bajo condiciones ácidas, que tie
nen lugar pérdidas de compuestos químicos, por ejem
15 plo pérdida de metilestireno.

La presente invención supera sustancialmen
te las desventajas de la técnica anterior anterior
mente citadas, proporcionando un procedimiento en el
que el catalizador de ácido mineral y por lo menos
20 parte de los ácidos orgánicos obtenidos como subpro
ductos, se eliminan y neutralizan de tal modo que los
productos de desdoblamiento no están contaminados
con cantidades indeseables de sales inorgánicas u or
gánicas.

25 Por consiguiente la presente invención es

un procedimiento para la eliminación y neutralización del catalizador de ácido mineral y de los ácidos orgánicos obtenidos como subproductos de los productos de desdoblamiento del hidroperóxido de cumeno, cuyo procedimiento comprende poner en contacto los productos del desdoblamiento del hidroperóxido de cumeno catalizado por ácidos minerales, en una primera zona, con una solución acuosa que comprende una sal inorgánica y un exceso de un hidróxido de metal alcalino o un fenato de metal alcalino, sobre la cantidad estequiométrica necesaria para la neutralización del catalizador de ácido mineral y de los ácidos orgánicos obtenidos como subproductos, con lo que los ácidos se extraen de la fase orgánica en la fase acuosa y se neutralizan en ella, separar la fase acuosa que contiene los ácidos neutralizados, poner en contacto posteriormente la fase orgánica en una segunda zona, con una solución acuosa que comprende una sal inorgánica y un ácido en cantidad suficiente para descomponer el fenato de metal alcalino transportado desde la primera zona, y después de esto separar de allí la fase acuosa.

La sal inorgánica usada en la primera y segunda zonas puede ser cualquier sal soluble en agua. Las sales adecuadas incluyen sulfatos de metales al

calinos, tales como los sulfatos de sodio y de potasio; sulfato de amonio; los cloruros de metales alcalinos, tales como cloruro de sodio o de potasio; cloruro de amonio; y los fosfatos y nitratos de metales alcalinos y de amonio. Sin embargo, se prefiere usar una sal en la que el anión corresponde al anión del catalizador de ácido mineral usado en la reacción de desdoblamiento, y el catión corresponde al catión del compuesto de metal alcalino usado para la neutralización del ácido. Así pues, cuando el ácido mineral es el ácido sulfúrico, e hidróxido de sodio o fenato de sodio el hidróxido o fenato de metal alcalino, la sal inorgánica preferida es el sulfato de sodio. En general pueden ser empleadas concentraciones comprendidas entre 0,5% y 50% en peso, aproximadamente, según sean la sal particular y la temperatura usadas. Con sulfato de sodio, por ejemplo, es adecuada para la eliminación del ácido sulfúrico una concentración comprendida entre 0,5 y 30% en peso, aproximadamente, y, de preferencia, entre 15 y 25% en peso, aproximadamente, a 40-45°C aproximadamente.

El hidróxido de metal alcalino añadido a la primera zona para neutralizar el catalizador de ácido mineral y los subproductos de ácidos orgánicos

es, de preferencia, hidróxido de sodio. Alternativamente puede ser añadido fenato de sodio a la primera zona. El fenato de sodio puede ser el fenato de sodio que resulta de la extracción de fenol de la acetofenona en una etapa posterior en el proceso de obtención de fenol a partir de cumeno-hidroperóxido. La solución acuosa de hidróxido o fenato de metal alcalino, puede ser añadida a la primera zona separadamente o combinada con una solución acuosa de una sal inorgánica. Se prefiere reunir las dos soluciones.

La cantidad de hidróxido de metal alcalino o de fenato de metal alcalino añadida a la primera zona debe ser mayor de la cantidad estequiométrica necesaria para neutralizar el catalizador de ácido mineral y los subproductos de ácidos orgánicos, pero es sólo preferiblemente suficiente para mantener el pH entre 7 y 9.

La extracción y neutralización de los ácidos en la primera zona, pueden ser efectuadas a cualquier temperatura hasta unos 50°C, aun cuando se prefieren, en general, temperaturas comprendidas entre 35 y 45°C aproximadamente. La restricción superior sobre el intervalo de temperatura viene impuesta por el deseo de evitar la corrosión de la insta-

lación y de evitar la precipitación de la sal.

Además de la separación del catalizador de ácido mineral en la primera zona, el tratamiento con una solución acuosa que comprende una sal inorgánica y un exceso de hidróxido de metal alcalino o de fenato de metal alcalino, separa también por lo menos parte de los ácidos orgánicos presentes en los productos de desdoblamiento, en forma de sus sales de metal alcalino.

El ácido puesto en contacto con la fase orgánica en la segunda zona es, preferiblemente, un ácido débil. Por ácido débil, dentro del contexto de la presente Solicitud de Patente, se entiende un ácido de concentración suficiente para ocasionar corrosión de la instalación y uno que no contamina la fase orgánica con subproductos. Los ácidos adecuados incluyen ácido oxálico y ácido cítrico. El ácido preferido es el ácido carbónico que puede formarse "in situ" cargando dióxido de carbono a la segunda zona en presencia de una solución acuosa de una sal inorgánica, en cantidad suficiente para descomponer el fenato de metal alcalino transportado en la fase orgánica desde la primera zona.

La solución acuosa de la sal inorgánica usada en la segunda zona puede ser adecuadamente la fa

se acuosa separada de la primera zona. No obstante, se prefiere eliminar una parte de la fase acuosa se parada, en una corriente de purga, con objeto de eli minar del sistema alguna de las sales sódicas de áci dos orgánicos.

5

El contacto de la solución acuosa con la fase orgánica en la segunda zona, se efectúa adecua damente a temperatura ambiente, pero puede ser efec tado a cualquier temperatura comprendida entre 10 y 60°C aproximadamente, viniendo dictados los lími- tes de temperatura por el deseo de evitar la preci pitación de la sal.

10

El Ejemplo siguiente ilustra el procedimien to de la invención:-

15

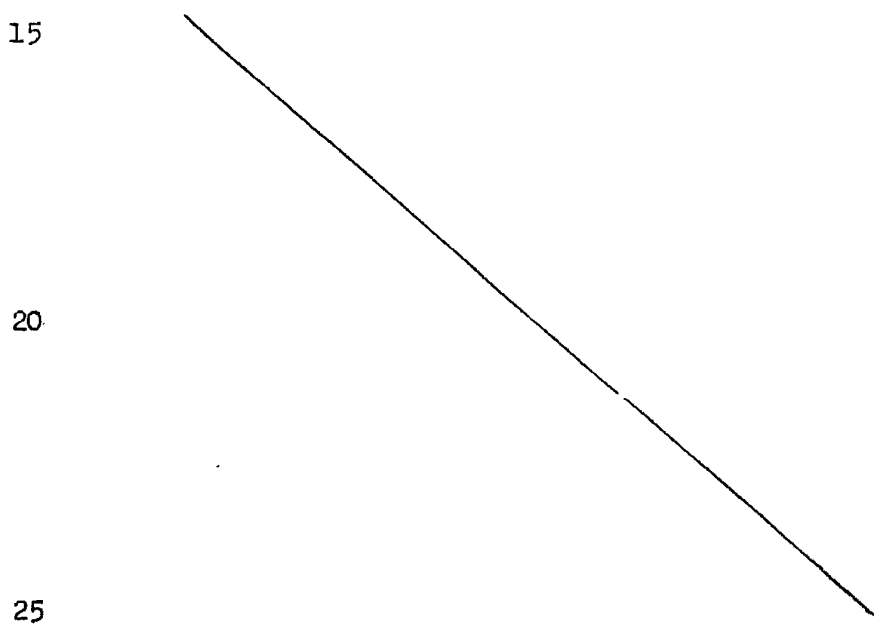
Ejemplo

Los productos del desdoblamiento del hidro peróxido de cumeno catalizado por ácidos minerales, fueron tratados en una primera zona, con una solu- ción acuosa al 20% en peso, de sulfato de sodio, y suficiente solución acuosa de hidróxido de sodio pa ra neutralizar completamente el catalizador de ácido sulfúrico y los subproductos de ácidos orgánicos exis tentes en el producto de desdoblamiento, y hacer que el pH de la solución acuosa en la primera zona estu viera comprendido entre 7 y 8. La fase acuosa se se

20

25

paró y de la fase orgánica desprovista del ácido, se tomó muestra para determinar el contenido de cenizas, antes de hacerla pasar a una segunda zona donde se lavó con solución acuosa adicional de sulfato de sodio, haciendo pasar simultáneamente un exceso de dióxido de carbono a través de la segunda zona. La fase acuosa fue separada y la fase orgánica, libre de ácido sulfúrico, ácidos orgánicos y fenato de sodio, se ensayó para determinar el contenido de cenizas antes del tratamiento posterior. Los resultados de los análisis del contenido de cenizas para concentraciones variables de soluciones acuosas de sulfato de sodio usadas en la segunda zona, se indican en la Tabla.



5

10

Concentración de la solución de Na_2SO_4 en la 2ª zona 4% en peso	Cenizas disueltas antes del segundo lavado (ppm)*	Cenizas disueltas después del segundo lavado (ppm)*
0	← emulsionado →	
5	850	60
20	850	10
20	320	25

*Los contenidos de cenizas fueron determinados por ignición.

15

20

25

Los resultados muestran que el catalizador de ácido mineral y los ácidos orgánicos obtenidos como subproductos, son eliminados de los productos de desdoblamiento del hidroperóxido de cumeno, mediante el procedimiento de la invención, sin contaminar el producto de desdoblamiento con cantidades sustanciales de sales residuales.

- REIVINDICACIONES -

5

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

1ª.- Un procedimiento para eliminar y neutralizar catalizador de ácido mineral y subproductos de ácido orgánico de una mezcla de reacción resultante de la disolución del hidroperóxido de cumeno, cuyo procedimiento comprende poner en contacto a una temperatura inferior a 50°C, dicha mezcla de reacción, en una primera zona, con una solución acuosa que comprende una sal inorgánica y un exceso de un hidróxido o fenato de metal alcalino suficiente para neutralizar el ácido mineral y los subproductos de ácidos orgánicos existentes, y mantener el pH de la fase acuosa entre 7 y 9, con lo que dichos ácidos son extraídos de la fase orgánica en la fase acuosa y neutralizados allí, separar la fase acuosa que contiene los ácidos neutralizados, po-

15

20

25

ner luego en contacto, a una temperatura comprendida entre 10 y 60°C aproximadamente, la fase orgánica, en una segunda zona, con una solución acuosa que comprende una sal inorgánica y un ácido débil, en cantidad suficiente para descomponer el fenato de metal alcalino transportado desde la primera zona, y, después de esto, separar de allí dicha fase acuosa.

5
10
2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que la concentración de la sal inorgánica está comprendida entre 0,5 y 50% en peso.

15
3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que la sal inorgánica es una sal de metal alcalino o una sal de amonio, que posee un anión seleccionado entre un sulfato, cloruro, fosfato y nitrato.

20
4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª, en el que la sal inorgánica se selecciona entre cloruro de sodio, cloruro de potasio, cloruro de amonio, sulfato de sodio, sulfato de potasio, sulfato de amonio, fosfato de amonio y nitrato de amonio.

25
5ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que la sal inorgánica usada en la primera y segunda zona, es una sal en la que el anión corresponde al anión del catalizador de ácido mineral

usado en la reacción de desdoblamiento, y el catión corresponde al catión del hidróxido o fenato de metal alcalino usado para la neutralización de los aci dos.

5 6ª.- Un procedimiento según la reivindi-
cación 5ª, en el que la sal inorgánica es sulfato de sodio, cuya concentración en la solución acuosa está comprendida entre 0,5 y 30% en peso, a una temperatura comprendida entre 40 y 45°C.

10 7ª.- Un procedimiento según la reivindi-
cación 1ª, en el que el hidróxido de metal alcalino o fenato de metal alcalino puesto en contacto con la mezcla de reacción en la primera zona, es hidróxido de sodio o fenato de sodio.

15 8ª.- Un procedimiento según la reivindi-
cación 1ª, en el que se añade a la primera zona una solución acuosa combinada de la sal inorgánica y el hidróxido o fenato de metal alcalino.

20 9ª.- Un procedimiento según la reivindica-
ción 1ª, en el que el ácido débil añadido a la segun-
da zona, se selecciona entre ácido oxálico, ácido cí-
trico y ácido carbónico.

25 10ª.- Un procedimiento según la reivindi-
cación 9ª, en el que el ácido carbónico se forma "in-
situ" cargando dióxido de carbono a la segunda zona,

en presencia de una solución acuosa de una sal inorgánica.

5 11ª.- Un procedimiento para eliminar y neutralizar catalizador de ácido mineral y subproductos de ácido orgánico de una mezcla de reacción.

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

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

Madrid, 24 SET. 1976

P.A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder,

