



19	ES	11	NUMERO	10	AI
		21			
		22	FECHA DE PRESENTACION		

**447195**

PATENTE DE INVENCION

38	PRIORIDADES	32	FECHA	33	PAIS
39	NUMERO				
	569.734		21 de abril de 1975		EE. UU. de A.

43	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			.C07C		

54	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR HIDROPEROXIDO DE ETILBENCENO.

71	SOLICITANTE (S)
	HALCON INTERNATIONAL, INC., entidad norteamericana.

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	2 Park Avenue, New York, New York 10016, EE.UU. de A.

72	INVENTOR (ES)
	John P. Schmidt

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	GOMEZ-ACEBO

Esta invención se relaciona con mejoras en la producción de hidroperóxido de etilbenceno por oxidación de etilbenceno.

5 El hidroperóxido de etilbenceno (hidroperóxido de alfa-feniletilo) ha encontrado importantes aplicaciones en diversos procesos químicos. Por ejemplo, se ha encontrado que el hidroperóxido de etilbenceno constituyen un reactante importante en la epoxidación de propileno para formar óxido de propileno. Se pueden mencionar a este respecto la Patente USA  
10 No. 3.351.635. Naturalmente, por la técnica se conoce la oxidación de etilbenceno a hidroperóxido de etilbenceno con oxígeno molecular. Ejemplos ilustrativos de mejoras recientes conseguidas en esta tecnología son las Patentes USA No.s 3.459.810 y 3.475.498, que describen métodos preferidos para  
15 mejorar la selectividad y eficacia de la oxidación de etilbenceno a hidroperóxido de etilbenceno.

Como se describe en la citada Patente USA No. 3.459.810, en la oxidación de etilbenceno a hidroperóxido de etilbenceno, es de una ventaja particular el realizar la  
20 oxidación a temperaturas progresivamente en disminución. Específicamente, en un sistema continuo preferido que utiliza una pluralidad de zonas de oxidación separadas, es preferible que la temperatura se reduzca progresivamente de zona a zona en la dirección del flujo de líquido.

25 Un método evidente de llevar a cabo el control necesario de temperatura consiste en ajustar la presión en cada una de las zonas de forma adecuada para proporcionar una operación en la zona en cuestión a un nivel de temperatura deseado. Sin embargo, es difícil y costoso proporcionar medios  
30 adecuados para controlar la temperatura de reacción manteniendo

las zonas a distintas presiones.

Otro método para controlar la temperatura consiste en proporcionar serpentines de refrigeración o superficies de transferencia térmica similares, en cada zona, con lo cual la temperatura puede ser regulada. Sin embargo, dichos procedimientos poseen desventajas debido al elevado coste de los aparatos e instalaciones necesarias. Una desventaja más consiste en la eficacia de baja energía de este método, puesto que el calor separado de las zonas de temperatura menor es en general disponible solo a dicha baja temperatura, por lo cual se evita la utilización y, en consecuencia, se desperdicia. Incluso si se recupera dicho calor, el mismo solo es disponible a un nivel de temperatura insuficiente para ser utilizado en el precalentamiento de la alimentación líquida a la primera zona de reacción (alta temperatura); consecuentemente, existe una pérdida sustancial de energía útil.

Constituye un objeto de la presente invención proporcionar un método mejorado para la oxidación de etilbenceno a hidroperóxido de etilbenceno, en donde el control deseado de la temperatura se puede conseguir de un modo nuevo y eficaz.

Según la presente invención, el etilbenceno se oxida continuamente con oxígeno molecular, en fase líquida, en una serie de zonas de oxidación, agitadas, separadas, mantenidas prácticamente a la misma presión, por ejemplo mediante el empleo de un sistema de extracción de vapor común, mientras que la temperatura en la serie de zonas de oxidación se disminuye en la dirección del flujo líquido, siendo controlada y regulada la temperatura en cada una de las zonas de oxidación por la introducción de gases inertes reciclados que ejercen

una acción refrigerante por la vaporización de etilbenceno.

Sorprendentemente, se obtienen mayores selectividades cuando la reacción se efectúa por el proceso de esta invención que las selectividades obtenidas por los procesos convencionales en donde el control de temperatura se consigue mediante refrigeración a través de superficies de transferencia térmica. Por el término selectividad se suele dar a entender la conversión de etilbenceno a hidroperóxido de etilbenceno, con respecto a la conversión de etilbenceno a materiales menos deseables, tales como acetofenona, alfa-feniletanol y ácidos, tal como ácido benzóico. Una característica particularmente ventajosa de esta invención consiste en que se consigue una conversión mínima de etilbenceno a ácidos, para cualquier nivel de conversión total, constante, de etilbenceno. Dicha producción mínima de ácidos es altamente deseable, tanto desde el punto de vista de un rendimiento de reacción óptima como desde el punto de vista de reducir al mínimo las reacciones secundarias catalizadas con ácido en las ulteriores etapas de procesado, en especial cuando el hidroperóxido de etilbenceno ha de emplearse como agente epoxidante para la conversión de olefinas a óxidos de olefinas. La razón de este aumento de selectividad cuando se utiliza gas inerte de reciclaje para el control de la temperatura, no se entiende del todo, pero se cree que es el resultado de la evaporación incrementada de etilbenceno de las zonas de reacción aguas abajo, que, a cualquier nivel dado de conversión global, se traduce en concentraciones medias inferiores de hidroperóxido de etilbenceno y otras especies oxidables, tales como acetofenona y alfa-feniletanol, a lo largo de la trayectoria de reacción. Disminuyendo estas concentraciones, se consigue un ambiente más favorable

para la oxidación.

Además de las mayores selectividades obtenidas, el sistema de refrigeración con gas de reciclo proporciona más ventajas a través del control mejorado de las presiones parciales de oxígeno en las corrientes gaseosas que entran y salen de las zonas de reacción diversas. Dicho control es importante para mantener velocidades de reacción constantes y operaciones seguras al margen de regiones gaseosas inflamables.

En los sistemas para la oxidación de etilbenceno a hidroperóxido de etilbenceno, y especialmente en un sistema que comprende el control de temperatura por medio de reciclo de gas inerte según esta invención, se separan cantidades sustanciales de vapor etilbenceno de la zona de oxidación durante la oxidación. Es deseable, desde el punto de vista de una mayor economía del proceso, que el calor contenido en dichos vapores sea recuperado y transferido de modo eficaz a otras corrientes de reacción. En adición, en la reacción química en donde se forma hidroperóxido de etilbenceno, la conversión de etilbenceno, durante la oxidación, es necesariamente limitada al objeto de evitar una descomposición excesiva del producto hidroperóxido deseado. Sin embargo, las bajas conversiones de etilbenceno requieren una recuperación y reciclo eficaz del etilbenceno sin reaccionar, pero dicho etilbenceno reciclado deberá estar prácticamente libre de materiales contaminantes, tales como agua y ácidos orgánicos, que pueden tender a interferir con la producción deseada de hidroperóxido de etilbenceno. De este modo, es útil liberar al etilbenceno reciclado de dichos contaminantes.

De este modo, y según una forma de realización preferida de esta invención, los anteriores objetivos de eco-

nomía en la recuperación de calor de los vapores de salida y recicló de etilbenceno que esté prácticamente libre de agua y ácidos orgánicos, se llevan a cabo mediante la provisión de un contacto directo entre el etilbenceno líquido de recicló y los vapores que salen del reactor de oxidación. Por medio de este contacto directo, tiene lugar un intercambio térmico rápido y eficaz entre los vapores y el líquido de recicló, reduciendo así al mínimo la degradación de energía térmica a temperaturas inferiores y evitando también la necesidad de superficies mecánicas extensivas que serían necesarias si el calor fuera recuperado a través de un intercambio indirecto. En adición, como resultado del contacto, tanto el agua como los ácidos orgánicos de bajo punto de ebullición, contenidos en el etilbenceno líquido de recicló, se separan del mismo y el etilbenceno líquido calentado está mejorado sustancialmente en cuanto a pureza y resulta altamente adecuado para alimentar se a la reacción de oxidación.

Con el fin de describir de modo más completo la invención, se hace referencia a los dibujos adjuntos en los cuales:

La figura 1 ilustra esquemáticamente un sistema típico para la práctica del proceso de esta invención, y

La figura 2 es una vista similar de un sistema para llevar a cabo la forma de realización preferida de la invención.

Debe entenderse que la descripción de los dibujos solamente intenta facilitar la comprensión de la invención y no ha de ser considerado como limitativos de la misma.

Con referencia a los dibujos, y más particularmente a la figura 1, el número de referencia 1 representa un

reactor horizontal cilíndrico que está dividido por medios de rebose y tabiques, por ejemplo presas, en ocho zonas de oxidación separadas, numeradas consecutivamente como zonas 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 9. El etilbenceno se alimenta a la primera zona de oxidación 2 en forma líquida por vía de la línea 10. El líquido de la zona 2 rebosa la presa 11 y pasa a la zona 3. El líquido de la zona 3 rebosa la presa 12 y pasa a la zona 4. El líquido de la zona 4 rebosa la presa 13 y pasa a la zona 5. El líquido de la zona 5 rebosa la presa 14 y pasa a la zona 6. Similarmente, el líquido de la zona 6 rebosa la presa 15 y pasa a la zona 7; el líquido de la zona 7 rebosa la presa 16 y pasa a la zona 8; el líquido de la zona 8 rebosa la presa 17 y pasa a la zona 9. Finalmente, el líquido de la zona 9 rebosa la presa 18 y se extrae del reactor 1 por medio de la línea 19.

Se proporcionan medios de entrada de vapor para cada una de las zonas del reactor 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 9. Por lo tanto, la línea 20 proporciona vapor a la zona 2, la línea 21 proporciona vapor a la zona 3, la línea 22 proporciona vapor a la zona 4, la línea 23 proporciona vapor a la zona 5, la línea 24 proporciona vapor a la zona 6, la línea 25 proporciona vapor a la zona 7, la línea 26 proporciona vapor a la zona 8 y la línea 27 proporciona vapor a la zona 9. Similarmente, cada una de las zonas 2 a 9 está dotada con líneas de extracción de vapor 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34 y 35 para las zonas 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, y 9 respectivamente. Se proporciona aire a través de la línea 36 a las líneas de entrada de vapor y se proporciona gas inerte de recicló a través de la línea 37 a cada una de las líneas de entrada de vapor. Alternativamente, las alimentaciones de aire y gas de recicló a cualquiera de las zonas, pueden entrar por la zona a través de

líneas separadas, si así se desea. Aunque no se ha mostrado, cada una de las líneas de entrada y salida de vapor, está equipada con válvulas y medios de medición y control de flujos, adecuados. El etilbenceno líquido alimentado a la zona 2 se pone en contacto, a la temperatura de oxidación adecuada, con oxígeno molecular proporcionado por las líneas 36 y 20. Las velocidades de flujo se controlan con el fin de proporcionar el tiempo de residencia deseado necesario para efectuar la adecuada oxidación de etilbenceno en esta zona. El líquido de la zona 2 pasa continuamente a la zona 3 en donde tiene lugar oxidación adicional a través del contacto con oxígeno molecular introducido por las líneas 36 y 21. El líquido de la zona 3 fluye continuamente a la zona 4 en donde tiene lugar más oxidación mediante contacto con oxígeno molecular introducido por las líneas 36 y 22. El líquido de la zona 4 pasa continuamente a la zona 5 en donde tiene lugar la oxidación por el contacto con el oxígeno molecular introducido por las líneas 36 y 23. El líquido de la zona 5 pasa continuamente a la zona 6 en donde tiene lugar oxidación por el contacto con oxígeno introducido por las líneas 36 y 24. El líquido de la zona 6 pasa continuamente a la zona 7 en donde tiene lugar oxidación a través del contacto con oxígeno introducido por las líneas 36 y 35. El líquido de la zona 7 pasa continuamente a la zona 8 en donde tiene lugar la oxidación a través del contacto con oxígeno introducido por las líneas 36 y 26. El líquido de la zona 8 pasa a la última zona de oxidación 9 en donde tiene lugar la oxidación final mediante contacto con oxígeno molecular introducido por las líneas 36 y 27.

Durante la oxidación continua, los vapores se extraen de las zonas 2 a 9 continuamente por medio de las lí-



por la línea 44, siendo reciclada la cantidad necesaria por las líneas 45 y 37 para su distribución adecuada entre las diversas zonas de oxidación. Se extrae una purga de gas inerte por la línea 46 en la cantidad necesaria para equilibrar el gas inerte neto que entra con el aire oxidante. El etilbenceno introducido por la línea 40 pasa a través de un precalentador 47 y a continuación por la línea 10 para introducirse en la zona de oxidación 2. Se añade etilbenceno de reposición, neto, como se muestra, por la línea 48.

Por razones de selectividad, es necesario que la conversión total de etilbenceno en las zonas de oxidación sea claramente baja, ilustrativamente no superior al 25 %. El hidroperóxido de etilbenceno tiende a descomponerse en las condiciones de oxidación, cuando está presente en concentraciones superiores y, de este modo, es necesario mantener la conversión de etilbenceno a un nivel claramente bajo. La mezcla de reacción líquida, que contiene hidroperóxido, separada del reactor 1 por medio de la línea 19, pasa ilustrativamente a la zona de destilación 49, en donde el etilbenceno sin reaccionar se destila por cabeza, se separa por la línea 50, se condensa en el condensador 51 y se separa de los materiales acuosos en la zona de decantación 52. Se extrae una fase acuosa inferior por la línea 53 y el etilbenceno de reciclo se separa por la línea 40 y pasa a la reacción de oxidación, como anteriormente se ha explicado. Un modo conveniente para recuperar el etilbenceno del separador 42 y devolverlo al sistema, consiste en pasar el condensado separado por vía de la línea 43 a la zona de decantación 52. La corriente de hidroperóxido de etilbenceno concentrado se separa de la zona 49 por medio de la línea 54 y resulta adecuado para diversos usos, más convenientemente

para emplearse en la epoxidación de olefinas por procedimientos ya descritos, por ejemplo, en las Patentes USA Nos. 3.351.635, 3.459.810 y 3.475.498.

5                   Con referencia ahora a la figura 2, podrá observarse que las partes correspondientes a las mostradas en la figura 1 tienen los mismos números de referencia, a excepción de que se ha añadido una prima. De este modo, en la forma de realización de la figura 2, los vapores separados de las zonas de oxidación, principalmente nitrógeno y etilbenceno, pasan por la línea 38' a una columna de contacto 55 en don  
10 de los vapores se enfrían y se condensan cantidades sustanciales de vapor de etilbenceno. Los gases inertes no condensables, que contienen algo de vapor de etilbenceno residual, salen por la línea 41', siendo reciclada la cantidad necesaria por las líneas 45' y 37' para su distribución adecuada entre  
15 las diversas zonas de oxidación. Se extrae una purga de gas inerte por la línea 46' en la cantidad necesaria para equilibrar el gas inerte neto que entra con el aire oxidante. El etilbenceno caliente de la zona de contacto 55 pasa por la  
20 línea 10' al precalentador 47', el cual se utiliza opcionalmente en esta forma de realización, y desde aquí por la línea 10' a la zona de oxidación 2'. Tal y como se muestra, se añade etilbenceno neto de reposición, por la línea 48'. La columna de contacto 55 está dotada adecuadamente con medios de decanta-  
25 ción internos o externos para separar impurezas, tales como agua y ácidos orgánicos. Por ejemplo, la columna de contacto 55 puede proporcionarse con una "bandeja de chimenea" bien conocida que funciona como un decantador para separar la fase acuosa condensada del etilbenceno, siendo extraída la fase  
30 acuosa por la línea 56. Alternativamente, la fase acuosa puede

separarse del etilbenceno en un decantador (no mostrado) externo a la columna de contacto.

5 Por medio de una descripción general de las condiciones adecuadas de la reacción de oxidación, es normalmente ventajoso que la oxidación de etilbenceno se efectue a temperaturas entre 100 y 165°C aproximadamente. Una gama preferida de temperaturas es de 130 a 160°C, siendo más preferidas las temperaturas que oscilan entre 135 y 160°C. La presión del sistema durante las etapas de oxidación será de 10 0,07 a 70 kg/cm<sup>2</sup> relativos, aproximadamente, si bien se pueden emplear presiones fuera de esta gama.

15 En general es ventajoso oxidar de 5 a 20 % aproximadamente del etilbenceno, ya que por debajo de una conversión aproximada del 5 % el coste de la separación y reciclo del etilbenceno llega a ser prohibitivo. A conversiones por encima del 20 % o similar, la selectividad disminuye por la descomposición del hidroperóxido de etilbenceno. Las conversiones preferidas de etilbenceno, tal y como se refleja por la concentración molar de productos de oxidación en el efluente líquido de la última zona de oxidación, son de 7 a 12 % 20 aproximadamente. No es necesario emplear catalizadores u otros aditivos durante la oxidación, aunque si se desea se pueden emplear estabilizadores, iniciadores y similares, tal y como se muestra en la técnica anterior.

25 Para los expertos en la técnica será evidente que son posibles muchas formas de realización diferentes de la presente invención. Por ejemplo, en el dibujo adjunto el reactor de oxidación está mostrado como un solo reactor cilíndrico dividido en distintas secciones o zonas de reacción 30 separadas. Evidentemente, una forma de realización alternativa comprendería el empleo de reactores individuales y separados

conectados en serie mediante conductos adecuados. Cada zona está dotada con un medio de agitación adecuado (no mostrado) que puede ser de cualquier tipo deseado, incluyendo la agitación mediante solamente los gases o mediante métodos mecánicos. Similarmente, son posibles otros medios de intercambio térmico para la recuperación de calor de los vapores separados de las zonas de oxidación y, naturalmente, son factibles distintos procedimientos de destilación para separar producto. Como anteriormente se ha mencionado, el proceso de reciclo de gas inerte de la invención no está limitado a un sistema en el cual existe un contacto en contracorriente entre los gases del reactor y el etilbenceno de entrada como se muestra en la figura 2. Los gases inertes, después de haberse separado los componentes condensables por cualquier medio adecuado, se pueden reciclar directamente a las zonas de oxidación, como se muestra en la figura 1, aunque, y como anteriormente se ha explicado, el proceso de esta invención es particularmente adecuado para utilizarse con un sistema que comprende dicho contacto entre gases de reacción y etilbenceno de reciclo. Podría observarse que normalmente el hidroperóxido no se separa de todo el etilbenceno antes de su empleo. En consecuencia, y después de que el hidroperóxido ha sido reaccionado, por ejemplo, en una epoxidación, se proporcionan generalmente procedimientos de separación para la recuperación del resto del etilbenceno sin reaccionar que puede reciclarse a la zona de oxidación como parte de la alimentación de etilbenceno líquido, por medios que no son mostrados en los dibujos adjuntos.

Como anteriormente se ha mencionado, los dibujos adjuntos son simplemente esquemáticos y deberá entenderse que,

en la realización del proceso de esta invención, se pueden emplear normalmente accesorios de instalación de unidades auxiliares, que no han sido ilustrados al objeto de simplificar los dibujos, tal y como podrá ser entendido por aquellas personas expertas en la técnica. De este modo, se pueden emplear compresores (no ilustrados) para proporcionar corrientes de vapor a las presiones deseadas. Similarmente, y como ya se ha mencionado, las diversas líneas a través de las cuales fluirán las corrientes de vapor o de líquido estarán adecuadamente dotadas con válvulas adecuadas, pudiéndose proporcionar con medios de calentamiento o refrigeración (no ilustrados) para regular las temperaturas de las corrientes, cuando se desee.

Los siguientes ejemplos ilustran prácticas específicas adecuadas de la presente invención, pero debe entenderse que estos ejemplos se ofrecen solamente con fines ilustrativos y no han de ser interpretados como limitativos de la invención.

#### EJEMPLO 1

Se oxida etilbenceno con oxígeno molecular a hidroperóxido de etilbenceno utilizando el sistema de gas de reciclo de la invención, como se ilustra esquemáticamente en la figura 1. Los vapores de la línea 38 se pasan al condensador 39 y desde aquí al separador 42. El condensado acuoso se purga de este separador y el etilbenceno condensado, separado de la fase acuosa, se devuelve a la zona de oxidación por vía de la línea 10. Los vapores sin condensar del separador se reciclan, por las líneas 45 y 37, a la zona de reacción, al objeto de proporcionar el control de temperatura requerido, tomándose una suficiente cantidad de purga de materiales no condensables por la vía 46 para compensar aquellos materiales que entran

con el aire de alimentación por la línea 36. La oxidación se efectúa de forma continua empleando 8 zonas de oxidación 2 a 9, como se muestra en el dibujo. La mezcla de oxidación en fase líquida de la zona 2 se mantiene a 146°C, la de la zona 3 a 144°C, la de la zona 4 a 142°C, la de la zona 5 a 140°C, la de la zona 6 a 138°C, la de la zona 7 a 136°C, la de la zona 8 a 134°C y la de la zona 9 a 132°C. Las líneas de extracción de vapor de cada zona están conectadas a un conducto común 38, manteniéndose la presión en cada una de las zonas de oxidación en aproximadamente 2,31 kg/cm<sup>2</sup> absolutos. El etilbenceno calentado a unos 148°C en el precalentador 47, se alimenta por medio de la línea 10 a la zona de oxidación 2 a una velocidad de 234 moles/hora aproximadamente. Al reactor 1 se alimenta aire, que ha sido previamente calentado a unos 130°C, a una velocidad de 79,4 moles/hora aproximadamente, por vía de la línea 36, y se distribuye a las diversas zonas de oxidación 2-9 como más adelante se describe. Los vapores de las zonas de oxidación salen por la línea 38 a una velocidad de 192 moles/hora aproximadamente y tiene una composición molar aproximada de 54 % de nitrógeno, 44 % de etilbenceno y 1 % de oxígeno, incluyendo el resto agua y subproductos orgánicos. Después de enfriar estos vapores para recuperar materiales condensables y tras la separación de los vapores sin condensar y después de la separación de la purga antes mencionada, el gas de reciclaje resultante se comprime (por medios no mostrados) y se pasa al reactor 1 a una velocidad de 41,7 moles/hora aproximadamente por la línea 37 y se distribuye a las 8 zonas de oxidación como más adelante se describe. La composición molar aproximada de este gas de reciclaje es de 97 % de nitrógeno, 2 % de oxígeno y 1 % de etilben-

ceno condensado separado del separador 42 por la línea 43, se envía por la línea 40 para su recicló.

El efluente líquido de la última zona de oxidación (9) contiene aproximadamente 9,5 moles % (12 % en peso) de hidróperóxido de etilbenceno y 89 moles % de etilbenceno, siendo el resto subproductos orgánicos. Esta mezcla se destila a una temperatura de calderín de unos 80°C y aproximadamente el 50 % del etilbenceno contenido se separa y recicla a la oxidación. El resto del etilbenceno se recupera en el procesado inferior para su recicló a la oxidación. La siguiente tabla muestra la forma en la cual se distribuyen aire y gas inerte reciclado (expresado como moles por hora) entre las ocho zonas de oxidación. El gas reciclado se calcula sobre una base libre de etilbenceno.

	<u>Aire</u>	<u>Gas reciclado</u>
Zona 2	7,8	0
Zona 3	9,8	0
Zona 4	10,7	1,2
Zona 5	11,0	3,2
Zona 6	10,9	5,2
Zona 7	10,4	7,8
Zona 8	9,8	10,7
Zona 9	9,0	13,8

El proceso antes descrito produce 88 moles de hidróperóxido de etilbenceno por 100 moles de etilbenceno oxidado y 6,7 moles de subproducto acetofenona por 100 moles de hidróperóxido de etilbenceno.

#### EJEMPLO 2

Se oxida etilbenceno con oxígeno molecular a hidróperóxido de etilbenceno, pero sin el sistema de gas de recicló de la invención descrito en el ejemplo 1 e ilustrado

en la figura 1, pasando los vapores desde la línea 38 al condensador 39 y desde aquí al separador 42. El condensado acuoso y materiales no condensables se purgan de este separador y el etilbenceno condensado se devuelve al separador por la línea 10 de oxidación. La oxidación se efectúa de forma continua empleando ocho zonas de oxidación 2 a 9 como se muestra en el dibujo. La mezcla de oxidación en fase líquida de la zona 2 se mantiene a 146°C, la de la zona 3 a 144°C, la de la zona 4 a 142°C, la de la zona 5 a 140°C, la de la zona 6 a 138°C, la de la zona 7 a 136°C, la de la zona 8 a 134°C y la de la zona 9 a 132°C. El control de temperatura se lleva a cabo por serpentines de refrigeración (no mostrados) proporcionados en cada compartimento. Las líneas de separación de vapor de cada zona están conectadas a un conducto común 38, manteniéndose la presión en cada una de las zonas de oxidación en 2,31 kg/cm<sup>2</sup> absolutos aproximadamente.

Se alimenta etilbenceno, calentado a unos 148°C en el precalentador 47, por medio de la línea 10, a la zona de oxidación 2, a una velocidad de 205 moles/hora aproximadamente. Al reactor 1, se alimenta aire, que previamente ha sido calentado por medios no mostrados a unos 130°C, a una velocidad de 81,5 moles/hora aproximadamente por la línea 36, y se distribuye a las diversas zonas de oxidación 2-9 como más adelante se describe. Los vapores combinados de las zonas de oxidación salen por la línea 38 a una velocidad de 124 moles/hora aproximadamente y tienen una composición molar aproximada de 52 % de nitrógeno, 46 % de etilbenceno y 1 % de oxígeno, incluyendo el resto agua y subproductos orgánicos. Los vapores se enfrían para recuperar materiales condensables como ya se ha indicado anteriormente. La siguiente tabla muestra la forma

en la cual se distribuye aire entre las ocho zonas de oxidación.

	<u>Aire (moles por hora)</u>
5	Zona 2 8,1
	Zona 3 10,2
	Zona 4 11,1
	Zona 5 11,3
	Zona 6 11,1
	Zona 7 10,6
10	Zona 8 9,9
	Zona 9 9,2

El efluente líquido de la última zona de oxidación (9) contiene aproximadamente 9,5 moles % (12 % en peso) de hidropéroxido de etilbenceno y 89 moles % de etilbenceno, siendo el resto subproductos orgánicos. Esta mezcla se destila a una temperatura de calderín de unos 80°C y aproximadamente un 50 % del etilbenceno contenido se separa y recicla a la oxidación. El resto del etilbenceno se recupera en un ulterior procesado para su recicló a la oxidación.

El proceso anterior produce solo 86 moles de hidropéroxido de etilbenceno por 100 moles de etilbenceno oxidado, y 8 moles de subproducto acetofenona por 100 moles de hidropéroxido de etilbenceno.

### EJEMPLO 3

Se repite el proceso del ejemplo 1 utilizando el recicló de gas inerte a las zonas de oxidación según la invención como anteriormente se ha descrito, pero en este caso se utiliza el sistema de la figura 2, de modo que existe un contacto directo entre el etilbenceno alimentado y los vapores de oxidación. Por lo tanto, el etilbenceno alimentado en la

línea 40' se pasa a la porción superior de la zona de contacto 55 y los vapores de oxidación de la línea 38' pasan a la porción inferior de la zona de contacto 55, para el contacto en contracorriente con el etilbenceno. El material condensado y la fase de agua decantada se separan por la línea 56, se extraen los gases enfriados a través de la línea 41' para su reciclo a la oxidación después de una purga adecuada y el etilbenceno calentado entra por la línea 10' y pasa a la zona de oxidación 2' después de pasar a través del precalentador 47'. Las condiciones de operación corresponden a las descritas en el ejemplo 1. Cuando se opera de este modo, practicamente se obtienen los mismos resultados en términos de hidroperóxido de etilbenceno y subproductos, pero existen mejoras importantes en las eficacias y economías del proceso. Por lo tanto, el proceso de este ejemplo requiere un caudal térmico para el precalentador 47' de solamente unas 18.000 calorías por mol-gra mo de hidroperóxido de etilbenceno producido, en comparación con el correspondiente caudal térmico para el precalentador 47 de aproximadamente 108.000 calorías por mol-gramo para el proceso del ejemplo 1.

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

REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para preparar hidroperóxido de etilbenceno, por oxidación molecular en fase líquida de etilbenceno, caracterizado porque comprende las etapas de introducir etilbenceno líquido en una zona de reacción; introducir  
10 aire en dicha zona de reacción; separar vapores que comprenden gases inertes no condensables de dicha zona de reacción; separar los compuestos condensables de dichos vapores; reciclar los gases no condensables a dicha zona de reacción; y separar una corriente de líquido que contiene hidroperóxido de etilbenceno producto de dicha zona de reacción.

15 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la zona de reacción está dividida en una pluralidad de zonas de oxidación interconectadas en serie, introduciéndose dicho etilbenceno en la primera de las zonas de oxidación, separándose los vapores de todas las zonas de oxidación y reciclándose los gases inertes no condensables a por lo menos una porción de dichas zonas de oxidación.

20 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la corriente de líquido se trata para separar al menos parte del etilbenceno sin reaccionar de la misma y el etilbenceno así separado se recicla a dicha zona de reacción.

25 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el etilbenceno líquido introducido en la zona de reacción se pone primero en contacto con los vapores separados de la zona de reacción.

30 5.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el etilbenceno líquido introducido en la zona de reacción se pone primero en contacto con los vapores



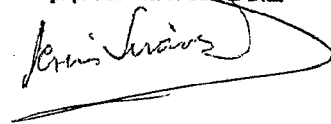
separados de la zona de reacción.

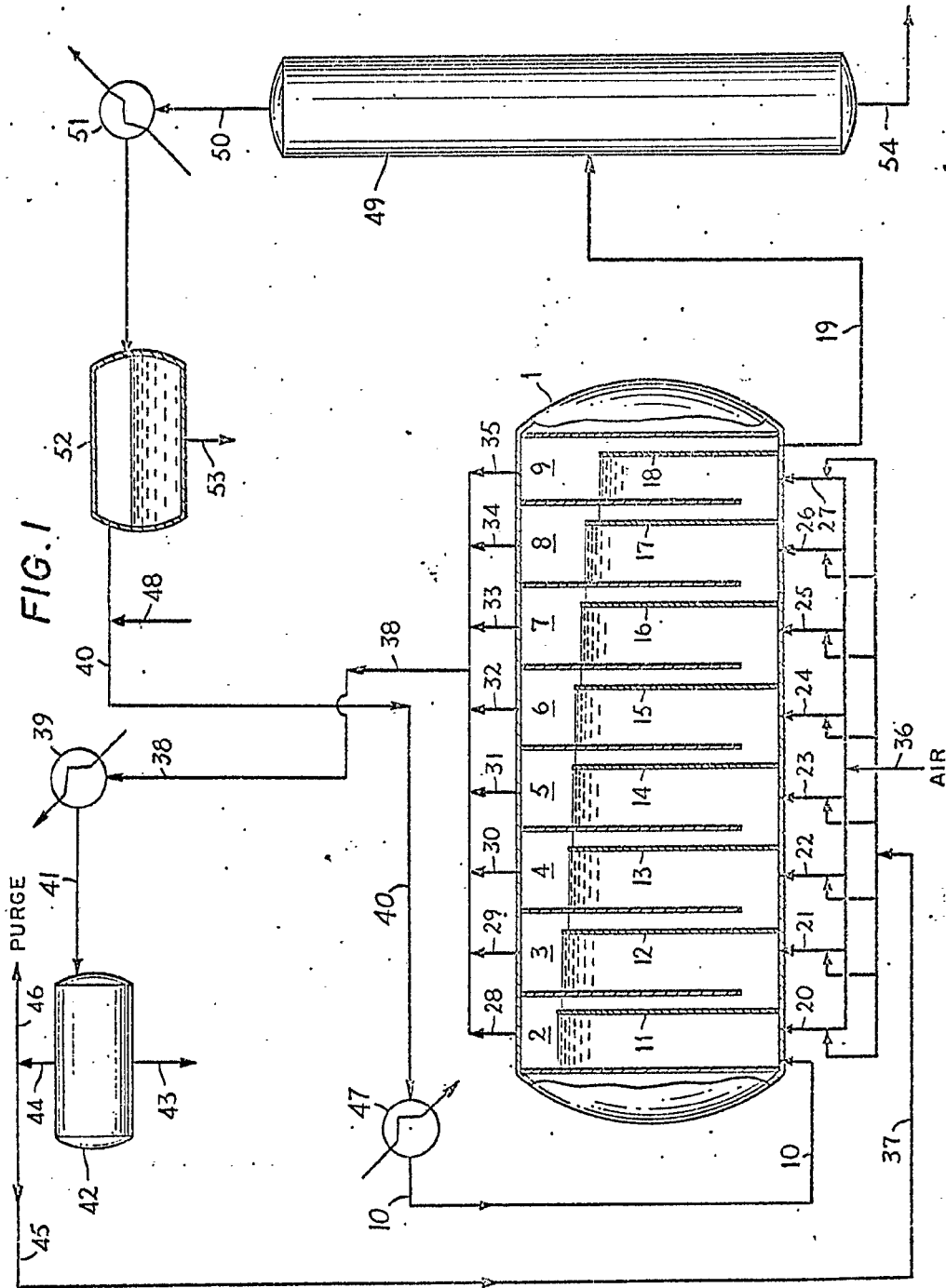
6.- Procedimiento para preparar hidroperóxido de etilbenceno, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.

5

Madrid, 20 JUL 1976  
HALCON INTERNATIONAL, INC.

~~J. GOMEZ ACEDO Y MODET~~  
p. p. Firmado: J. Suarez Diaz





ESCALON  
INTERNATIONAL, INC.

L. GOMEZ ACOSTA Y AGUIRRE  
P. B. FLORES  
1959

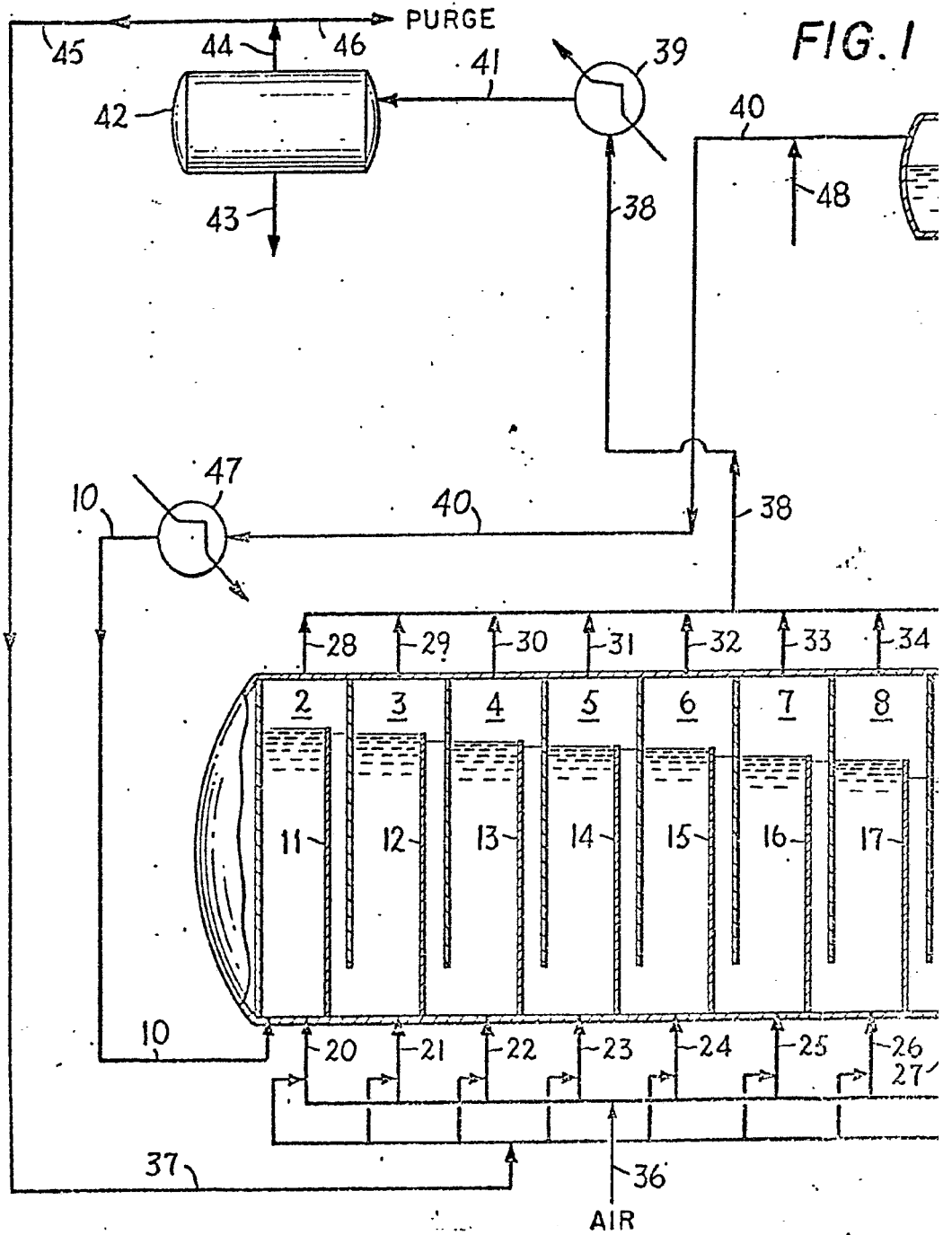
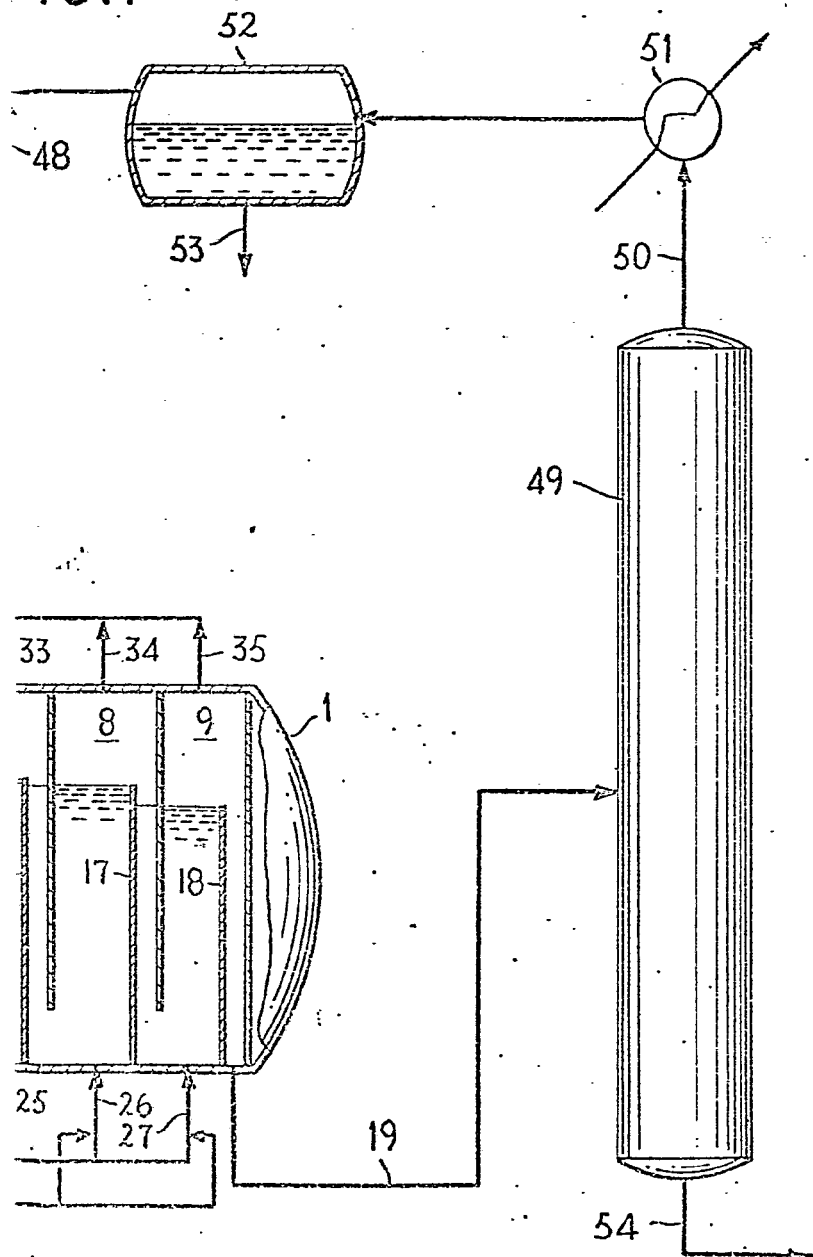


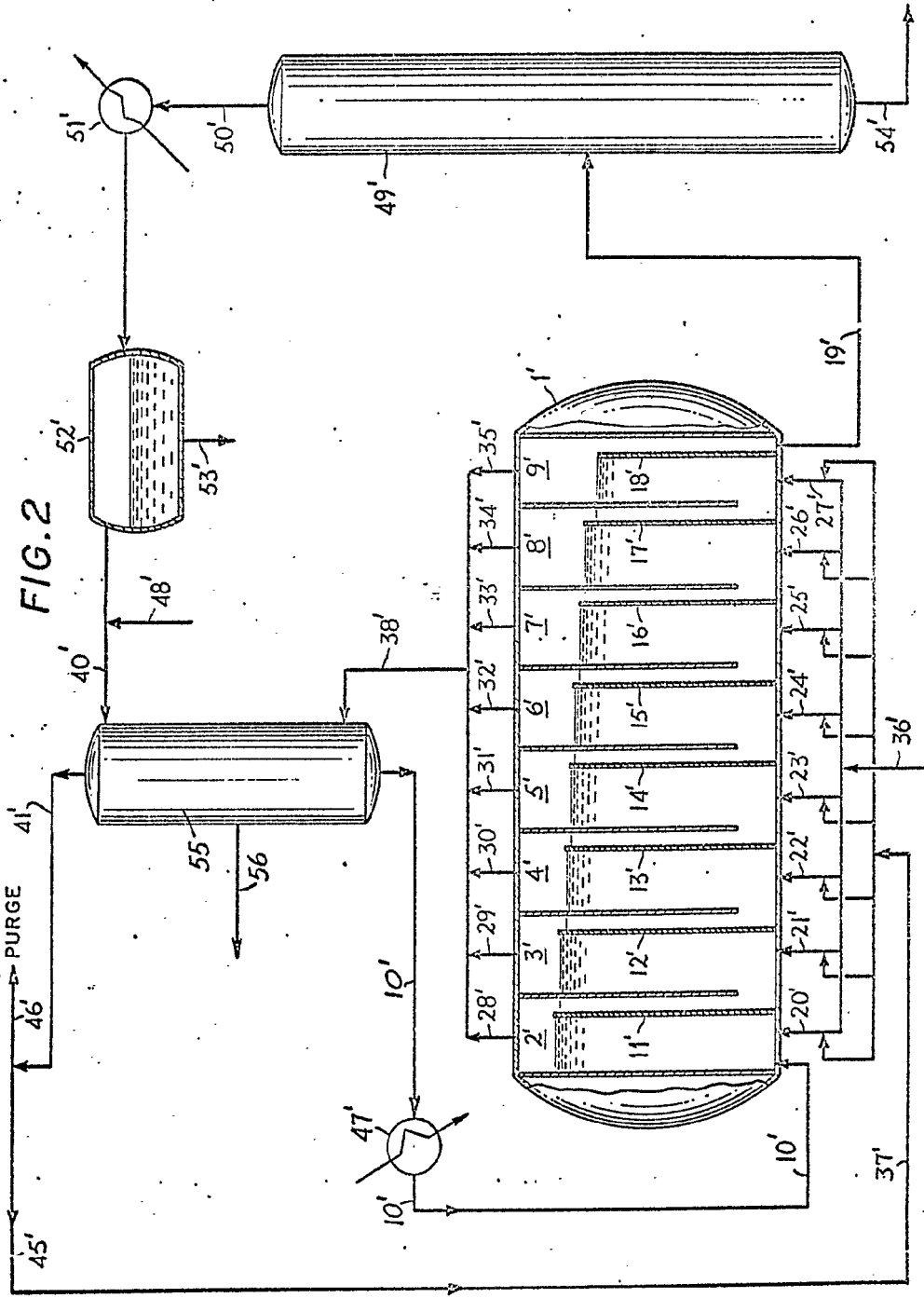
FIG. 1



ESCALA  
VARIABLE  
20 JUL. 1976

L. GONZALEZ ACOSO Y MODET  
p. p. Elmer y J. Suarez Diaz

*Elmer Suarez Diaz*



ESCALA  
 1" = 10'  
 20 JUL 1976  
 MONTANA

2. 50' 10" (10' 10" x 10' 10")  
 3. 50' 10" (10' 10" x 10' 10")  
 4. 50' 10" (10' 10" x 10' 10")

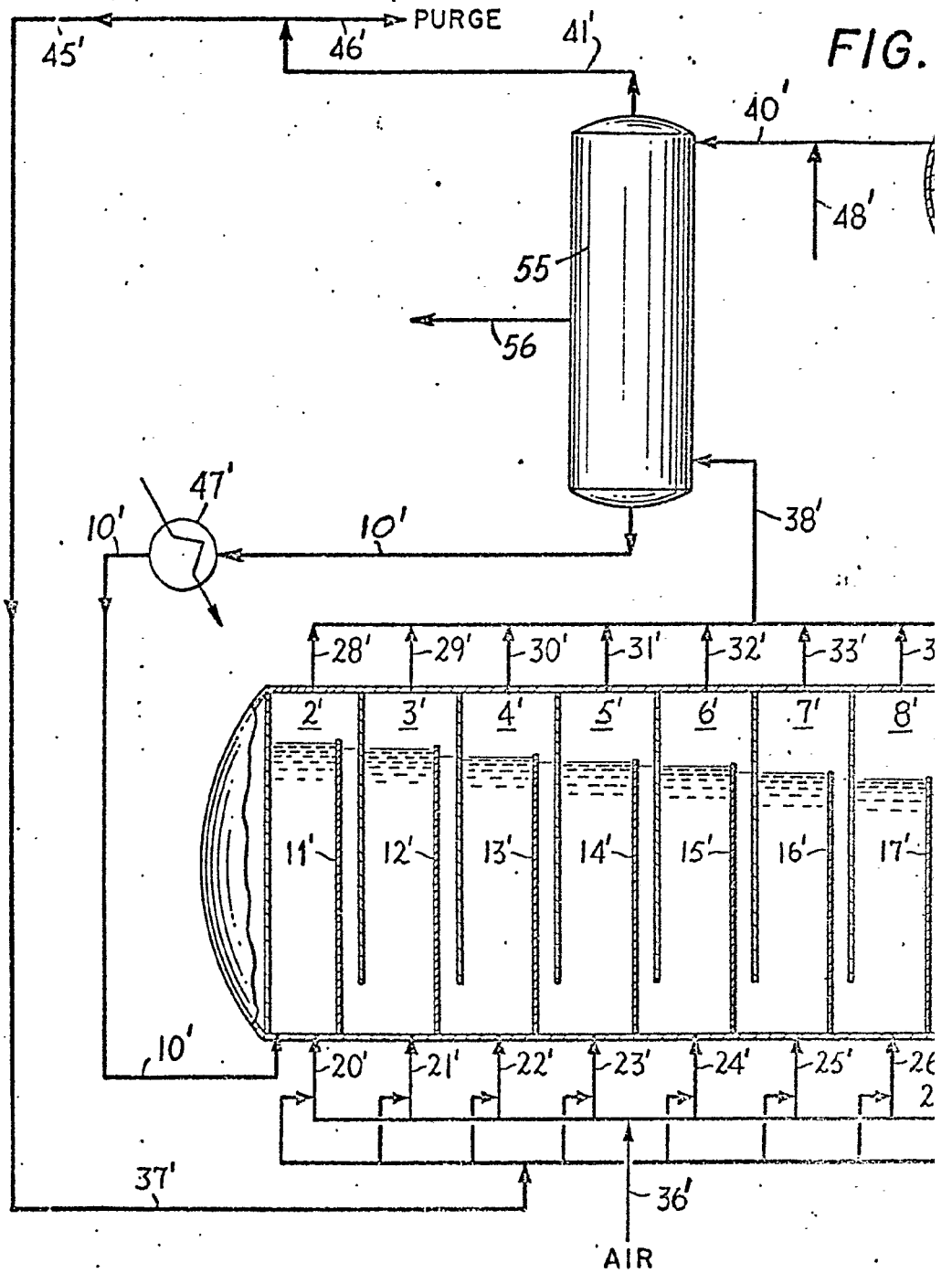
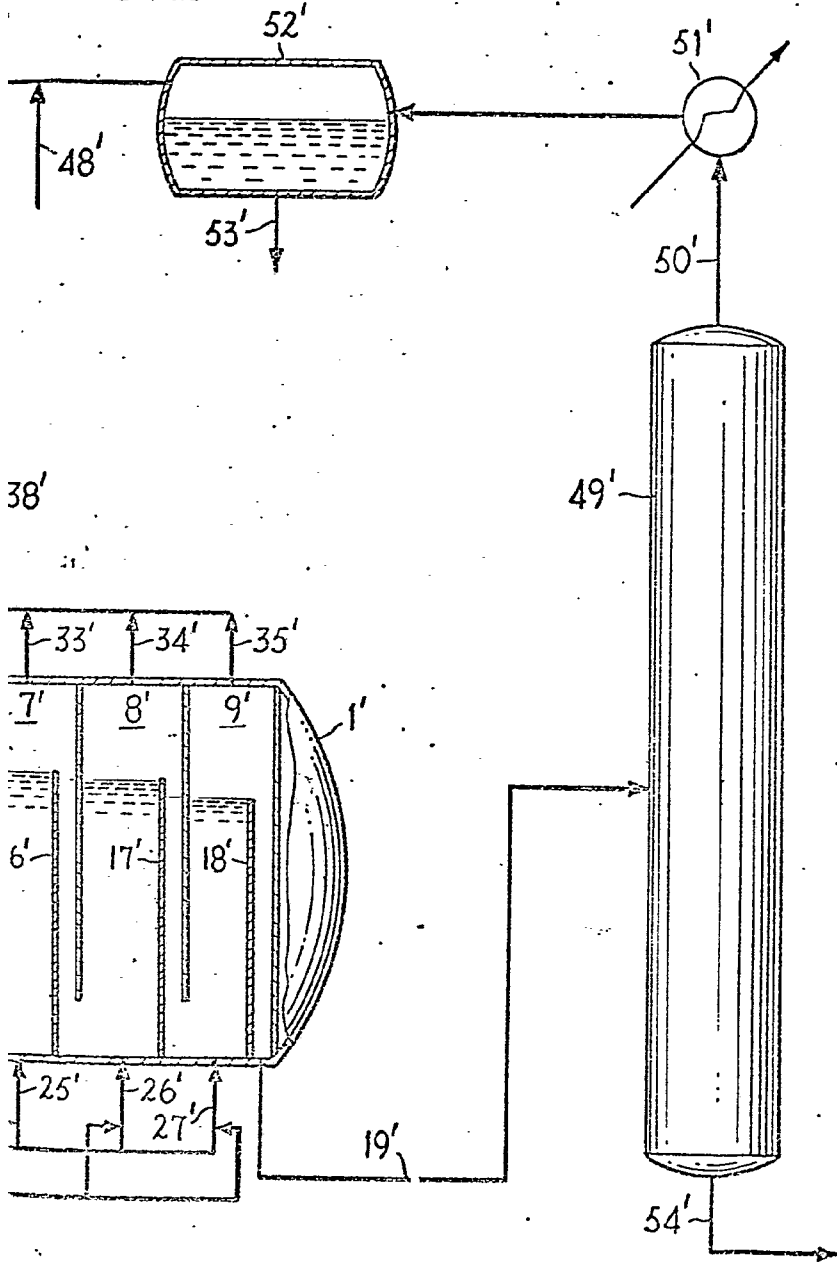


FIG.

FIG. 2



ESCALA  
VARIABLE  
20 JUL. 1970

Madrid

1.000.000.000.000  
Dpto. Experimentos y Estudios Básicos

*J. M. Sánchez*