

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 803 082**

51 Int. Cl.:

C07C 29/20 (2006.01)
C07C 29/80 (2006.01)
C07C 45/00 (2006.01)
C07C 45/82 (2006.01)
C07C 49/403 (2006.01)
C07C 35/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.11.2015** **PCT/EP2015/075951**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.05.2016** **WO16075047**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.11.2015** **E 15790590 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.06.2020** **EP 3218338**

54 Título: **Proceso para la producción de ciclohexanona a partir de fenol**

30 Prioridad:

10.11.2014 EP 14192423
29.10.2015 WO PCT/EP2015/075113

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.01.2021

73 Titular/es:

CAP III B.V. (100.0%)
Mauritslaan 49
6129 EL Urmond, NL

72 Inventor/es:

TINGE, JOHAN THOMAS;
DAGUENET, CORINNE;
VERSCHUREN, IRIS;
MARTENS, WILHELMUS RUDOLF MARIA;
BRANDS, ROELAND WILHELMUS THEODORUS
MARIA y
DE KORTE, ROBERT JAN

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 803 082 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso para la producción de ciclohexanona a partir de fenol

- 5 La invención se refiere a un proceso continuo para la preparación de ciclohexanona a partir de fenol a escala industrial, y a una planta química adecuada para llevar a cabo el proceso de acuerdo con la invención a escala industrial.

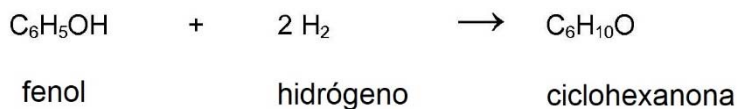
La inmensa mayoría de la ciclohexanona es consumida en la producción de caprolactama, la cual es un producto intermedio en la fabricación de nylon 6. Las mezclas de ciclohexanona y ciclohexanol se usan para la producción de ácido adípico, el cual es convertido principalmente en nylon 6,6. Además, la ciclohexanona puede usarse como un disolvente industrial o como un activador en reacciones de oxidación. Puede usarse también como un producto intermedio para la producción de resinas de ciclohexanona.

15 En la década de los 30, la producción de ciclohexanona comenzó a escala industrial, en paralelo con la producción comercial de caprolactama y nylon 6. Desde entonces, el volumen de producción de ciclohexanona ha ido creciendo, y hoy en día la producción anual de ciclohexanona es de más de 6 millones de toneladas.

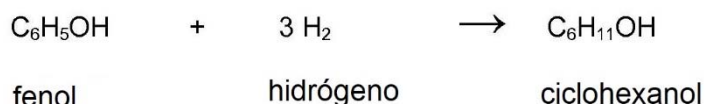
Por escala industrial se entiende una tasa de producción de al menos 1.000 kg de ciclohexanona por hora, más preferentemente al menos 5.000 kg de ciclohexanona por hora y lo más preferentemente al menos 10.000 kg de ciclohexanona por hora.

La ciclohexanona se prepara convencionalmente a partir de fenol mediante hidrogenación catalítica en un reactor de hidrogenación de fenol, p. ej. utilizando un catalizador de platino o paladio. La reacción puede llevarse a cabo en la fase líquida o en la fase de vapor. [Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, p. ej. 3ª edición, Vol. 7 (1979) p. 410-416; I. Dodgson et al. "A low Cost Phenol to Cyclohexanone Process", Chemistry & Industry, 18, December 1989, p. 830-833; o MT. Musser "Cyclohexanol and Cyclohexanone", Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry (7ª Edición, 2007), (en lo sucesivo "Musser").

El proceso para la hidrogenación de fenol a los dos productos principales, ciclohexanona y ciclohexanol, puede describirse mediante las siguientes ecuaciones estequiométricas:



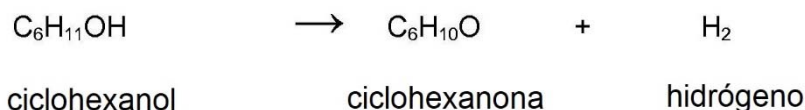
y



35 En los procesos convencionales, generalmente se debe hacer un compromiso entre el rendimiento del producto deseado (ciclohexanona y/o ciclohexanol formado como un porcentaje de la alimentación de fenol) y la selectividad de la reacción (ciclohexanona y/o ciclohexanol formado como un porcentaje de fenol que se ha convertido). Como se describe en las publicaciones identificadas anteriormente, en el presente documento intervienen varios factores, incluyendo la temperatura, la elección del catalizador y la relación de alimentación hidrógeno/fenol.

40 Un proceso convencional para la preparación y recuperación de ciclohexanona a partir de materia prima de fenol se describe en Musser o en el documento US 3.305.586. Tal proceso consta de dos u opcionalmente tres secciones. La ciclohexanona se prepara en una sección de reacción de hidrogenación de fenol. En la sección de reacción de hidrogenación de fenol, una corriente de fenol fresca se hidrogena en un proceso en fase de vapor o en un proceso en fase líquida. Desde esta sección de reacción de hidrogenación de fenol se descarga una corriente de purga gaseosa que comprende hidrógeno y opcionalmente sustancias inertes como nitrógeno y/o metano, y una corriente de producto de la sección de reacción de hidrogenación de fenol que comprende ciclohexanona y ciclohexanol, fenol y productos secundarios. En una sección de separación y purificación, la ciclohexanona se separa de la corriente de producto de la sección de reacción de hidrogenación de fenol. Opcionalmente, el ciclohexanol coproducido se convierte en ciclohexanona en una sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol.

50 El proceso para la deshidrogenación de ciclohexanol a ciclohexanona se puede describir mediante la siguiente ecuación estequiométrica:



Generalmente, esta reacción de deshidrogenación endotérmica se realiza en la fase gaseosa. Se pueden aplicar varios catalizadores para esta reacción de deshidrogenación incluyendo catalizadores a base de cobre y/o zinc, incluyendo catalizadores que comprenden $\text{CuCrO}_4 \cdot 2\text{CuO} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, CuMgO , CuZnO , CuCrO , CuCrMnV y ZnO .

La ciclohexanona se recupera normalmente mediante un proceso de destilación como un producto rico en ciclohexanona (generalmente muy rico $\geq 90\%$ en peso) o como un producto esencialmente puro ($\geq 99\%$ en peso). Para la producción de nylon de alta calidad, se desea una pureza de al menos $99,5\%$ en peso y más preferentemente al menos $99,8\%$ en peso de ciclohexanona.

En 2008 Alexandre C. Dimian and Costin Sorin Bildea (Capítulo 5: "Phenol Hydrogenation to Cyclohexanone" en "Chemical Process Design: Computer-Aided Case Studies", 2008, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGa, Weinheim, ISBN: 978-3-527-31403-4) se describe un consumo total de vapor para la sección de reacción de hidrogenación de fenol y la sección de separación y purificación de $1,40 \text{ kg}$ de vapor por kg de producto. Además, la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol requirió $0,49 \text{ MJ}$ de calor a alta temperatura por kg de producto (2010 kW de calor para una producción de $4,1 \text{ kg}$ de producto por segundo). En su caso, el producto era ciclohexanona con una pureza del 98% en moles.

Por lo tanto, en su caso, la producción de ciclohexanona a partir de fenol requirió $1,40 \text{ kg}$ de vapor por kg de producto más $0,49 \text{ MJ}$ de calor por kg de producto.

A partir de estas cifras, el consumo neto de energía de su proceso puede calcularse después de convertir la cifra de consumo de vapor presentada en una cifra de consumo de energía. A.C. Dimian et al. dan en la página 158 (línea 9) para la entalpía de vaporización de agua en vapor un valor de $2,083 \text{ MJ/kg}$ de vapor. Usando este valor, el consumo neto de energía de su proceso puede expresarse en aproximadamente $3,4 \text{ MJ}$ ($= 1,40 * 2,083 + 0,49$) por kg de producto.

En el caso de que el calor de $0,49 \text{ MJ}$ por kg de producto que se requiere en su proceso se suministre mediante calentamiento por vapor, también es posible calcular el consumo neto de vapor de su proceso. Entonces, el consumo neto de vapor de su proceso es de aproximadamente $1,6 \text{ kg}$ ($= 1,40 + 0,49 / 2,083$) de vapor por kg de producto. Cabe señalar que el estudio de integración energética realizado por A.C. Dimian et al. se basa en un diagrama de flujo para la separación de líquidos mediante secuenciación indirecta en la que el azeótropo de fenol no se destila por encima.

Un problema con la técnica anterior es que el consumo neto de energía para la producción de ciclohexanona pura a partir de fenol por kg de producto es alto y puede ser fácilmente superior a 3 MJ de calor por kg de producto. Y en el caso de que todo el calor sea suministrado por vapor, el consumo neto de vapor puede ser fácilmente superior a $1,5 \text{ kg}$ de vapor por kg de producto. Un alto consumo neto de calor por kg de producto y/o un alto consumo neto de vapor por kg de producto no solo tiene un impacto negativo en la huella de carbono del proceso, sino que también tiene un impacto negativo en los costos variables de producción de ciclohexanona. Un problema adicional con la técnica anterior es que el producto obtenido tiene una pureza de solo 98% en moles, lo que es equivalente a casi el 98% en peso, porque el ciclohexanol es la impureza principal en el producto. La purificación adicional del producto obtenido a un producto con una pureza de $99,5\%$ en peso o incluso $99,95\%$ en peso aumentará aún más el consumo neto de calor por kg de producto y/o el consumo neto de vapor por kg de producto.

Por lo tanto, es un objetivo de la presente invención proporcionar un proceso a escala industrial para la preparación de ciclohexanona pura, en donde los inconvenientes anteriores se superan o al menos se alivian.

Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es proporcionar un proceso para preparar ciclohexanona pura con una pureza de al menos $99,5\%$ en peso que tiene un consumo neto de energía por kg de producto que es inferior a lo que se conoce. La ciclohexanona producida con dicho proceso tendrá una huella de carbono mejorada y se reducirán los costos variables de la ciclohexanona producida. Además, la ciclohexanona producida cumple con las especificaciones requeridas para la producción de nylon de alta calidad.

Las deficiencias mencionadas anteriormente se resuelven en la presente invención donde se combina un consumo de energía neto reducido por kg de producto y/o consumo de vapor neto por kg de producto con la producción de un producto con una mayor pureza para un proceso en el que al menos 98% (mol/mol) del fenol fresco suministrado se convierte en producto (ciclohexanona). Preferentemente, incluso más del 99% (mol/mol) del fenol fresco suministrado se convierte en producto. Incluso más preferentemente, incluso más del $99,5\%$ (mol/mol) del fenol fresco suministrado se convierte en producto.

El consumo neto de energía por kg de producto se reduce mediante la siguiente combinación de I) una alta conversión de fenol por paso en la sección de reacción de hidrogenación de fenol; II) una alta relación entre ciclohexanona y ciclohexanol en la mezcla de reacción que sale de la sección de reacción de hidrogenación de fenol; III) una alta selectividad por pase hacia la ciclohexanona en la sección de reacción de hidrogenación de fenol; y IV) un alto grado de integración del calor en el proceso para la producción, recuperación y purificación de ciclohexanona y opcionalmente en el proceso para la deshidrogenación de ciclohexanol. La pureza del producto se ha incrementado mediante la implementación de una sección de destilación con una mayor eficiencia de purificación.

Por tanto, de acuerdo con la invención se proporciona un proceso continuo a escala industrial para la producción y recuperación de ciclohexanona a partir de fenol e hidrógeno, comprendiendo dicho proceso:

I) hidrogenar fenol en un reactor de hidrogenación de fenol en una sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] con hidrógeno gaseoso, en presencia de catalizador que comprende platino y/o paladio, de modo que se produce calor de reacción y de la cual se descarga una corriente de producto hidrogenado;

II) separar la ciclohexanona de dicha corriente de producto hidrogenado en una sección de separación y purificación [II] mediante múltiples etapas que comprenden:

i. retirar en una primera sección de destilación, componentes con un punto de ebullición inferior al de la ciclohexanona;

ii. retirar en una segunda sección de destilación ciclohexanona;

iii. retirar en una tercera sección de destilación una fase rica en ciclohexanol; y

iv. retirar en una cuarta sección de destilación una mezcla que comprende fenol y ciclohexanol;

en donde dicha ciclohexanona tiene un contenido de ciclohexanol inferior a 5000 ppm (peso/peso); en donde al menos algo del calor de reacción producido en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] se aplica para la producción de vapor; y

en donde la mezcla que comprende fenol y ciclohexanol que se retira en la etapa iv) se carga en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I];

caracterizado por que en a) y b) se cumple que:

a. la relación molar entre ciclohexanona y fenol que se carga a dicho reactor de hidrogenación de fenol es de 0,02 a 0,10; y

b. la relación molar entre ciclohexanol y fenol que se carga a dicho reactor de hidrogenación de fenol es de 0,001 a 0,10.

Preferentemente, a. la relación molar entre ciclohexanona y fenol que se carga a dicho reactor de hidrogenación de fenol es de 0,02 a 0,08; más preferentemente de 0,03 a 0,07; aún más preferentemente de 0,03 a 0,05; por ejemplo, aproximadamente 0,04.

Preferentemente, la relación molar entre ciclohexanol y fenol que se carga a dicho reactor de hidrogenación de fenol es de 0,002 a 0,05; más preferentemente de 0,003 a 0,04; por ejemplo, aproximadamente 0,01.

Preferentemente, la relación molar entre ciclohexanona y fenol que se carga a dicho reactor de hidrogenación de fenol es de 0,02 a 0,10, y la relación molar entre ciclohexanol y fenol que se carga a dicho reactor de hidrogenación de fenol es de 0,001 a 0,10.

Preferentemente, el proceso comprende además la deshidrogenación de ciclohexanol en ciclohexanona e hidrógeno en una sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III]. Preferentemente, el hidrógeno producido en la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] se carga en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I].

Preferentemente, la relación molar entre ciclohexanona y ciclohexanol en la corriente de producto hidrogenado descargada en la etapa I) es mayor de 10. Más preferentemente, la relación molar entre ciclohexanona y ciclohexanol en la corriente de producto hidrogenado descargada en la etapa I) es mayor de 20; aún más preferentemente mayor de 40; lo más preferentemente mayor de 80. Preferentemente, la relación molar entre ciclohexanona y fenol en la corriente de producto de hidrogenación descargada en la etapa I) es mayor de 10. Más preferentemente la relación molar entre ciclohexanona y fenol en la corriente de producto de hidrogenación descargada en la etapa I) es mayor de 20; aún más preferentemente mayor de 40; lo más preferentemente mayor de 80.

En el proceso de la presente invención, en la etapa II), preferentemente cada uno independientemente de i, ii, iii y iv implica retirar por encima el producto especificado. El proceso de la presente invención, en la etapa II), preferentemente implica: i. retirar por encima en una primera sección de destilación, componentes con un punto de ebullición inferior al de la ciclohexanona. El proceso de la presente invención, en la etapa II), preferentemente implica: ii. retirar por encima en una segunda sección de destilación ciclohexanona. El proceso de la presente invención, en la etapa II), preferentemente implica: iii. retirar por encima en una tercera sección de destilación una fase rica en ciclohexanol. El proceso de la presente invención, en la etapa II), preferentemente implica: iv. retirar por encima en una cuarta sección de destilación una mezcla que comprende fenol y ciclohexanol. En consecuencia, preferentemente,

de acuerdo con la invención se proporciona un proceso continuo a escala industrial para la producción y recuperación de ciclohexanona a partir de fenol e hidrógeno, comprendiendo dicho proceso:

- 5 I) hidrogenar fenol en un reactor de hidrogenación de fenol en una sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] con hidrógeno gaseoso, en presencia de catalizador que comprende platino y/o paladio, de modo que se produce calor de reacción y de la cual se descarga una corriente de producto hidrogenado;
- II) separar la ciclohexanona de dicha corriente de producto hidrogenado en una sección de separación y purificación [II] mediante múltiples etapas que comprenden:

- 10 i. retirar por encima en una primera sección de destilación, componentes con un punto de ebullición inferior al de la ciclohexanona;
- ii. retirar por encima en una segunda sección de destilación ciclohexanona;
- iii. retirar por encima en una tercera sección de destilación una fase rica en ciclohexanol; y
- 15 iv. retirar por encima en una cuarta sección de destilación una mezcla que comprende fenol y ciclohexanol;

en donde dicha ciclohexanona tiene un contenido de ciclohexanol inferior a 5000 ppm (peso/peso);
 en donde al menos algo del calor de reacción producido en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] se aplica para la producción de vapor; y
 en donde la mezcla que comprende fenol y ciclohexanol que se retira por encima en la etapa iv) se carga en la sección
 20 de reacción de hidrogenación de fenol [I];
 caracterizado por que se cumplen las condiciones a) y b):

a. la relación molar entre ciclohexanona y fenol que se carga a dicho reactor de hidrogenación de fenol es de 0,02 a 0,10; y

25 b. la relación molar entre ciclohexanol y fenol que se carga a dicho reactor de hidrogenación de fenol es de 0,001 a 0,10.

30 La primera sección de destilación va seguida de la segunda sección de destilación, la cual va seguida de la tercera sección de destilación, la cual va seguida de la cuarta sección de destilación. Preferentemente, la primera sección de destilación va seguida directamente de la segunda sección de destilación, la cual va seguida directamente de la tercera sección de destilación, la cual va seguida directamente de la cuarta sección de destilación.

35 De acuerdo con la presente invención, la ciclohexanona como se retira en la segunda sección de destilación se define como que comprende menos de 5000 ppm (peso/peso) de ciclohexanol, más preferentemente menos de 4000 ppm (peso/peso) de ciclohexanol, aún más preferentemente menos de 3000 ppm (peso/peso) de ciclohexanol, además preferentemente menos de 2000 ppm (peso/peso) de ciclohexanol, y lo más preferentemente menos de 1000 ppm (peso/peso) de ciclohexanol. Para mayor claridad, 2000 ppm (peso/peso) de ciclohexanol es 0,2 % en peso de ciclohexanol.

40 La pureza de la ciclohexanona se define como que es 100 % menos el contenido de ciclohexanol. Por lo tanto, en esta definición se desprecian las impurezas diferentes al ciclohexanol.

45 La ciclohexanona que comprende 2000 ppm (peso/peso) de ciclohexanol, lo cual es 0,2 en peso de ciclohexanol, tiene una pureza de 99,8 % en peso.

Preferentemente, la ciclohexanona resultante tiene una pureza de al menos 99,8 % en peso.

50 De acuerdo con la invención preferentemente al menos más del 30 %, más preferentemente más del 40 %, aún más preferentemente más del 50 %, además preferentemente más del 65 %, incluso aún más preferentemente más del 80 % y lo más preferentemente más del 90 % del calor de reacción producido en la sección de reacción de hidrogenación de fenol se aplica para la producción de vapor. Esta producción de vapor se puede usar en el proceso de la invención o se puede usar para otras aplicaciones. Preferentemente, el vapor producido se usa para transferir energía para impulsar uno o más calderines en las diversas secciones de destilación o en la sección de reacción de
 55 deshidrogenación de ciclohexanol, o ambas.

La corriente de producto hidrogenado resultante comprende fenol, hidrógeno, sustancias inertes y fenol hidrogenado. Preferentemente, el fenol se hidrogena en un proceso en fase de vapor.

60 La conversión de fenol por paso en una sección de reacción de hidrogenación de fenol en funcionamiento continuo se define como $(\text{fenol}^{\text{entra}} - \text{fenol}^{\text{sale}}) / \text{fenol}^{\text{entra}}$, de modo que el $\text{fenol}^{\text{entra}}$ es el caudal de fenol que se carga en la sección de reacción de hidrogenación de fenol, expresado en mol/s, y el $\text{fenol}^{\text{sale}}$ es el caudal de fenol que se descarga de la sección de reacción de hidrogenación de fenol, expresado en mol/s.

65 La selectividad por paso en una sección de reacción de hidrogenación de fenol en funcionamiento continuo se define

como $(\text{ciclohexanona}^{\text{sale}} - \text{ciclohexanona}^{\text{entra}}) / (\text{fenol}^{\text{entra}} - \text{fenol}^{\text{sale}})$, de modo que la ciclohexanona^{entra} es el caudal de ciclohexanona que se carga en la sección de reacción de hidrogenación de fenol, expresado en mol/s, la ciclohexanona^{sale} es el caudal de ciclohexanona que se descarga de la sección de reacción de hidrogenación de fenol, expresado en mol/s, el fenol^{entra} es el caudal de fenol que se carga en la sección de reacción de hidrogenación de fenol, expresado en mol/s, y el fenol^{sale} es el caudal de fenol que se descarga de la sección de reacción de hidrogenación de fenol, expresado en mol/s.

Preferentemente la selectividad por paso en la sección de reacción de hidrogenación de fenol es mayor de 90 %. Más preferentemente es mayor de 91 %, por ejemplo, mayor de 92 %, 93 %, 94 %, 95 % o 96 %.

Preferentemente la conversión de fenol por paso en la sección de reacción de hidrogenación de fenol es mayor de 86 %. Más preferentemente es mayor de 88 %; por ejemplo, mayor de 90 %, 92 %, 94 %, 96 %.

Una fase rica en ciclohexanol se define como una fase con un contenido de ciclohexanol de más de 50 % en peso, preferentemente más de 75 % en peso y aún más preferentemente más de 85 % en peso.

Una fase orgánica rica en ciclohexanona se define como una fase con un contenido de ciclohexanona de más de 98 % en peso, preferentemente más de 99 % en peso y aún más preferentemente más de 99,5 % en peso.

La ciclohexanona se produce económicamente con alta conversión de fenol, alta selectividad del producto, alta pureza del producto final y un consumo reducido de energía neta.

En la sección de reacción de hidrogenación de fenol, se obtienen ciclohexanona y ciclohexanol en un proceso continuo mediante hidrogenación catalítica de fenol. El catalizador de hidrogenación aplicado puede ser en principio cualquier catalizador de hidrogenación (con soporte) capaz de catalizar la hidrogenación de fenol. Habitualmente, el catalizador de hidrogenación (con soporte) comprende uno o más metales catalíticamente activos y comprende un promotor. Dicho metal o metales se pueden seleccionar en particular del grupo de paladio, platino, rutenio, rodio, iridio, rubidio y osmio. El paladio, el platino o una combinación de los mismos son metales catalíticamente activos preferidos, en particular para la hidrogenación de fenol, especialmente para la hidrogenación en ciclohexanona o una mezcla de ciclohexanona y ciclohexanol, en donde la ciclohexanona es el componente principal de estos dos. En principio, se puede usar cualquier soporte que sea adecuado para usar en la hidrogenación del compuesto de interés, en combinación con el material catalítico que soporta. Los soportes adecuados en particular pueden seleccionarse del grupo de alúmina, carbono activado, óxido de titanio, carbonato de calcio y negro de carbón. Otro soporte que puede usarse es sílice. Particularmente preferido para una buena estabilidad del soporte en condiciones de reacción y/o una conversión mejorada es un soporte seleccionado del grupo de alúmina y carbono activado.

La alúmina se prefiere particularmente como soporte para una realización en donde el fenol a hidrogenar se alimenta al reactor como un vapor.

El carbono activado se prefiere particularmente como soporte para una realización en donde el fenol a hidrogenar se alimenta al reactor como un líquido.

Preferentemente, el catalizador de hidrogenación aplicado es un catalizador con soporte, que comprende un promotor que comprende una sal de metal alcalino o de metal alcalinotérreo. Preferentemente, el catalizador de hidrogenación aplicado es un catalizador con soporte, que comprende un promotor seleccionado del grupo de hidróxidos de metal alcalino, hidróxidos de metal alcalinotérreo, óxidos de metal alcalinotérreo, (bi)carbonatos de metales alcalinos y (bi)carbonatos de metales alcalinotérreos.

Se agregan promotores para aumentar la vida útil de la actividad y la selectividad para el producto deseado del catalizador. Un tiempo de vida corto, es decir, una alta tasa de desactivación, significa una alta frecuencia de interrupción del proceso para regenerar o reemplazar el catalizador, por supuesto, reduciendo los tiempos de operación y aumentando los costos. Una selectividad menor significa que una fracción mayor del fenol se convierte en productos distintos de la ciclohexanona.

Una combinación catalizador/soporte/promotor más preferida es el paladio sobre soporte de alúmina. Opcionalmente, se añade como promotor Na en forma de NaHCO_3 .

La combinación catalizador/soporte/promotor más preferida es 1 % en peso de paladio sobre soporte de alúmina, con 1 % en peso de Na (como NaHCO_3) añadido como promotor.

El reactor de hidrogenación utilizado en la sección de reacción de hidrogenación de fenol puede ser cualquier tipo de reactor adecuado para la hidrogenación del compuesto a hidrogenar, en particular cualquier reactor adecuado para la hidrogenación de fenol. Por ejemplo, el reactor puede seleccionarse de reactores de lecho empaquetado, reactores de suspensión, reactores de intercambio de calor de carcasa y tubos con catalizador en tubos y con generación de

vapor, y cualquier otro tipo de reactor adecuado. Lo más preferentemente, la hidrogenación de acuerdo con la invención se lleva a cabo en un reactor de intercambio de calor de carcasa y tubos. Lo más preferentemente, en dicho reactor de intercambio de calor de carcasa y tubos, los tubos se llenan con un catalizador con soporte. Lo más preferentemente, dicho reactor de intercambio de calor de carcasa y tubos se alimenta con agua, p. ej. la caldera se alimenta con agua o un condensado, hasta el volumen fuera de los tubos para la retirada del calor de reacción, de modo que se produce vapor. Opcionalmente, este vapor que se produce se utiliza con fines de calentamiento.

La sección de separación y purificación habitualmente comprende varias secciones de destilación. Una sección de destilación, como se usa en el presente documento, es una instalación que comprende una columna de destilación o una pluralidad de columnas de destilación en paralelo, teniendo cada una la misma funcionalidad, algunas de las cuales pueden ser columnas de destilación en vacío. Además, esta sección puede comprender otras partes típicas de las unidades de destilación, como calderines y condensadores.

El consumo neto de energía de un proceso, expresado en MJ por kg de ciclohexanona producida, se define como la suma de la energía consumida por los consumidores de energía menos la suma de la energía producida por los productores de energía. Los consumidores de energía se definen como etapas del proceso en las cuales el calor del exterior de la etapa del proceso se carga a la etapa del proceso a través de uno o más intercambiadores de calor. Los productores de energía se definen como etapas del proceso en las cuales el calor del interior de la etapa del proceso se descarga de una etapa del proceso a través de uno o más intercambiadores de calor.

El consumo neto de vapor, expresado en kg de vapor por kg de ciclohexanona producida, se define como la suma del vapor consumido por los consumidores de vapor menos la suma del vapor producido por los productores de vapor. Los consumidores de vapor se definen como etapas del proceso en las cuales el vapor del exterior de la etapa del proceso se carga a la etapa del proceso a través de uno o más intercambiadores de calor. Los productores de vapor se definen como etapas del proceso en las cuales el vapor del interior de la etapa del proceso se descarga de una etapa del proceso a través de uno o más intercambiadores de calor.

Preferentemente en la presente invención, para alcanzar una pureza de ciclohexanona de 99,5 % en peso, el consumo neto de energía expresado en MJ por kg de ciclohexanona producida es menos de 3 MJ/kg de ciclohexanona producida. Más preferentemente es menos de 2,5 MJ/kg de ciclohexanona producida, por ejemplo, menos de 2 MJ/kg o menos de 1,7 MJ/kg.

Preferentemente en la presente invención, para alcanzar una pureza de ciclohexanona de 99,5 % en peso, el consumo neto de vapor, expresado en kg de vapor por kg de ciclohexanona producida es menos de 1,5 kg de vapor por kg de ciclohexanona producida. Más preferentemente es menos de 1,0 kg de vapor por kg de ciclohexanona producida, por ejemplo, menos de 0,8 kg de vapor/kg.

El consumo neto de energía de un proceso también se puede expresar en kg de vapor por kg de ciclohexanona producida. Como factor de conversión, debe usarse la entalpía (promedio) de vaporización de agua en vapor, expresado en MJ/kg de vapor, lo cual es conocido por un experto en la materia. También se describe en el presente documento una planta química para un proceso continuo a escala industrial para la producción y recuperación de ciclohexanona a partir de fenol e hidrógeno, comprendiendo dicha planta:

I) una sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] que comprende un reactor de hidrogenación de fenol en el cual el fenol se hidrogena con hidrógeno gaseoso, en presencia de un catalizador que contiene platino y/o paladio, de modo que se produce calor de reacción y de la cual se descarga una corriente de producto hidrogenado; II) una sección de separación y purificación [II] en la cual se separa la ciclohexanona de dicha corriente de producto hidrogenado mediante múltiples etapas que comprenden:

- i. una primera sección de destilación, en la cual se separan los componentes con un punto de ebullición inferior al de la ciclohexanona;
- ii. una segunda sección de destilación, en la cual se retira la ciclohexanona;
- iii. una tercera sección de destilación, en la cual se retira una fase rica en ciclohexanol; y
- iv. una cuarta sección de destilación, en la cual se retira una mezcla que comprende fenol y ciclohexanol;

en donde dicha ciclohexanona tiene un contenido de ciclohexanol inferior a 5000 ppm (peso/peso); en donde al menos algo del calor de reacción producido en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] se aplica para la producción de vapor; y en donde la mezcla que comprende fenol y ciclohexanol que se retira en la etapa iv) se carga en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I]; caracterizado por que se cumplen las condiciones a) y b):

- a. la relación molar entre ciclohexanona y fenol que se carga a dicho reactor de hidrogenación de fenol es de 0,02 a 0,10; y
- b. la relación molar entre ciclohexanol y fenol que se carga a dicho reactor de hidrogenación de fenol es de 0,001 a 0,10.

Normalmente, la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] comprende:

- sección de intercambiador de calor calentada con vapor [a], para calentar una alimentación de fenol fresco;
- 5 - sección de evaporación calentada con vapor [b], para evaporar el fenol;
- sección de intercambiador de calor calentada con vapor [c], para calentar una alimentación de hidrógeno fresco;
- unidad de purificación de hidrógeno [d], para purificar una alimentación de hidrógeno fresco convirtiendo catalíticamente CO y retirado H₂S mediante un adsorbente;
- sección de intercambiador de calor calentada con vapor [e], para calentar una alimentación de fenol evaporado y
- 10 gas hidrógeno;
- sección de hidrogenación de fenol [f], para la hidrogenación de la fase gaseosa de fenol y la generación de vapor a partir del agua de refrigeración,
- sección de intercambiador de calor [g], para la transferencia de calor de la corriente de producto de hidrogenación a una alimentación de reciclado de hidrógeno;
- 15 - sección de intercambiador de calor [h], para recuperar el calor de la corriente de producto de hidrogenación de fenol;
- sección de intercambiador de calor enfriada con agua [i], para enfriar la corriente de producto de hidrogenación de fenol;
- sección de separación gas-líquido [j], para separar el gas hidrógeno de la corriente de producto de hidrogenación
- 20 de fenol;
- sección de compresión [k], para comprimir el gas hidrógeno separado; y
- (opcionalmente) sección de intercambiador de calor [m] para enfriar el gas hidrógeno comprimido.

Preferentemente, la sección de hidrogenación de fenol [I] comprende uno o más reactores de hidrogenación de tipo carcasa y tubo para la hidrogenación de fenol en la fase de vapor que, en el caso de dos o más, funcionan en paralelo y se usa agua como refrigerante para formar vapor.

Preferentemente, la sección de intercambiador de calor [h] es para recuperar el calor de la corriente de producto de hidrogenación de fenol y transferirlo a una sección de deshidrogenación de ciclohexanol.

Breve descripción de los dibujos

- La figura 1 ilustra esquemáticamente un proceso para la preparación y recuperación de ciclohexanona a partir de fenol de acuerdo con la invención.
- 35 La figura 2 ilustra esquemáticamente una realización de una sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] de acuerdo con la invención.
- La figura 3 ilustra esquemáticamente una realización de una sección de separación y purificación [II] de acuerdo con la invención.
- 40 La figura 4 ilustra esquemáticamente una realización de una sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] de acuerdo con la invención.

Descripción detallada de los dibujos

En la figura 1 se muestra esquemáticamente un proceso para la preparación y recuperación de ciclohexanona a partir de fenol. Dicho proceso generalmente consiste en dos secciones con una tercera sección opcional. Se muestran las tres secciones.

La ciclohexanona se prepara en una sección de reacción de hidrogenación de fenol [I]. En la sección de separación y purificación [II] se recupera la ciclohexanona.

50 En la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] opcional, el ciclohexanol se convierte catalíticamente en ciclohexanona e hidrógeno.

Esta sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] en particular comprende un reactor de hidrogenación (que durante el uso se suministra con una corriente de hidrógeno a través del conducto [A], una corriente de fenol fresco a través del conducto [B] y una corriente que comprende fenol reciclado a través del conducto [E]) y puede comprender equipos adicionales. Ver por ejemplo la Figura 1 en Musser, o en el documento US 3.305.586. La hidrogenación puede tener lugar en un proceso en fase de vapor o en un proceso en fase líquida. Desde esta sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] se descarga una corriente de purga gaseosa que comprende hidrógeno y opcionalmente sustancias inertes como nitrógeno y/o metano a través del conducto [C] y una corriente de producto de la sección de

60 reacción de hidrogenación de fenol que comprende ciclohexanona, fenol y productos secundarios, tales como ciclohexanol se descarga a través del conducto [D]. La corriente de producto de la sección de reacción de hidrogenación de fenol se suministra a través del conducto [D] a la sección de separación y purificación [II]. En una sección de separación y purificación [II] se recuperan habitualmente ciclohexanona, fenol y productos secundarios, tales como ciclohexanol. Opcionalmente, una corriente de producto de la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] que comprende ciclohexanol y ciclohexanona se suministra a través del conducto [K] a la sección de separación y purificación [II], para la recuperación adicional de ciclohexanona y productos secundarios, tales como

65

ciclohexanol.

Desde esta sección de separación y purificación [II] se descarga una corriente que comprende fenol reciclado a través del conducto [E], una corriente de componentes ligeros, que opcionalmente comprende benceno, ciclohexano y agua, se descarga a través del conducto [F], una corriente de ciclohexanona se descarga a través del conducto [G], una corriente de componentes pesados que comprende fenol y componentes de un grado de ebullición superior se descarga a través del conducto [H], y una corriente que comprende ciclohexanol se descarga a través del conducto [J]. Opcionalmente, la corriente que comprende ciclohexanol se suministra a través del conducto [J] a la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III]. Opcionalmente, la corriente que comprende ciclohexanol se descarga del proceso para la preparación y recuperación de ciclohexanona de la materia prima de fenol y se usa como tal o se suministra a otro proceso (no mostrado en la Figura 1).

Una sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] generalmente comprende un reactor de deshidrogenación y uno o más intercambiadores de calor. En la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol, el ciclohexanol se convierte catalíticamente en ciclohexanona e hidrógeno. En general, la deshidrogenación del ciclohexanol es una reacción en fase gaseosa que se realiza a temperaturas superiores a 200 °C. Opcionalmente, la corriente de producto de la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol que comprende ciclohexanol y ciclohexanona se suministra a través del conducto [K] a la sección de separación y purificación [II]. El hidrógeno producido en la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] se descarga a través del conducto [L]. Opcionalmente, el hidrógeno producido en la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] se suministra a la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] (no mostrado en la Figura 1). Opcionalmente, el hidrógeno producido en la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] se suministra a otro proceso que consume hidrógeno (no mostrado en la Figura 1). Opcionalmente, el hidrógeno producido en la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] se suministra a una unidad de generación de calor (no mostrado en la Figura 1).

En la Figura 2 se muestra un esquema de una realización de acuerdo con la invención de una sección de reacción de hidrogenación de fenol [I].

Una corriente de fenol fresco se carga a través del conducto [1] y una corriente que comprende fenol reciclado se carga a través del conducto [2], formando así una corriente combinada que fluye a través del conducto [3]. La corriente que comprende fenol reciclado que se carga a través del conducto [2] se descarga desde la sección de separación y purificación [II] (conducto [E] en la Figura 1; conducto [2] en la Figura 3). La corriente combinada que fluye a través del conducto [3] se calienta en una sección de intercambiador de calor [a] y la corriente calentada obtenida se descarga a través del conducto [4] y se carga en la sección de evaporación [b]. La sección de intercambiador de calor [a] comprende uno o más intercambiadores de calor que funcionan en paralelo y/o en serie. Opcionalmente, el intercambiador de calor [a] está ausente o está desviado (no mostrado en la Figura 2).

El gas hidrógeno fresco se carga a través del conducto [5] a la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I]. En general, el hidrógeno fresco se origina en un craqueador de nafta, un reformador de metano o un proceso de electrólisis. En general, el gas hidrógeno fresco contiene componentes inertes como nitrógeno y/o metano. En caso de que el hidrógeno fresco contenga componentes dañinos, como CO y/o H₂S, entonces se requiere una etapa de purificación del gas hidrógeno. La presencia de estos componentes dañinos en el hidrógeno fresco puede ser temporal, p. ej. debido a condiciones inconvenientes en la unidad de producción de gas hidrógeno fresco, o puede ser permanente. En dicha etapa de purificación de hidrógeno, las impurezas nocivas pueden convertirse en componentes inertes o retirarse de la corriente de hidrógeno fresco.

El gas hidrógeno fresco se carga a través del conducto [5] a la sección de intercambiador de calor [c]. En la sección de intercambiador de calor [c], la temperatura del gas hidrógeno fresco se modifica a la temperatura requerida en la unidad de purificación de hidrógeno [d]. En general, en la sección de intercambiador de calor [c] aumenta la temperatura del gas hidrógeno fresco. El gas hidrógeno fresco modificado por temperatura se descarga de la sección de intercambiador de calor [c] a través del conducto [6] y se carga en la sección de purificación de hidrógeno [d]. La sección de intercambiador de calor [c] comprende uno o más intercambiadores de calor que funcionan en paralelo y/o en serie. Opcionalmente, la sección de intercambiador de calor [c] está ausente o está desviada (no mostrado en la Figura 2). La sección de purificación de hidrógeno [d] podría comprender uno o más catalizadores para la conversión de componentes dañinos en componentes inertes y/o uno o más adsorbentes para la retirada de componentes dañinos. En general, la sección de purificación de hidrógeno [d] comprende un catalizador para la conversión de CO y/o un adsorbente para la retirada de H₂S. El gas hidrógeno se descarga de la sección de purificación de hidrógeno [d] a través del conducto [7]. El gas hidrógeno en el conducto [7] y el gas hidrógeno reciclado en el conducto [23] se combinan, formando así una corriente que fluye a través del conducto [8], que se carga en la sección de evaporación [b]. La sección de purificación de hidrógeno [d] comprende una o más unidades de reacción y/o adsorción que funcionan en paralelo y/o en serie. Opcionalmente, la sección de hidrogenación [d] está ausente o está desviada (no mostrado en la Figura 2).

En la sección de evaporación [b], prácticamente todos los componentes que ingresaron por el conducto [4] y por el conducto [8] se evaporan. Una corriente de componentes gaseosos se descarga de la sección de evaporación [b] a

través del conducto [10]. Una pequeña cantidad de los componentes que entraron por el conducto [4] y por el conducto [8] no se evapora y se descarga (ya sea de forma continua o discontinua) desde la sección de evaporación [b] a través del conducto [9]. En general, la sección de evaporación [b] se calienta con vapor. En general, la sección de evaporación [b] comprende un dispositivo, p. ej. un desnebulizador de malla de alambre, para retirar las gotas arrastradas de la corriente de componentes gaseosos que se descarga. La sección de evaporación [b] comprende uno o más evaporadores que funcionan en paralelo y/o en serie. Opcionalmente, la corriente de componentes gaseosos en el conducto [10] se ajusta a la temperatura en la sección de intercambiador de calor [e]. En general, en la sección de intercambiador de calor [e] se eleva la temperatura de la corriente de componentes gaseosos. La corriente ajustada por temperatura se descarga de la sección de intercambiador de calor [e] a través del conducto [11]. La sección de intercambiador de calor [e] comprende uno o más intercambiadores de calor que funcionan en paralelo y/o en serie. Opcionalmente, parte del agua, p. ej. en forma de vapor, se agrega a través del conducto [12] a la corriente en el conducto [11], formando así una corriente que fluye a través del conducto [13], que se carga en la sección de hidrogenación de fenol [f]. La sección de hidrogenación de fenol [f] consiste en uno o más reactores de hidrogenación que funcionan en serie y/o en paralelo. En la sección de hidrogenación de fenol [f], se obtienen ciclohexanona y ciclohexanol en un proceso continuo mediante hidrogenación catalítica de fenol.

Para mayor claridad, la sección de hidrogenación de fenol [f] es una de las secciones dentro de la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I].

Una mezcla de gases que comprende hidrógeno, fenol, ciclohexanona y ciclohexanol se descarga de la sección de hidrogenación de fenol [f] a través del conducto [14]. En la sección de intercambiador de calor [g], esta mezcla de gases se intercambia por calor con una mezcla de gases que comprende hidrógeno que se carga en la sección de intercambiador de calor [g] a través del conducto [22]. En la sección de intercambiador de calor [g], la mezcla de gases que se carga a través del conducto [14] se enfría, mientras que la mezcla de gases que comprende hidrógeno que se carga a través del conducto [22] se calienta. La mezcla gaseosa enfriada que comprende hidrógeno, fenol, ciclohexanona y ciclohexanol se descarga de la sección de intercambiador de calor [g] a través del conducto [15]. La sección de intercambiador de calor [g] comprende uno o más intercambiadores de calor que funcionan en paralelo y/o en serie. Opcionalmente, la sección de intercambiador de calor [g] está ausente o está desviada (no mostrado en la Figura 2). La mezcla gaseosa enfriada que comprende hidrógeno, fenol, ciclohexanona y ciclohexanol se transporta a través del conducto [15] y se carga en la sección de intercambiador de calor [h], en donde se enfría adicionalmente, de modo que opcionalmente una fracción del fenol, de la ciclohexanona y del ciclohexanol se condensa. Opcionalmente, como refrigerante, se utiliza un flujo de proceso de la sección de separación y purificación [II] o de la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] (no mostrada en la Figura 2). Preferentemente, el flujo del proceso que se alimenta a la primera sección de destilación en la sección de separación y purificación [II] se usa como refrigerante, de modo que esa corriente se calienta (no mostrado en la Figura 2). La sección de intercambiador de calor [h] comprende uno o más intercambiadores de calor que funcionan en paralelo y/o en serie. Opcionalmente, la sección de intercambiador de calor [h] está ausente o está desviada (no mostrado en la Figura 2).

La mezcla enfriada adicionalmente que comprende hidrógeno, fenol, ciclohexanona y ciclohexanol se transporta a través del conducto [16] y se carga en la sección de intercambiador de calor [i], en donde se enfría adicionalmente, de modo que al menos una fracción del fenol, la ciclohexanona y el ciclohexanol se condensa en la sección de intercambiador de calor [i]. La sección de intercambiador de calor [i] comprende uno o más intercambiadores de calor que funcionan en paralelo y/o en serie. Una mezcla que comprende gas hidrógeno y fenol líquido, ciclohexanona y ciclohexanol se descarga de la sección de intercambiador de calor [i] a través del conducto [17] y se carga en la sección de separación gas-líquido [j]. La sección de separación gas-líquido [j] comprende uno o más separadores gas-líquido que funcionan en paralelo y/o en serie. Una mezcla líquida que comprende fenol, ciclohexanona y ciclohexanol se descarga de la sección de separación gas-líquido [j] a través del conducto [18] y se carga en la sección de separación y purificación [II] que se muestra en la Figura 3. Una mezcla de gases que comprende hidrógeno se descarga de la sección de separación gas-líquido [j] a través del conducto [19] y se carga a la sección de compresión [k]. La sección de compresión [k] comprende uno o más dispositivos para comprimir una mezcla de gases que funcionan en paralelo y/o en serie. La mezcla de gas comprimido se descarga de la sección de compresión [k] a través del conducto [20]. En general, la sección de separación gas-líquido [j] comprende un dispositivo, p. ej. un desnebulizador de malla de alambre, para retirar las gotas arrastradas de la corriente de componentes gaseosos que se descarga. La mezcla de gas comprimido que se descarga a través del conducto [20] se divide en una mezcla de gas comprimido que se transporta a través del conducto [21] y en una mezcla de gas comprimido que se transporta a través del conducto [22]. La mezcla de gas comprimido que se transporta a través del conducto [22] se carga en la sección de intercambiador de calor [g], donde se calienta. Opcionalmente, la sección de intercambiador de calor [g] está ausente o está desviada (no mostrado en la Figura 2). La mezcla de gas calentada, gas hidrógeno reciclado, se descarga a través del conducto [23] y luego se combina con el gas hidrógeno en el conducto [7].

La mezcla de gas comprimido que se transporta a través del conducto [21] se carga en la sección de intercambiador de calor [m], en donde la mezcla de gases comprimidos se enfría. El líquido formado en la sección de intercambiador de calor [m] se descarga a través del conducto [25] y se carga en la sección de separación gas-líquido [j]. La mezcla gaseosa enfriada obtenida en la sección de intercambiador de calor [m] se descarga a través del conducto [24]. En general, las mezclas de gases descargadas a través del conducto [24] comprenden hidrógeno y uno o más componentes inertes, como nitrógeno y/o metano. Opcionalmente, esta mezcla de gases descargada a través del

conducto [24] se utiliza como combustible.

En la Figura 3 se muestra un esquema de una realización de acuerdo con la invención de la sección de separación y purificación [II].

La mezcla líquida que comprende fenol, ciclohexanona y ciclohexanol que se descarga de la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] a través del conducto [18] (Figura 2) opcionalmente se puede combinar con una mezcla líquida que comprende ciclohexanona y ciclohexanol que se descarga de la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] a través del conducto [26] (Figura 4) formando así una corriente que fluye a través del conducto [27], que se carga en la sección de almacenamiento intermedio [n].

La sección de almacenamiento intermedio [n] comprende uno o más dispositivos de almacenamiento, p. ej. recipientes, tanques, contenedores. Opcionalmente, la sección de almacenamiento intermedio [n] está ausente o está desviada (no mostrado en la Figura 3). La mezcla líquida que comprende fenol, ciclohexanona y ciclohexanol que se descarga de la sección de almacenamiento intermedio [n] a través del conducto [28] se carga en la sección de intercambiador de calor [h], donde se calienta. En la sección de intercambiador de calor [h], la mezcla de gases enfriada que comprende hidrógeno, fenol, ciclohexanona y ciclohexanol que se transporta a través del conducto [15] (ver Figura 2) actúa como medio de calentamiento. El flujo calentado que se descarga de la sección de intercambiador de calor [h] se carga en una primera sección de destilación [o] a través del conducto [29]. La sección de intercambiador de calor [h] comprende uno o más intercambiadores de calor que funcionan en paralelo y/o en serie. Opcionalmente, la sección de intercambiador de calor [h] está ausente o está desviada (no mostrado en la Figura 3). Opcionalmente, la mezcla líquida transportada a través del conducto [29] se carga antes de la primera sección de destilación [o] se calienta en otra sección de intercambiador de calor (no mostrado en la Figura 3).

En la primera sección de destilación [o], los componentes ligeros, p. ej. el benceno y el agua se retiran de la alimentación que se carga a través del conducto [29], mientras que una mezcla que comprende ciclohexanona, fenol y ciclohexanol y componentes pesados se descargan desde la primera sección de destilación [o] como una fracción inferior a través del conducto [36] y se carga en la segunda sección de destilación [q]. La primera sección de destilación [o] comprende una o más columnas de destilación que funcionan en serie o en paralelo. Preferentemente, la primera sección de destilación [o] funciona a una presión inferior a 0,2 MPa. Preferentemente, la columna o columnas de destilación en la primera sección de destilación [o] están equipadas con bandejas y/o rellenos, más preferentemente con bandejas. La columna o columnas de destilación están equipadas con uno o más calderines. Preferentemente, dicho calderín es impulsado por vapor. Los vapores superiores se descargan desde la primera sección de destilación [o] a través del conducto [30] y se condensan en la sección de condensación [p]. En la sección de condensación [p] se obtienen tres fases: una fase gaseosa que comprende gas hidrógeno que se descarga a través del conducto [31], una fase acuosa que se descarga a través del conducto [32] y una fase orgánica que se descarga a través del conducto [33]. Opcionalmente, la fase gaseosa que comprende gas hidrógeno que se descarga a través del conducto [31] se envía a un incinerador (no mostrado en la Figura 3). Opcionalmente, la fase acuosa que se descarga a través del conducto [32] se envía a un sistema de tratamiento de aguas residuales (no mostrado en la Figura 3). La fase orgánica que se descarga a través del conducto [33] se divide y una parte se carga en la primera sección de destilación [o] como reflujo a través del conducto [34] y otra parte se descarga como componentes ligeros a través del conducto [35]. Opcionalmente, los compuestos ligeros que se descargan a través del conducto [35] se cargan en un tanque de compensación (no mostrado en la Figura 3). Opcionalmente, los componentes ligeros que se descargan a través del conducto [35] se envían a un incinerador (no mostrado en la Figura 3). La sección de condensación [p] comprende uno o más condensadores que funcionan en serie o en paralelo. Opcionalmente, la sección de condensación [p] comprende un separador líquido/líquido separado para separar la fase acuosa que se descarga a través del conducto [32] y la fase orgánica que se descarga a través del conducto [33].

En la segunda sección de destilación [q], la ciclohexanona se retira de la alimentación que se carga a través del conducto [36], mientras que una mezcla que comprende fenol y ciclohexanol y componentes pesados se descarga desde la segunda sección de destilación [q] como una fracción inferior a través del conducto [42] y se carga en la tercera sección de destilación [s]. La segunda sección de destilación [q] comprende una o más columnas de destilación que funcionan en serie o en paralelo. Preferentemente, la segunda sección de destilación [q] funciona a una presión inferior a 0,1 MPa. Preferentemente, la columna o columnas de destilación en la segunda sección de destilación [q] están equipadas con bandejas y/o rellenos, más preferentemente con rellenos. La columna o columnas de destilación están equipadas con uno o más calderines. Preferentemente, dicho calderín es impulsado por vapor.

Los vapores superiores se descargan desde la segunda sección de destilación [q] a través del conducto [37] y se condensan en la sección de condensación [r]. En la sección de condensación [r] se obtienen dos fases: una fase gaseosa que comprende gas nitrógeno y vapores de ciclohexanona que se descarga a través del conducto [38], y una fase orgánica rica en ciclohexanona que se descarga a través del conducto [39]. Opcionalmente, la fase gaseosa que comprende gas nitrógeno y vapores de ciclohexanona que se descarga a través del conducto [38] se envía a un incinerador (no mostrado en la Figura 3). La fase orgánica rica en ciclohexanona que se descarga a través del conducto [39] se divide y una parte se carga en la segunda sección de destilación [q] como reflujo a través del conducto [40] y otra parte se descarga como producto final a través del conducto [41]. En general, el producto final que se descarga a través del conducto [41] se carga en un tanque de producto final (no mostrado en la Figura 3). La sección de

condensación [q] comprende uno o más condensadores que funcionan en serie o en paralelo. Opcionalmente, la sección de condensación [q] comprende un recipiente de bomba desde el cual la fase orgánica rica en ciclohexanona se descarga a través del conducto [39].

- 5 En la tercera sección de destilación [s], el ciclohexanol se retira de la alimentación que se carga a través del conducto [42], mientras que una mezcla que comprende fenol y ciclohexanol y componentes pesados se descarga desde la tercera sección de destilación [s] como una fracción inferior a través del conducto [48] y se carga en la cuarta sección de destilación [u]. La tercera sección de destilación [s] comprende una o más columnas de destilación que funcionan en serie o en paralelo. Preferentemente, la tercera sección de destilación [s] funciona a una presión inferior a 0,1 MPa.
- 10 Preferentemente, la columna o columnas de destilación en la tercera sección de destilación [s] están equipadas con bandejas y/o rellenos, más preferentemente con rellenos por encima del punto de alimentación. La columna o columnas de destilación están equipadas con uno o más calderines. Preferentemente, dicho calderín es impulsado por vapor.
- 15 Los vapores superiores se descargan desde la tercera sección de destilación [s] a través del conducto [43] y se condensan en la sección de condensación [t]. En la sección de condensación [t] se obtienen dos fases: una fase gaseosa que comprende gas nitrógeno y vapores de ciclohexanol que se descarga a través del conducto [44], y una fase orgánica rica en ciclohexanol que se descarga a través del conducto [45]. Opcionalmente, la fase gaseosa que comprende gas nitrógeno y vapores de ciclohexanol que se descarga a través del conducto [44] se envía a un
- 20 incinerador (no mostrado en la Figura 3). La fase orgánica rica en ciclohexanol que se descarga a través del conducto [45] se divide y una parte se carga en la tercera sección de destilación [s] como reflujo a través del conducto [46] y otra parte se descarga a través del conducto [47]. La fase orgánica rica en ciclohexanol que se descarga a través del conducto [47] se carga en la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] (Figura 4). Opcionalmente, una fracción o toda la fase orgánica rica en ciclohexanol que se descarga a través del conducto [47] se descarga al
- 25 exterior del proceso para la preparación y recuperación de ciclohexanona del fenol (no mostrado en la Figura 3). La sección de condensación [t] comprende uno o más condensadores que funcionan en serie o en paralelo. Opcionalmente, la sección de condensación [t] comprende un recipiente de bomba desde el cual la fase orgánica rica en ciclohexanol se descarga a través del conducto [45]. En la cuarta sección de destilación [u], el ciclohexanol y el fenol se retiran de la alimentación que se carga a través del conducto [48], mientras que una mezcla que comprende fenol y componentes pesados se descarga de la cuarta sección de destilación [u] como una fracción inferior a través
- 30 del conducto [54] y se carga en la quinta sección de destilación [w] opcional. Opcionalmente, la mezcla que comprende fenol y componentes pesados que se descarga de la cuarta sección de destilación [u] como una fracción inferior a través del conducto [54] se descarga del proceso (no mostrado en la Figura 3). Opcionalmente, esta mezcla que comprende fenol y componentes pesados que se descarga del proceso a través del conducto [54] se carga en un
- 35 tanque de compensación (no mostrado en la Figura 3). Opcionalmente, esta mezcla que comprende fenol y componentes pesados que se descarga del proceso a través del conducto [54] se envía a un incinerador (no mostrado en la Figura 3).
- 40 La cuarta sección de destilación [u] comprende una o más columnas de destilación que funcionan en serie o en paralelo. Preferentemente, la cuarta sección de destilación [u] funciona a una presión inferior a 0,1 MPa. Preferentemente, la columna o columnas de destilación en la cuarta sección de destilación [u] están equipadas con bandejas y/o rellenos, más preferentemente con rellenos por encima del punto de alimentación y bandejas por debajo del punto de alimentación. La columna o columnas de destilación están equipadas con uno o más calderines. Preferentemente, dicho calderín es impulsado por vapor.
- 45 Los vapores superiores se descargan desde la cuarta sección de destilación [u] a través del conducto [49] y se condensan en la sección de condensación [v]. En la sección de condensación [v] se obtienen dos fases: una fase gaseosa que comprende gas nitrógeno y vapores de fenol que se descarga a través del conducto [50], y una fase rica en fenol y ciclohexanol que se descarga a través del conducto [51]. Opcionalmente, la fase gaseosa que comprende gas nitrógeno y vapores de fenol que se descarga a través del conducto [50] se envía a un incinerador (no mostrado en la Figura 3). La fase rica en fenol y ciclohexanol que se descarga a través del conducto [51] se divide y una parte se carga en la cuarta sección de destilación [u] como reflujo a través del conducto [52] y otra parte se descarga a través del conducto [53]. La fase rica en fenol y ciclohexanol que se descarga a través del conducto [53] se carga en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I]. Opcionalmente, una fracción o toda la fase rica en fenol y
- 50 ciclohexanol que se descarga a través del conducto [53] se descarga al exterior del proceso (no mostrado en la Figura 3). La sección de condensación [v] comprende uno o más condensadores que funcionan en serie o en paralelo. Opcionalmente, la sección de condensación [v] comprende un recipiente de bomba desde el cual la fase orgánica rica en fenol y ciclohexanol se descarga a través del conducto [51].
- 55 En la quinta sección de destilación [w] opcional, el fenol se retira de la alimentación que se carga a través del conducto [54], mientras que una mezcla que comprende fenol y componentes pesados se descarga de la quinta sección de destilación [w] como una fracción inferior a través del conducto [60] y se descarga del proceso. Opcionalmente, esta mezcla que comprende fenol y componentes pesados que se descarga del proceso a través del conducto [60] se carga en un tanque de compensación (no mostrado en la Figura 3). Opcionalmente, esta mezcla que comprende fenol y
- 60 componentes pesados que se descarga del proceso a través del conducto [60] se envía a un incinerador (no mostrado en la Figura 3).
- 65

La quinta sección de destilación [w] comprende una o más columnas de destilación que funcionan en serie o en paralelo. Preferentemente, la quinta sección de destilación [w] funciona a una presión inferior a 0,1 MPa. Preferentemente, la columna o columnas de destilación en la quinta sección de destilación [w] están equipadas con bandejas y/o rellenos, más preferentemente con rellenos por encima del punto de alimentación y bandejas por debajo del punto de alimentación. La columna o columnas de destilación están equipadas con uno o más calderines. Preferentemente, dicho calderín es impulsado por vapor.

Los vapores superiores se descargan desde la quinta sección de destilación [w] a través del conducto [55] y se condensan en la sección de condensación [x]. En la sección de condensación [x] se obtienen dos fases: una fase gaseosa que comprende gas nitrógeno y vapores de fenol que se descarga a través del conducto [56], y una fase orgánica rica en fenol que se descarga a través del conducto [57]. Opcionalmente, la fase gaseosa que comprende gas nitrógeno y vapores de fenol que se descarga a través del conducto [56] se envía a un incinerador (no mostrado en la Figura 3). La fase orgánica rica en fenol que se descarga a través del conducto [57] se divide y una parte se carga en la quinta sección de destilación [w] como reflujo a través del conducto [58] y otra parte se descarga a través del conducto [59]. La fase orgánica rica en fenol que se descarga a través del conducto [59] se carga en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] (Figura 2). Opcionalmente, una fracción o toda la fase orgánica rica en fenol que se descarga a través del conducto [59] se descarga al exterior del proceso (no mostrado en la Figura 3). La fase orgánica rica en fenol que se descarga a través del conducto [59] y la fase orgánica rica en fenol y ciclohexanol que se descarga a través del conducto [53] se combinan y se cargan en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] a través del conducto [2] (Figura 2). La sección de condensación [x] comprende uno o más condensadores que funcionan en serie o en paralelo. Opcionalmente, la sección de condensación [x] comprende un recipiente de bomba desde el cual la fase orgánica rica en fenol se descarga a través del conducto [57].

En la Figura 4 se da un esquema de una realización de acuerdo con la invención de la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III].

La fase orgánica rica en ciclohexanol que se descarga de la sección de separación y purificación [II] a través del conducto [47] (véase también la Figura 3) se carga en la sección de almacenamiento intermedio [y]. La sección de almacenamiento intermedio [y] comprende uno o más dispositivos de almacenamiento, p. ej. recipientes, tanques, contenedores. Opcionalmente, la sección de almacenamiento intermedio [y] está ausente o está desviada (no mostrado en la Figura 4). La fase orgánica rica en ciclohexanol que se descarga de una sección de almacenamiento intermedio [y] se carga en la sección de intercambiador de calor [z] a través del conducto [61], donde se calienta. En la sección de intercambiador de calor [z], la mezcla enfriada que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol que se transporta a través del conducto [66] actúa como medio de calentamiento. El flujo calentado que se descarga de la sección de intercambiador de calor [z] se carga en la sección de intercambiador de calor [α] a través del conducto [62]. La sección de intercambiador de calor [z] comprende uno o más intercambiadores de calor que funcionan en paralelo y/o en serie. Opcionalmente, la sección de intercambiador de calor [z] está ausente o está desviada (no mostrado en la Figura 4). En la sección de intercambiador de calor [α], el flujo calentado que se descarga de la sección de intercambiador de calor [z] a través del conducto [62] se calienta aún más, de modo que se obtiene un flujo calentado adicional que se descarga a través del conducto [63]. La sección de intercambiador de calor [α] comprende uno o más intercambiadores de calor que funcionan en paralelo y/o en serie. Preferentemente, la sección de intercambiador de calor [α] se calienta con vapor. Opcionalmente, la sección de intercambiador de calor [α] está ausente o está desviada (no mostrado en la Figura 4). El flujo calentado adicionalmente que se descarga de la sección de intercambiador de calor [α] se carga en la sección de intercambiador de calor [β] a través del conducto [63], donde se calienta aún más. En la sección de intercambiador de calor [β], la mezcla que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol que se transporta a través del conducto [65] actúa como medio de calentamiento. El flujo calentado aún más que se descarga de la sección de intercambiador de calor [β] se carga en la sección del reactor de deshidrogenación de ciclohexanol [δ] a través del conducto [64]. La sección de intercambiador de calor [β] comprende uno o más intercambiadores de calor que funcionan en paralelo y/o en serie. Opcionalmente, la sección de intercambiador de calor [β] está ausente o está desviada (no mostrado en la Figura 4).

En la sección del reactor de deshidrogenación de ciclohexanol [δ], una parte del ciclohexanol presente en el flujo calentado adicionalmente que se carga a través del conducto [64] se convierte en ciclohexanona e hidrógeno. Debido a que esta reacción de deshidrogenación del ciclohexanol es endotérmica, la sección del reactor de deshidrogenación de ciclohexanol [δ] se calienta. El calentamiento general de esta sección del reactor de deshidrogenación de ciclohexanol [δ] se realiza con gases de combustión, aceite térmico, metales líquidos o vapor como medio de calentamiento. Preferentemente, el calentamiento de esta sección del reactor de deshidrogenación de ciclohexanol [δ] se realiza con vapor o aceite térmico como medio de calentamiento, más preferentemente con vapor. La sección del reactor de deshidrogenación de ciclohexanol [δ] comprende uno o más reactores de deshidrogenación que funcionan en paralelo y/o en serie. Un reactor de deshidrogenación puede ser en particular cualquier tipo de reactor adecuado para la deshidrogenación del compuesto a deshidrogenar, en particular cualquier reactor adecuado para la deshidrogenación de ciclohexanol. En particular, el reactor puede seleccionarse de reactores de lecho empacado, reactores de suspensión, reactores de intercambio de calor de tipo carcasa y tubos. Lo más preferentemente, la deshidrogenación de acuerdo con la invención se lleva a cabo en un reactor de intercambio de calor de tipo carcasa y tubos con catalizador de deshidrogenación en los tubos y el medio de calentamiento fuera de los tubos. Lo más

preferentemente, tanto la alimentación como la descarga de la sección del reactor de deshidrogenación de ciclohexanol [δ] están en estado gaseoso.

Una mezcla que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol se descarga de la sección del reactor de deshidrogenación de ciclohexanol [δ] y se carga en la sección de intercambiador de calor [β] a través del conducto [65]. En la sección de intercambiador de calor [β], la mezcla que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol se enfría, de modo que se obtiene una mezcla enfriada que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol que se descarga a través del conducto [66]. Esta mezcla enfriada que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol se carga en la sección de intercambiador de calor [z] a través del conducto [66]. En la sección de intercambiador de calor [z], la mezcla enfriada que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol se enfría adicionalmente, de modo que se obtiene una mezcla enfriada adicionalmente que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol que se descarga a través del conducto [67]. Esta mezcla enfriada adicionalmente que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol se carga en la sección de intercambiador de calor [ε] a través del conducto [67]. En la sección de intercambiador de calor [ε], la mezcla enfriada adicionalmente que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol se enfría adicionalmente, de modo que se obtiene una mezcla enfriada adicionalmente aún más que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol que se descarga a través del conducto [68]. Preferentemente, esta mezcla enfriada adicionalmente aún más que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol consiste en una fase líquida que comprende principalmente ciclohexanona y ciclohexanol, y una fase gaseosa que comprende hidrógeno. Esta mezcla enfriada adicionalmente aún más que comprende hidrógeno, ciclohexanona y ciclohexanol se carga en la sección de separación gas-líquido [λ] a través del conducto [68]. La sección de separación gas-líquido [λ] comprende uno o más separadores gas-líquido que funcionan en paralelo y/o en serie. Una mezcla líquida que comprende principalmente ciclohexanona y ciclohexanol se descarga de la sección de separación gas-líquido [λ] a través del conducto [26] y se carga en la sección de separación y purificación [II] (véase también la Figura 3). Una mezcla de gases que comprende hidrógeno se descarga de la sección de separación gas-líquido [λ] a través del conducto [69]. Opcionalmente, la mezcla de gases que comprende hidrógeno que se descarga a través del conducto [69] se envía a un incinerador (no mostrado en la Figura 4). Opcionalmente, la mezcla de gases que comprende hidrógeno que se descarga a través del conducto [69] se envía a la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] (no mostrado en la Figura 4).

La presente invención se ilustra mediante, aunque no se pretende que esté limitada a, los ejemplos siguientes:

El ejemplo 1 describe una planta química para la preparación y recuperación de ciclohexanona a partir de fenol con un catalizador de hidrogenación de fenol que se ha utilizado durante un período de aproximadamente 1 semana.

El ejemplo 2 describe una planta química para la preparación y recuperación de ciclohexanona a partir de fenol con un catalizador de hidrogenación de fenol que se ha utilizado durante un período de aproximadamente 9 meses.

Ejemplo 1.

Se ha usado una planta química a escala industrial con una capacidad por hora de aproximadamente 12,5 toneladas de ciclohexanona por hora, que funciona en modo continuo, para la preparación y recuperación de ciclohexanona a partir de materia prima de fenol, que comprende:

- una sección de reacción de hidrogenación de fenol [I],
- una sección de separación y purificación [II], y
- una sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III]

como se ha descrito anteriormente y se ha ilustrado en la FIG. 1, 2, 3 y 4.

La sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] comprendía:

- sección de intercambiador de calor calentada con vapor [a];
- sección de evaporación calentada con vapor [b];
- sección de intercambiador de calor calentada con vapor [c];
- unidad de purificación de hidrógeno [d], en la cual el CO se convertía catalíticamente y el H₂S se retiraba con un adsorbente;
- sección de intercambiador de calor calentada con vapor [e];
- sección de hidrogenación de fenol [f], que comprende dos reactores de hidrogenación de tipo carcasa y tubos para la hidrogenación de fenol en la fase de vapor que funcionaba en paralelo y se usó agua como refrigerante para formar vapor;
- sección de intercambiador de calor [g];
- sección de intercambiador de calor [h], en la cual se intercambiaba calor entre la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] y la sección de separación y purificación [II];
- sección de intercambiador de calor enfriada con agua [i];
- sección de separación gas-líquido [j];
- sección de compresión [k];

- sección de intercambiador de calor [m]; y
- conductos [1] a [25]

todos los cuales se usan durante la operación normal de la planta.

5

Se cargó fenol fresco en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] a través del conducto [1]. Como gas hidrógeno fresco se cargó una mezcla de gases que comprende aproximadamente 94 % en volumen de hidrógeno y aproximadamente 6 % en volumen de nitrógeno en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] a través del conducto [5]. En condiciones de funcionamiento normales, tanto el contenido de CO como el contenido de H₂S de este hidrógeno fresco estaban por debajo de 1 ppm. La proporción entre la cantidad de vapor que se agregó a través del conducto [12] a la corriente del conducto [11] y la cantidad de fenol fresco fue de aproximadamente 1 % en peso. Como catalizador de hidrogenación se aplicó Pd/Al₂O₃ (1 % en peso) con 1 % en peso de Na (como NaHCO₃) añadido como promotor.

10

15 La sección de separación y purificación [II] comprendía:

- sección de almacenamiento intermedio [n];
- sección de intercambiador de calor [h], en la cual se intercambiaba calor entre la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] y la sección de separación y purificación [II];
- 20 - primera sección de destilación [o];
- sección de condensación [p];
- segunda sección de destilación [q];
- sección de condensación [r];
- tercera sección de destilación [s];
- 25 - sección de condensación [t];
- cuarta sección de destilación [u];
- sección de condensación [v];
- quinta sección de destilación [w];
- sección de condensación [x]; y
- 30 - conductos [2], [18] y [26] a [60];

todos los cuales se usan durante la operación normal de la planta.

Todas las columnas de destilación de la primera sección de destilación [o], la segunda sección de destilación [q], la tercera sección de destilación [s], la cuarta sección de destilación [u] y la quinta sección de destilación [w] estaban equipadas con calderines de vapor.

35

La sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] comprendía:

- sección de almacenamiento intermedio [y];
- 40 - sección de intercambiador de calor [z];
- sección de intercambiador de calor calentada con vapor [α];
- sección de intercambiador de calor [β];
- sección del reactor de deshidrogenación de ciclohexanol [δ], que comprende un reactor de tipo carcasa y tubos;
- sección de intercambiador de calor enfriada con agua [ε];
- 45 - sección de separación gas-líquido [λ]; y
- conductos [26], [47] y [61] a [69];

todos los cuales se usan durante la operación normal de la planta.

El medio de calentamiento aplicado en el reactor de deshidrogenación de ciclohexanol fue vapor.

50

Después de un período de aproximadamente 1 semana después de la puesta en marcha de la planta química para la preparación y recuperación de ciclohexanona del fenol con catalizador de hidrogenación de fenol fresco, se obtuvieron los siguientes resultados:

- 55 - El producto final, ciclohexanona, que se descargó a través del conducto [41] tenía un contenido de ciclohexanol de aproximadamente 500 ppm (peso/peso) [99,95 % en peso].
- La relación molar entre ciclohexanona y fenol que se cargó en los reactores de hidrogenación de fenol fue aproximadamente 0,04.
- La relación molar entre ciclohexanol y fenol que se cargó en los reactores de hidrogenación de fenol fue
- 60 - aproximadamente 0,005.
- La relación molar entre ciclohexanona y ciclohexanol en la corriente de producto hidrogenado en el conducto [14] fue superior a 100.
- La relación molar entre ciclohexanona y ciclohexanol en la corriente de producto hidrogenado descargada de la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] a través del conducto [18] fue superior a 100.
- 65 - La relación molar entre ciclohexanona y fenol en la corriente de producto de hidrogenación en el conducto [14] fue superior a 100.

- La relación molar entre ciclohexanona y fenol en la corriente de producto hidrogenado descargada de la sección de reacción de hidrogenación de fenol [l] a través del conducto [18] fue superior a 100.
- La relación molar entre la materia prima de fenol fresco que se convirtió en ciclohexanona fue superior al 99 %.

5 El consumo neto de energía es de aproximadamente 0,7 MJ por kg de ciclohexanona producida y el consumo neto de vapor era de aproximadamente 0,3 kg de vapor por kg de ciclohexanona producida. De modo que los consumidores de energía eran:

- sección de intercambiador de calor calentada con vapor [a];
- 10 - sección de evaporación calentada con vapor [b];
- sección de intercambiador de calor calentada con vapor [c];
- sección de intercambiador de calor calentada con vapor [e];
- calderines calentados con vapor de la primera sección de destilación [o], de la segunda columna de destilación [q], de la tercera columna de destilación [s], de la cuarta columna de destilación [u] y de la quinta columna de destilación [w];
- 15 - sección de intercambiador de calor calentada con vapor [α]; y
- sección del reactor de deshidrogenación de ciclohexanol calentada con vapor [δ];

y los productores de energía eran:

- 20 - dos reactores de hidrogenación de tipo carcasa y tubos en la sección de hidrogenación de fenol [f].

Todos los consumidores de energía mencionados anteriormente también son consumidores de vapor. Todos los productores de energía mencionados anteriormente también son productores de vapor.

25 **Ejemplo 2.**

La preparación y recuperación de ciclohexanona a partir de fenol se llevó a cabo en la misma planta química que se describe en el Ejemplo 1, excepto que ahora el catalizador de hidrogenación de fenol se ha usado durante un período de tiempo de aproximadamente 9 meses en lugar de aproximadamente 1 semana. Es bien sabido que los catalizadores de hidrogenación de fenol muestran un comportamiento de envejecimiento, dando como resultado una selectividad y actividad reducidas con el tiempo.

A continuación, se obtuvieron los siguientes resultados:

- 35 - El producto final, ciclohexanona, que se descargó a través del conducto [41] tenía un contenido de ciclohexanol de aproximadamente 500 ppm (peso/peso).
- La relación molar entre ciclohexanona y fenol que se cargó en los reactores de hidrogenación de fenol fue aproximadamente 0,04.
- 40 - La relación molar entre ciclohexanol y fenol que se cargó en los reactores de hidrogenación de fenol fue aproximadamente 0,024.
- La relación molar entre ciclohexanona y ciclohexanol en la corriente de producto de hidrogenación en el conducto [14] fue aproximadamente 12.
- La relación molar entre ciclohexanona y ciclohexanol en la corriente de producto hidrogenado descargada de la sección de reacción de hidrogenación de fenol [l] a través del conducto [18] fue aproximadamente 12.
- 45 - La relación molar entre ciclohexanona y fenol en la corriente de producto de hidrogenación en el conducto [14] fue aproximadamente 14.
- La relación molar entre ciclohexanona y fenol en la corriente de producto hidrogenado descargada de la sección de reacción de hidrogenación de fenol [l] a través del conducto [18] fue aproximadamente 14.
- 50 - La relación molar entre la materia prima de fenol fresco que se convierte en ciclohexanona fue superior al 99 %.
- El consumo neto de energía es de aproximadamente 1,6 MJ por kg de ciclohexanona producida y el consumo neto de vapor era de aproximadamente 0,7 kg de vapor por kg de ciclohexanona producida. De modo que los consumidores de energía y los consumidores de vapor y los productores de energía y los productores de vapor fueron los mismos que en el Ejemplo 1.

55 En el EJEMPLO 1 y en el EJEMPLO 2

- la selectividad por paso en la sección de reacción de hidrogenación de fenol era superior al 93 %, y
- la conversión de fenol por paso en la sección de hidrogenación de fenol fue superior al 91 %.

60 En el EJEMPLO 1 y en el EJEMPLO 2 más del 80 % del calor de reacción producido en la sección de reacción de hidrogenación de fenol se aplicó para la producción de vapor.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso continuo a escala industrial para la producción y la recuperación de ciclohexanona a partir de fenol e hidrógeno, comprendiendo dicho proceso:

I) hidrogenar fenol en un reactor de hidrogenación de fenol en una sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] con hidrógeno gaseoso, en presencia de catalizador que comprende platino y/o paladio, de modo que se produce calor de reacción y de la cual se descarga una corriente de producto hidrogenado;

II) separar la ciclohexanona de dicha corriente de producto hidrogenado en una sección de separación y purificación [II] mediante múltiples etapas que comprenden:

i. retirar en una primera sección de destilación, componentes con un punto de ebullición inferior al de la ciclohexanona;

ii. retirar en una segunda sección de destilación ciclohexanona;

iii. retirar en una tercera sección de destilación una fase rica en ciclohexanol; y

iv. retirar en una cuarta sección de destilación una mezcla que comprende fenol y ciclohexanol;

en donde dicha ciclohexanona tiene un contenido de ciclohexanol inferior a 5000 ppm (peso/peso);

en donde al menos algo del calor de reacción producido en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] se aplica para la producción de vapor; y

en donde la mezcla que comprende fenol y ciclohexanol que se retira en la etapa iv) se carga en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I];

caracterizado por que se cumplen las condiciones a) y b):

a. la relación molar entre ciclohexanona y fenol que se carga a dicho reactor de hidrogenación de fenol es de 0,02 a 0,10; y

b. la relación molar entre ciclohexanol y fenol que se carga a dicho reactor de hidrogenación de fenol es de 0,001 a 0,10.

2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicho proceso comprende además la deshidrogenación de ciclohexanol en ciclohexanona e hidrógeno en una sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III].

3. Un proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en el cual la relación molar entre ciclohexanona y ciclohexanol en la corriente de producto hidrogenado descargada en la etapa I) es mayor de 10.

4. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el cual la relación molar entre ciclohexanona y fenol en la corriente de producto de hidrogenación descargada en la etapa I) es mayor de 10.

5. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, en el cual el hidrógeno producido en la sección de reacción de deshidrogenación de ciclohexanol [III] se carga en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I].

6. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el cual el fenol se hidrogena en un proceso en fase de vapor.

7. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el consumo neto de vapor es de menos de 1,5 kg de vapor por kg de ciclohexanona producida.

8. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el consumo neto de energía es de menos de 3 MJ por kg de ciclohexanona producida.

9. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicha ciclohexanona tiene un contenido de ciclohexanol inferior a 2000 ppm (peso/peso).

10. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el catalizador es paladio sobre soporte de alúmina y una sal que comprende Na como promotor.

11. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el catalizador es paladio al 1 % en peso sobre un soporte de alúmina, con un 1 % en peso de Na (como NaHCO_3) añadido como promotor.

12. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde más del 98 % (mol/mol) del fenol que se carga al proceso se convierte en ciclohexanona.

13. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la selectividad por paso en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] es más del 92 % y en donde la conversión de fenol por paso en la sección de reacción de hidrogenación de fenol [I] es más del 90 %.

Figura 1

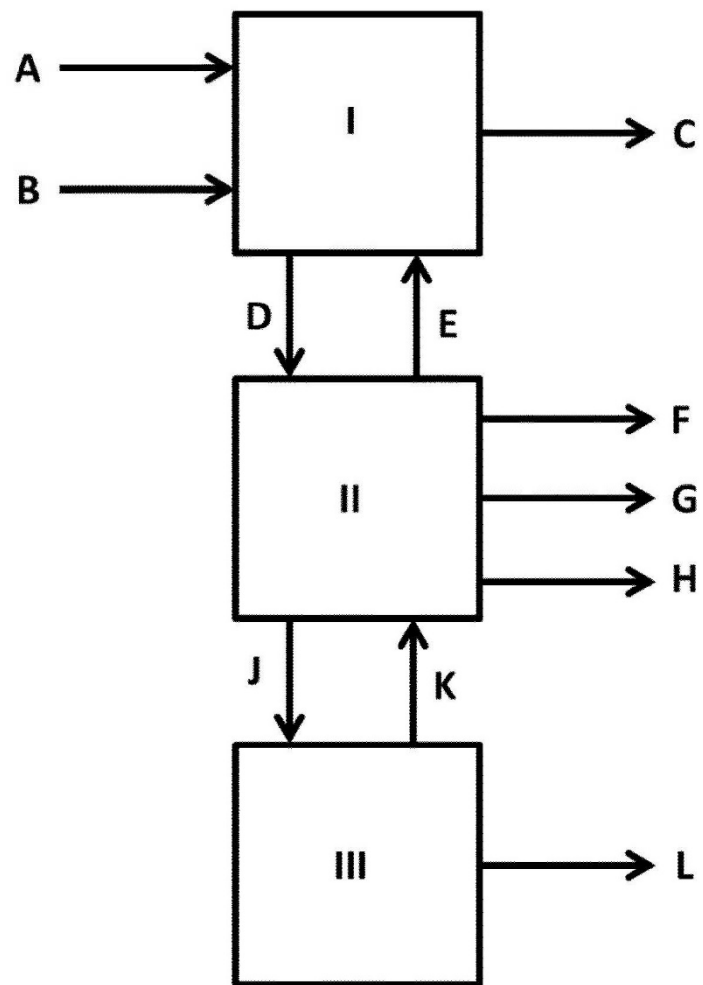


Figura 2

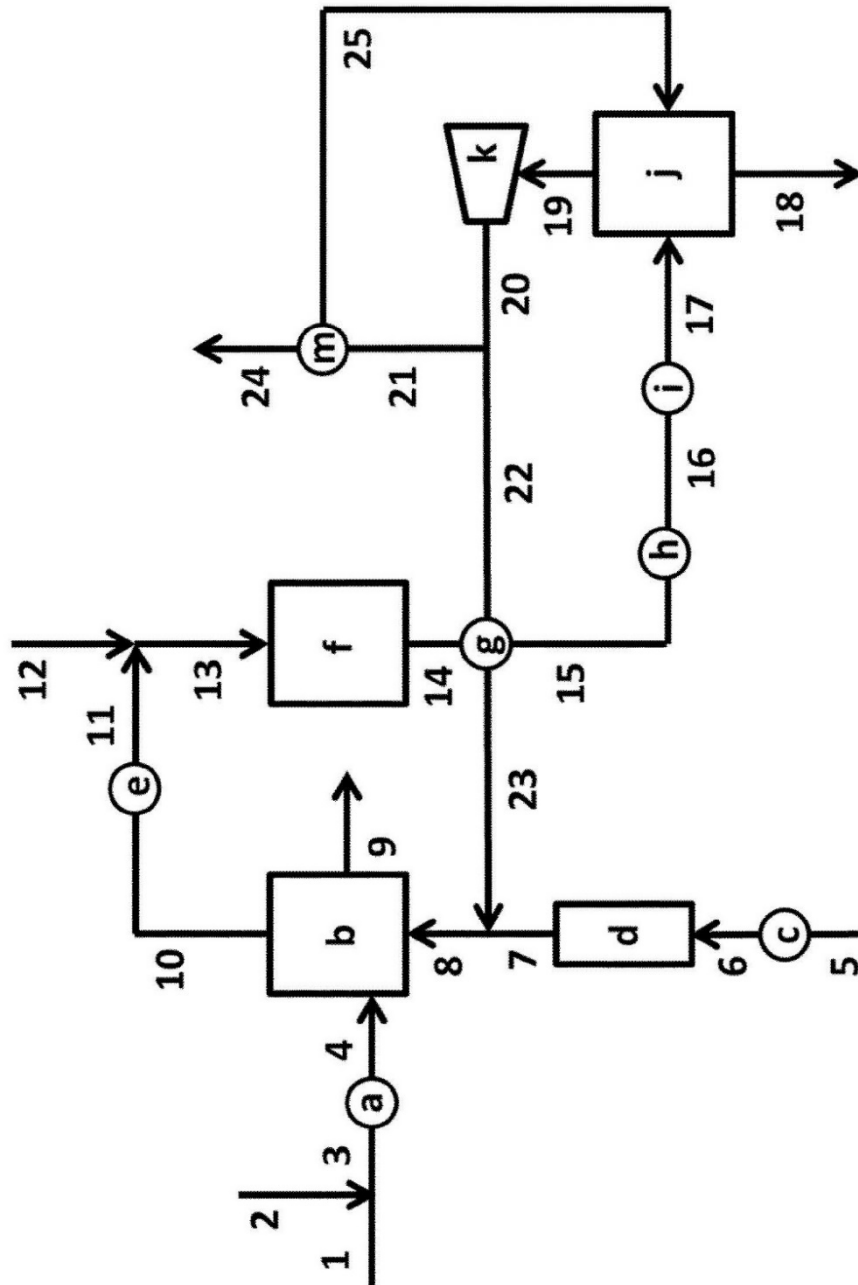


Figura 3

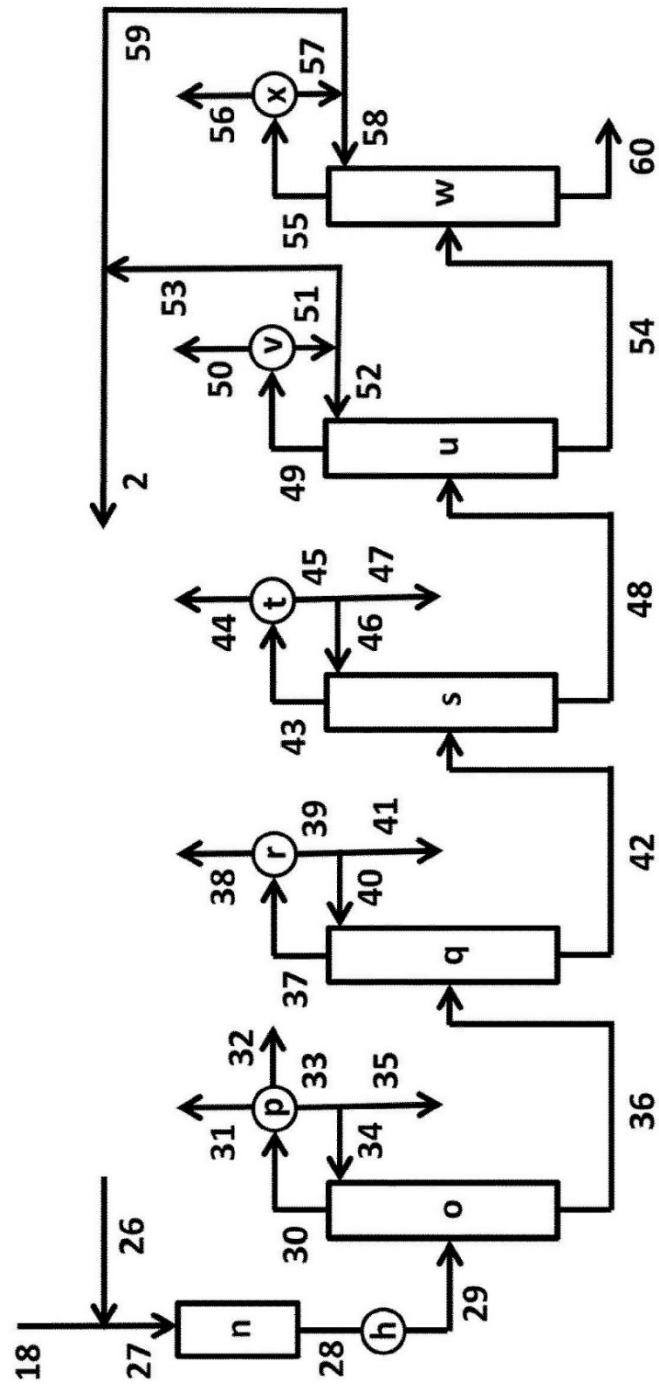


Figura 4

