



EXPEDIENTE. 145135
PATENTE. 133141
CLASE. 09-1
EXAMINADOR. A.V.D.

TITULO DEL INVENTO.

PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA PRODUCCION DE P-
NONIL FENOL.

FECHA LEGAL. 26 julio 1973.
FECHA DE PRIORIDAD. - - - - -

Clas = 145/35

Pat = 133/41

PL: 26 Julio/53 - 1 -

EP = 3 Mayo/56

Clase = 09-1

Epa = A U D

PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA
PRODUCCION DE p-NONIL FENOL

NOMBRE DEL CAUSAHABIENTE: INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO
NACIONALIDAD: Mexicana
RESIDENCIA: México, D. F.

RESUMEN DEL INVENTO:

La presente invención se refiere a un procedimiento para --
transformar o convertir fenol en p-nonil fenol haciéndolo reaccionar,
en presencia de un ácido de Lewis, con subproductos de las refinerías
que se obtienen en las plantas de polimerización de olefinas para obte-
ner gasolina y/o dodecileno.

ANTECEDENTES DEL INVENTO

El p-nonil fenol es un producto ampliamente usado en la pre-
paración de detergentes de los llamados no iónicos, también entra en-
la composición de aceites aromáticos, colorantes, germicidas, insecti-
cidas, aditivos para aceites y grasas, plastificante, resinas fenóli-
cas, humectantes, etc.. Es por lo tanto, un producto con numerosas-
aplicaciones que tiene un mercado considerable y en continua expan-
sión.

El p-nonil fenol se fabrica haciendo reaccionar noneno y fe
nol de alta pureza en presencia de un catalizador ácido de Lewis.

OBJETO DEL INVENTO

Es por lo tanto, objeto de la presente invención, la utili-
zación de una mezcla de hidrocarburos olefínicos y saturados con un -
peso molecular que corresponde aproximadamente a nueve átomos de car-
bono en sustitución del noneno puro. La anterior sustitución permite
que la reacción secundaria de polimerización de olefinas se reduzca -
notablemente por encontrarse la olefina diluida y aumenta el rendi- -
miento de la reacción que conduce al p-nonil fenol. La mezcla de - -
hidrocarburos mencionada se obtiene como suproducto en la fabricación
de gasolinas y dodeceno a partir de una corriente de propileno y pro-
pano en presencia de ácido fosfórico como catalizador.

DESCRIPCION DETALLADA DEL INVENTO

Es ampliamente conocido por los expertos en petroquímica --
que el p-nonil fenol se prepara haciendo reaccionar fenol de alto@grau
do de pureza con noneno en presencia de un catalizador del tipo ácido
de Lewis como ácido fluorhídrico, trifluoruro de boro, ácido p-toluenu
sulfónico, etc., agregando con agitación un exceso molar de noneno du-
rante un período de tiempo largo a temperatura del orden de 75°C. Al
terminar la reacción se elimina el catalizador por neutralización o -

destilación, se separa la olefina y el fenol que no reaccionaron por destilación al vacío. El residuo de la destilación se enfría y envasa para la venta. Este producto a pesar de que se fabrica a partir de reactivos de alta pureza, con frecuencia no alcanza las especificaciones o normas de calidad ya que la condensación múltiple de la olefina en el fenol no se evita del todo y la presencia de poliolefinas que también se forman durante la reacción constituyen impurezas que desvían los valores de las determinaciones analíticas.

La presente invención utiliza, en sustitución del noneno puro, una mezcla de hidrocarburos olefínicos y saturados con un peso molecular que corresponde aproximadamente a nueve átomos de carbono, y que se obtiene como subproducto en la fabricación de dodecilenos y gasolina por oligomerización de una corriente de propano y propileno en presencia de un catalizador ácido de Lewis.

La dilución de las olefinas con hidrocarburos saturados contribuye a aumentar el rendimiento de nonil fenol y disminuir la formación de subproductos por polimerización de las olefinas. Una vez que termina la reacción de condensación se elimina el catalizador, y se destilan el hidrocarburo y el fenol que no reaccionaron utilizando un vacío intermedio de 20 a 80 mm. de mercurio. El residuo se enfría y descarga a envases para su venta, o bien, se destila el p-nonil fenol al alto vacío (1 a 3 mm. de mercurio) y así se separa de pequeñas cantidades de impurezas que se forman durante la reacción de condensación.

A continuación se proporcionan ejemplos, los cuales son únicos

camente ilustrativos de la invención y no limitan el alcance de la misma.

Ejemplo 1

Se cargan a un reactor, una parte en peso de fenol anhidro, junto con 0.1 partes en peso de ácido p-toluensulfónico, la mezcla anterior se calienta a 75°C y se agregan gota a gota con agitación intensa, 2.8 partes en peso de una mezcla de hidrocarburos que contiene 60% de olefinas con número promedio de átomos de carbono igual a nueve. La adición se efectúa en un período de cuatro horas procurando mantener la temperatura a 75°C. Al terminar la adición se continúa agitando la mezcla durante 30 min. para enseguida agregar 0.1 partes en volumen de piridina. La mezcla de reacción se destila con un vacío de 25 mm. de mercurio hasta separar totalmente las pequeñas cantidades de los reactivos residuales. Enseguida se aplica un vacío de 1 a 3 mm. de mercurio con lo cual destila el nonil fenol a temperatura entre 115°C - 160°C. El producto presenta índice de refracción n_{20}^D de 1.51 y pasa todas las especificaciones correspondientes a la norma de calidad para este compuesto.

Ejemplo 2

En un reactor provisto de un sistema de adición con igualador de presión, y un refrigerante de reflujo en cuyo extremo superior se adaptó una entrada de nitrógeno, se introdujeron 0.5 moles de fenol

anhidro y 1.2% de Trifluoruro de boro gaseoso. Se calentó la mezcla hasta fundir el fenol y se inició la adición de 0.5 moles de noneno contenidos en una mezcla de alcanos y alquenos C-9 (temperatura de ebullición 120 - 140°C) y que tiene 61.5% de olefina. La adición se hace lentamente con el fin de mantener la temperatura entre 65 - 75°C. Al finalizar la adición se continúa manteniendo la misma temperatura hasta completar 2 horas. Se enfría la mezcla de reacción y se destila a 0.1 mm. de mercurio hasta 30°C, eliminándose de esta manera las cabezas de la destilación que contienen los hidrocarburos y el fenol que no reaccionaron. El residuo contiene el nonil fenol formado. Los análisis de espectrometría de masas y de resonancia magnética nuclear reportan un peso molecular máximo de 220 (peso molecular teórico 219) y alta pureza.

Ejemplo 3-

En un reactor provisto de un embudo de adición con igualador de presión y un refrigerante de reflujo en cuyo extremo superior se adaptó una entrada de nitrógeno, se introdujeron 0.5 moles de fenol anhidro y 5% de trifluoruro de boro eterato. Se calentó la mezcla hasta fundir el fenol y se inició la adición de 0.5 moles contenidos en una mezcla de alcanos y alquenos C-9 (rango de ebullición 120-140°C) y que tiene 61.5% de olefina. La adición se hace lentamente con el fin de mantener la temperatura entre 65-70°C. Al finalizar la adición se continúa manteniendo la misma temperatura hasta completar 2 horas. Se deja enfriar la mezcla de reacción y se lava con una so-

lución de hidróxido de amonio al 15%, y después se lava con agua. Se elimina la fase acuosa y se destila el nonil fenol a 0.1mm. de mercurio. Se eliminan las cabezas y se recogió la fracción - - - 117 - 140°C. El producto es de aspecto aceitoso sumamente viscoso e incoloro. Los análisis por espectrometría de masas y por resonancia magnética nuclear nos indican un peso molecular máximo de 220 y alta pureza.

NOVEDAD DE LA INVENCION. -

Habiendo descrito la presente invención, se considera - - como una novedad y por lo tanto se reclama como propiedad lo -- contenido en las siguientes cláusulas:

1. - Un procedimiento mejorado para la preparación de - - p-nonil fenol, caracterizado porque comprende hacer reaccionar una mezcla de hidrocarburos olefínicos y saturados de un peso molecular promedio correspondiente a compuestos de nueve átomos de carbono, obtenida como subproducto en las refinerías de petróleo; con fenol, en presencia de un catalizador ácido, a - una temperatura comprendida entre 70° y 100° C, - finalmente separar el catalizador y los productos que no reaccionaron mediante destilación al vacío.

- 2.- Un procedimiento mejorado para preparar p-nonil - fenol, de conformidad con la cláusula 1, caracterizado porque se hace reaccionar una mezcla de hidrocarburos olefínicos y saturados de un peso molecular que corresponde aproximadamente a compuestos de nueve átomos de carbono, obtenido como subproducto en el proceso de polimerización de propano-propileno; con fenol, en presencia de trifluoruro de - - boro como catalizador.

- 3.- Un procedimiento mejorado para preparar p-nonil - fenol, de conformidad con las cláusulas anteriores - caracterizado porque se utiliza como catalizador al ácido p-toluensulfónico.

- 4.- Un procedimiento mejorado para preparar p-nonil - - fenol de conformidad con las cláusulas 1 a 3, caracterizado en que la mezcla de hidrocarburos olefínicos y saturados, tiene un contenido de 40 a 70% de alquenos con respecto al total de la misma.

En testimonio de lo cual firmo la presente en la ciudad de México, D. F. el 26 de julio de 1973

POR INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO


Lic. Elyseo Ruvalcaba Rebollar
A p o d e r a d o