

25 FEB. 1965

305995



P - 27.849

A 79.198

Case 13.429 JRH(AMS)

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 13 de noviembre de 1.964, con el núm. 305.995

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de PHILIPS PETROLEUM COMPANY, entidad norteamericana, establecida en Bartlesville, Oklahoma, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE CICLOHEXANO"

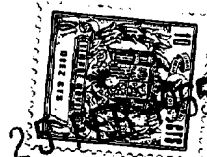
Esta invención se refiere a un método y a un aparato para la producción de ciclohexano.

La hidrogenación de benceno para producir ciclohexano es una reacción bien conocida, en donde un mol de benceno se hace reaccionar con 3 moles de hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación apropiado, para formar un mol de ciclohexano. La reacción es fuertemente exotérmica, liberando 49.742 kcal. por kilogramo mol de ciclohexano formado. Esto origina serios problemas en el desarrollo de la reacción a una escala comercial. Cuando la

5

10

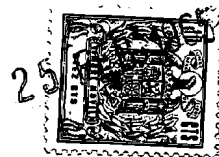
305995



operación se desarrolla adiabáticamente en un flujo alimentador que contiene más cantidades de benceno de las relativamente pequeñas, el aumento de temperatura resultante en el flujo del proceso puede ser tan grande que no pueda ser tolerado, a causa de limitaciones de equipo y, más seriamente, a causa de dificultades de proceso, tales como de la actividad del catalizador y aparición de reacciones secundarias. Una reacción secundaria que debe evitarse a todo coste es una reacción de hidrogenación desmetilación que conduce a temperaturas incontroladas.

Anteriormente, se hicieron intentos para resolver este problema por varios caminos, tales como, reduciendo la concentración de benceno en el flujo alimentador cargado en el reactor de hidrogenación, reduciendo la temperatura de entrada en dicho flujo alimentador y empleando reactores provistos de dispositivo de refrigeración complicado, bien como refrigeración entre etapas sistemas que emplean una pluralidad de reactores, o como dispositivo de refrigeración interno complicado en sistemas en donde se emplea únicamente un reactor. En algunos casos, se ha propuesto emplear tanto refrigeración entre fases entre reactores, como dispositivo de refrigeración interna en aquellos sistemas que emplean una pluralidad de reactores. Tales dispositivos de refrigeración complicados son caros de comprar y mantener y, en general, dejan mucho que desear. Cuando se disminuye la concentración de benceno en el flujo alimentador, evidentemente hay un descenso en la capacidad de la unidad. De modo análogo, cuando se reduce la temperatura en el flujo alimentador de entrada al reactor, generalmente se obtiene un descenso en la eficacia del pro-

305995



ceso. De este modo, pocos, si hay alguno, de los métodos empleados en técnicas anteriores para resolver el problema han sido enteramente satisfactorios.

5 Cuando se emplean los catalizadores actualmente conocidos, se ha encontrado que la temperatura en el flujo de entrada a la zona de hidrogenación (temperatura de reacción inicial) no debe ser menor de 149 a 204°C, con objeto de obtener una velocidad de reacción razonable. Para evitar la reacción antes mencionada de hidrogenación desmetilación y  
10 otras reacciones secundarias no deseables, se ha encontrado que la temperatura en el efluente de la zona de hidrogenación (temperatura de reacción final) no debe ser mayor de 149 a 316°C, preferiblemente no mayor de 188°C. De esta forma, el aumento máximo deseable en la temperatura del flujo  
15 de proceso, a través de un reactor, es aproximadamente 149°C preferiblemente a 66 a 93°C.

Un objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento mejorado para la hidrogenación de benceno. Otro objeto es proporcionar un procedimiento mejorado para  
20 la producción de ciclohexano puro por la hidrogenación de benceno puro.

Según la presente invención, se ha proporcionado un procedimiento para la producción de ciclohexano, que comprende poner en contacto una mezcla de benceno, hidrógeno y diluyente ciclohexano con un catalizador de hidrogenación, en condiciones de hidrogenación, en una pluralidad de zonas de contacto, haciéndose pasar dicho hidrógeno  
25 en circulación en serie a través de cada una de dichas zonas de contacto, haciéndose pasar partes individuales de dicho benceno en paralelo a zonas de contacto individuales  
30

305995



de dicha pluralidad de zonas de contacto, y haciéndose pasar partes individuales de dicho diluyente ciclohexano en paralelo a zonas de contacto individuales de dicha pluralidad de zonas de contacto.

5 La presente invención proporciona también el aparato para la producción de ciclohexano por la hidrogenación catalítica de benceno, que comprende una pluralidad de reactores de hidrogenación conectados entre si para circulación en serie a través de los mismos: un conducto de transporte  
10 conectado en un extremo del mismo a la salida de un reactor previo y en el otro extremo del mismo a la entrada de un reactor siguiente; un primer conducto conectado por un extremo del mismo a dicho conducto de transporte; un segundo conducto conectado por un extremo del mismo a dicho conducto  
15 de transporte para introducir el diluyente ciclohexano en el mismo; un dispositivo de control de flujo dispuesto en dicho segundo conducto; y un dispositivo de control de temperatura conectado operativamente a dicho conducto de transporte en un punto  
20 de dichos conductos primero y segundo al mismo, estando también el dispositivo de control de temperatura conectado operativamente a dicho dispositivo de control de flujo para reponer el mismo y controlar el flujo del diluyente ciclohexano a través de dicho conducto segundo sensible a la  
25 temperatura en dicho conducto de transporte.

De este modo el procedimiento puede ser realizado dentro de los límites de dicho aumento de temperatura de 93°C.

30 Además, operando de esta manera puede obtenerse un control excelente de temperatura y al mismo tiempo la

305995



eficacia total del procedimiento se aumenta marcadamente.

En la práctica de la invención, la única refrigeración obtenida en él las zonas varias de reacción, es decir, entre los reactores primero y segundo y entre dicho  
5 segundo reactor y el tercero, en la que se obtiene como resultado de la adición de las partes individuales de diluyente ciclohexano y/o partes individuales de flujo alimentador de benceno a los efluentes de reactor individuales, antes de cargar los mismos al reactor siguiente. Dichos flujos  
10 añadidos sirven para absorber el calor de reacción impartido al flujo del proceso en el reactor precedente. De este modo, cuando se opera de acuerdo con la invención, se elimina el complicado dispositivo de refrigeración de técnicas anteriores, tales como refrigerantes intermedios en  
15 el flujo del proceso entre varios reactores y/o dispositivos complicados de refrigeración interna dentro de los reactores. El método de operación, de acuerdo con la invención, proporciona una gran ventaja al combinar la refrigeración total del flujo del proceso en un solo refrigerante final, siguiente al último reactor en la serie de reactores. Esto elimina el coste de instalación y mantenimiento de varios refrigerantes intermedios y/o los dispositivos complejos de refrigeración interna de técnicas anteriores.

La invención es particularmente adecuada para la  
25 hidrogenación de flujos alimentadores de benceno que tienen una concentración alta de benceno, v.g. 90 por ciento en peso o más. Sin embargo, flujos alimentadores de benceno de concentración menor pueden también ser hidrogenados según la invención. Puesto que la pureza del producto de  
30 ciclohexano depende de la pureza del flujo alimentador de



305995

benceno, como se explica más adelante, se prefiere frecuentemente que dicho flujo alimentador de benceno contenga por lo menos 99 por ciento en peso de benceno, más preferiblemente, por lo menos 99,5 por ciento en peso de benceno, cuando se desee un producto de ciclohexano de alta pureza. Los flujos alimentadores varios de benceno que pueden emplearse en la práctica de la invención pueden obtenerse de cualquier procedencia apropiada. Por ejemplo, de diversas operaciones de refinería de petróleo puede obtenerse mezcla de hidrocarburos que contiene aproximadamente 20 a aproximadamente 80 por ciento en volumen de benceno. Tales mezclas de hidrocarburos contienen hidrocarburos que tienen puntos de ebullición próximos al punto de ebullición del benceno, v.g.

		<u>°C</u>
15	Metilciclopentano	71,8
	2,2-dimetilpentano	79,2
	Benceno	80,1
	2,4-dimetilpentano	80,5
	Ciclohexano	80,7
20	3,3-dimetilpentano	86,1
	2,3-dimetilpentano	89,8

Tales mezclas pueden utilizarse como flujo alimentador de benceno y el producto de ciclohexano recuperarse en forma concentrada del efluente del reactor por destilación. Si se desea, dependiendo del equipo disponible y de la integración del proceso de hidrogenación con otras operaciones de refinería, tal mezcla alimentadora puede concentrarse con respecto al benceno antes de ser cargada a la unidad de hidrogenación. Sin embargo, a causa de la presencia de hidrocar-

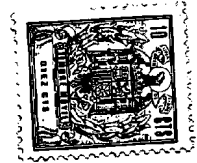
365995



5 buros que tienen puntos de ebullición próximos al punto de ebullición del benceno, no es posible ni el flujo alimentador que contiene benceno, ni el flujo de producto de ciclohexano suficientes para producir un ciclohexano de alta pureza, v.g. ciclohexano de 99,0 por ciento en peso preferiblemente 99,5 por ciento en peso, que se desea para algunos usos, como en la fabricación del nylon. En otros términos, si hay una apreciable cantidad de otros hidrocarburos, como los citados anteriormente que tienen puntos de ebullición próximos al punto de ebullición del benceno, dichos hidrocarburos estarán presentes en el producto de ciclohexano cuando el único medio de separación empleado sea la destilación.

15 Sin embargo, se dispone de procedimientos por los que puede recuperarse benceno de alta pureza a partir de fracciones de petróleo. Esto puede hacerse a escala comercial por una combinación de técnicas de destilación y extracción. En tal procedimiento se separa una fracción de hidrocarburo que contiene benceno y otros hidrocarburos que hierven en la gama del benceno. Puede tomarse esta fracción de modo que el benceno es el único compuesto aromático presente. La fracción que contiene benceno se somete entonces a extracción con disolvente, utilizando un disolvente apropiado, que sea altamente selectivo para los aromáticos y extraiga selectivamente el benceno, quedando los otros hidrocarburos. El benceno así extraído se recupera fácilmente del disolvente por destilación. El benceno obtenido por tales métodos es prácticamente pur, teniendo un contenido de benceno de por lo menos 99,0, generalmente 25 99,5 por ciento en peso, o mayor. Está también dentro del 30

305995



alcance de esta invención emplear benceno de alta pureza de otras procedencias.

5 Puesto que pueden emplearse una variedad de catalizadores en la practica de la invención, no se intenta limitar la invención a cualquier catalizador particular. Puede emplearse cualquier catalizador de hidrogenación apropiado, catalizadores apropiados para su uso en la práctica de la invención son aquellos que sean capaces de efectuar la hidrogenación de benceno a ciclohexano. Ejemplos de tales catalizadores incluyen, entre otros, los siguientes; níquel, 10 platino, paladio, hierro y níquel Raney. Estos materiales están generalmente finamente divididos y están compuestos con un soporte poroso o portador, tales como las diversas formas de alúmina, sílice, coprecipitado de alúmina-sílice, 15 kieselguhr, tierra de diatomeas, magnesia, óxido de circonio u otros óxidos inorgánicos, bien solos o en combinación. Muchas formas de tales catalizadores son disponibles comercialmente. Un catalizador preferido actualmente para su uso en la práctica de la invención es el níquel 20 combinado con kieselguhr.

El hidrógeno empleado en la práctica de la invención puede obtenerse de cualquier fuente apropiada. Dicho hidrógeno puede ser, o hidrógeno electrolítico de alta pureza, o un flujo que contenga hidrógeno, recuperado de 25 operaciones de reformación catalítica, o de otras operaciones de refinería de petróleo. Con objeto de mantener el catalizador en un alto nivel de actividad, el flujo que contiene hidrógeno, recuperado de dichas operaciones de reformación u otras, se lava generalmente con una solución 30 cáustica fuerte o se hace pasar a través de un lecho de sosa.

305995



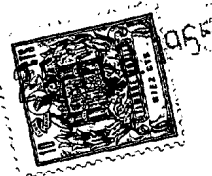
caústica en escamas NaOH para eliminar los compuestos de  
azufre. Se prefiere también eliminar el C<sub>4</sub> y los materiales  
de hidrocarburos más pesados contenidos en tales flujos,  
poniendo en contacto el flujo gaseoso con un absorbente  
5 apropiado, como en los procedimientos de absorción con-  
vencionales.

La descripción siguiente del dibujo que se acompaña y el ejemplo específico servirán para explicar de forma más completa la invención. Dicho dibujo es una hoja diagramática de flujo e ilustra una forma preferida actualmente de la invención. Ha de entenderse que muchos elementos, como válvulas, indicadores de presión y bombas, que no son necesarios para explicar la invención a aquellos expertos en la técnica, han sido omitidos para simplificar el dibujo. También, aunque la descripción de dicho dibujo se fundamenta y combina con un ejemplo específico, ha de entenderse que la invención no está limitada a dicho ejemplo específico. La descripción del dibujo se ha combinado con un ejemplo específico únicamente en interés de la brevedad.

#### EJEMPLO

Con referencia ahora a dicho dibujo, se introduce un flujo alimentador que comprende benceno a una temperatura dentro de la gama de aproximadamente 10 a aproximadamente 66°C, por el conducto 10 y entonces se divide en tres partes aproximadamente iguales en los conductos 11, 12 y 13. La cantidad de benceno que circula a través de dichos conductos 11, 12 y 13 se controla por los reguladores de flujo 14, 16 y 17, respectivamente, conectados operativamente

305995

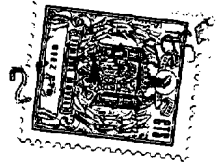


5 a las válvulas motoras en dichos conductos, según se mues-  
tra. Un flujo diluyente de ciclohexano (obtenido de una  
fuente descrita anteriormente) en el conducto 18 se divide  
en tres partes en los conductos 19, 21 y 22. Un flujo de  
gases comprimidos conteniendo hidrógeno, prácticamente exen-  
tos de azufre se introduce por el conducto 23, se combina  
con la parte de flujo alimentador de benceno en el conduc-  
to 11, y se hace pasar al conducto 24, en donde se mezcla  
con la parte de diluyente de ciclohexano del conducto 19.  
10 La mezcla resultante, que comprende benceno, ciclohexano e  
hidrógeno, se hace pasar a través del precalentador 26,  
indicado aquí como un cambiador de calor indirecto, pero  
que puede ser cualquier tipo apropiado de dispositivo de  
calefacción, y en donde se calienta a una temperatura de  
15 aproximadamente 149°C. Está dentro del alcance de la in-  
vención emplear el efluente del reactor final como medio  
de intercambio de calor en dicho cambiador de calor 26 pa-  
ra obtener por lo menos una parte de aumento deseado en la  
temperatura.

20 La mezcla alimentadora precalentada en el conduc-  
to 24 se introduce entonces en un primer reactor 27 en don-  
de se pone en contacto con un lecho de níquel sobre cata-  
lizador de kieselguhr. Dicho reactor 27 se opera a una pre-  
sión de aproximadamente 33,7 kg/cm<sup>2</sup>. El efluente de la mez-  
25 cla de reacción que comprende ciclohexano e hidrógeno es  
retirado de dicho reactor 27 a una temperatura de reacción  
final de aproximadamente 260°C por el conducto de salida  
28. El registro de temperatura 29 está dispuesto para re-  
gistrar la temperatura de dicho efluente del reactor.

30 Dicho efluente del reactor se mezcla en el con-

305995



ducto 28 con una segunda parte de diluyente de ciclohexano del conducto 21 y la mezcla resultante se hace pasar entonces al conducto 31 donde se mezcla con una segunda parte del flujo alimentador de benceno del conducto 12. La mezcla resultante se introduce entonces en la parte superior de un segundo reactor 32 a una temperatura de aproximadamente 177°C. Dichos conductos 28 y 31 incluyen de este modo un conducto de transporte entre dichos reactores 27 y 32. La cantidad de diluyente de ciclohexano que circula por el conducto 21 se controla por medio de una válvula motora 33, impulsada por el regulador de flujo 34 que a su vez se regula por el regulador de temperatura 35 sensible a la temperatura de la mezcla en dicho conducto 31 en un punto del mismo, preferiblemente justamente antes a su entrada en dicho reactor 32.

Un efluente del segundo reactor que tiene una composición similar a la del efluente del reactor 27 y que comprende ciclohexano e hidrógeno es retirado de dicho reactor 32 a una temperatura de reacción final de aproximadamente 260°C por el conducto de salida 36. El registrador de temperatura 37 está dispuesto para registrar la temperatura de dicho efluente del reactor 32. Una tercera parte de diluyente de ciclohexano del conducto 22 es mezclada con el efluente de reactor en el conducto 36 y la mezcla resultante se introduce entonces por el conducto 38, en donde se mezcla con una tercera parte del flujo alimentador de benceno del conducto 13. La mezcla resultante a una temperatura de aproximadamente 177°C se introduce entonces en la parte superior de un tercer reactor 39. Dichos conductos 36 y 38 forman de este modo un conducto de transporte que conec-

305995

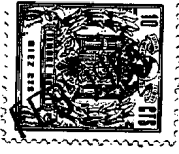


tan dichos reactores 32 y 39. La cantidad de dicha tercera parte de diluyente de ciclohexano que circula por el conducto 22 es controlada por medio de la válvula motora 41 impulsada por el regulador de flujo 42, que a su vez se re-  
5 pone por el regulador de temperatura 43 sensible a la temperatura del contenido de dicho conducto 38, preferiblemente antes de su entrada a dicho reactor 39.

Un tercer efluente de reactor que tiene una composición similar al efluente de los reactores 27 y 32 y que  
10 comprende una mezcla de hidrógeno y ciclohexano es retirado de dicho reactor 39 a una temperatura de reacción final de aproximadamente 260°C por el conducto de salida 44. El registrador de temperatura 46 está dispuesto para registrar la temperatura de dicho efluente de reactor. Dicho efluente  
15 de reactor del conducto 44 es hecho pasar por el refrigerante 47, en donde se reduce su temperatura a una temperatura dentro de la gama de 10 a 66°C, preferiblemente 37,8°C, aproximadamente. Como se ha señalado, el efluente de reactor en el conducto 44 puede hacerse pasar por dicho precalentador alimentador 26 para recuperar una parte del calor en el mismo, antes de hacer pasar dicho efluente por dicho refrigerante 47. El efluente refrigerado se hace pasar entonces a un separador instantáneo 48, en donde se separan una fase líquida y una fase gaseosa. Dicha fase gaseosa,  
20 que tiene un alto contenido de hidrógeno, pero que también contiene algunos hidrocarburos de bajo punto de ebullición, originalmente presentes en el hidrógeno introducido por el conducto 23, es retirada del separador 48 por el conducto 49. Dicho separador instantáneo 48 es operado convenientemente a una presión de aproximadamente 30 kg/cm<sup>2</sup> y a una  
25  
30

305995

25

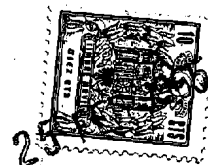


temperatura de aproximadamente 37,8°C. Por lo menos una parte de la fase gaseosa de dicho conducto 49 se descarga del sistema por el conducto 54, con objeto de controlar la acumulación de "materias inertes", v.g. metano y etano. La cantidad de dicha fase gaseosa así descargada se controla por el regulador de flujo 56 en forma conocida. Por lo menos una parte de la fase gaseosa del conducto 49 es hecha pasar por el conducto 51, comprimida en el compresor 52, y entonces se combina como hidrógeno de reciclado con el hidrógeno fresco o de compensación introducido originalmente por el conducto 23. La cantidad de dicho hidrógeno de reciclado que circula por el conducto 51 y el compresor 52 se registra en forma conocida por el registrador de flujo 53. El regulador de presión 57, conectado operativamente con el separador instantáneo 48 en forma conocida, y conectado también operativamente al regulador de flujo 58 del conducto 23, regula dicho regulador de flujo 58 y mantiene una relación adecuada entre la cantidad de hidrógeno de compensación o fresco del conducto 23 y la cantidad de hidrógeno de reciclado del conducto 51. El regulador de presión 59, conectado operativamente al conducto 23, mantiene una contrapresión apropiada en dicho conducto 23.

La fase líquida en el separador instantáneo 48 comprende el producto de ciclohexano bruto del proceso. Dicha fase líquida es retirada del separador instantáneo 48 por el conducto 18 y partes de la misma, controladas por dichos reguladores de flujo 15, 34 y 42, se utilizan como diluyente de ciclohexano, según se describió anteriormente.

El resto de dicho producto de ciclohexano bruto es

305995



hecho pasar por el conducto 61 y precalentador 62, en donde se calienta a una temperatura de aproximadamente 102°C., y luego al estabilizador de ciclohexano 63, que puede comprender una columna de fraccionamiento convencional dotada con dispositivo de calefacción rehervidor 64 en el fondo del mismo, que proporciona el calor necesario para la operación de dicho estabilizador. Los vapores de la parte superior se eliminan de dicho estabilizador por el conducto 66, se hacen pasar por el condensador 67 en donde se condensa una parte y luego el acumulador 68. El líquido del acumulador 68 se retorna a dicho estabilizador como reflujo y sirve para mantener las condiciones de reflujo en dicho estabilizador en forma conocida. Los gases se retiran de dicho acumulador 68 por el conducto 69, controlado por el regulador de presión 71 en forma conocida, y se mezclan con los gases en el conducto 54' para su utilización como gas combustible a partir del conducto 54 u otro uso. El producto de ciclohexano estabilizado del proceso es retirado del estabilizador 63 por el conducto 72 y el refrigerante 73 y luego hecho pasar el depósito.

Las distintas velocidades de flujo empleadas en los ejemplos antes descritos se dan a continuación en la Tabla I, donde los números de flujo se refieren a los números de tubería o conducto, mostrados en el dibujo. En dicha Tabla I todas las velocidades de flujo se dan en moles por hora.



305995

TABLA I

Nº de Flujo y Composición - Moles por hora de Flujo

Componente	23	19	51	11	24	28	21	12	31	36	22
Hidrógeno	467.3	2.4	600.2	0.	1069.9	921.7	1.3	0.	923.0	714.8	1.3
Metano	16.5	12.4	267.0	0.	295.9	295.9	6.8	0.	302.7	302.7	6.8
Etano	8.5	11.3	53.8	0.	73.6	73.6	6.2	0.	79.8	79.8	6.2
Propano	10.8	16.5	31.9	0.	59.2	59.2	9.0	0.	68.2	68.2	9.0
i-Butano	3.1	5.0	5.3	0.	13.4	13.4	2.8	0.	16.2	16.2	2.8
n-Butano	0.9	1.4	1.2	0.	3.5	3.5	0.8	0.	4.3	4.3	0.8
i-Pentano	0.4	0.7	0.2	0.	1.3	1.3	0.4	0.	1.7	1.7	0.4
Ciclohexano	0.	251.2	20.2	0.	271.4	320.8	137.2	0.	458.0	507.4	137.2
Benceno	0.	0.	0.	49.4	49.4	0.	0.	49.4	49.4	0.	0.
Total	507.5	300.9	979.8	49.4	1837.6	1689.4	164.5	49.4	1903.3	1755.1	164.5

Nº de Flujo y Composición - Moles por hora de Flujo

Componente	13	38	44	49	54	18	61	69	72	54'
Hidrógeno	0.	776.1	627.6	621.2	21.0	6.4	1.4	1.4	0.	22.4
Metano	0.	309.5	309.5	276.2	9.2	33.3	7.3	7.3	0.	16.5
Etano	0.	86.0	86.0	55.6	1.8	30.4	6.7	6.7	0.	8.5
Propano	0.	77.2	77.2	33.0	1.1	44.2	9.7	9.7	0.	10.8
i-Butano	0.	19.0	19.0	5.4	0.1	13.6	3.0	3.0	0.	3.1
n-Butano	0.	5.1	5.1	1.3	0.1	3.8	0.8	0.8	0.	0.9
i-Pentano	0.	2.1	2.1	0.2	0.	1.9	0.4	0.3	0.1	0.3
Ciclohexano	0.	644.6	694.1	20.8	0.6	673.3	147.7	0.6	147.1	1.2
Benceno	49.5	49.5	0.	0.	0.	0.	0.	0.	0.	0.
Total	49.5	1969.1	1820.6	1013.7	33.9	806.9	177.0	29.8	147.2	63.7

305995

25



5 Por lo anterior se vé que no se emplea en el procedimiento de la invención ningún equipo de refrigeración o eliminación de calor entre la entrada del reactor 27 y la salida del último reactor 39. De este modo, en el proceso total desde la entrada del primer reactor 27 a la salida del reactor último 39 no se añade ni elimina calor excepto el que entra o sale por los flujos del proceso. Esto representa una marcada ventaja, no sólo en la reducción de los costes de la inversión inicial y costes de mantenimiento del equipo, como se señaló anteriormente, sino también proporciona ventajas de procesado a causa del control de calor más uniforme.

10 En la práctica de la invención, las condiciones de operación en los reactores 27, 32 y 39 pueden variar sobre gamas relativamente amplias. Sin embargo, dichas condiciones de operación están relacionadas entre sí y al cambiar una variable debe considerarse el efecto sobre otras variables. Como se indicó antes, la reacción pueden realizarse a temperaturas dentro de la gama de 149 a 316°C, preferiblemente de 204 a 260°C. El aumento máximo deseable en la temperatura del flujo del proceso a través de cualquier reactor, es aproximadamente 149°C, preferiblemente de 66 a 93°C. Las temperaturas reales empleadas en dichos reactores dependerán hasta cierto punto del tipo particular de catalizador empleado. Catalizadores más activos hacen posible emplear temperaturas más bajas.

25 La presión empleada en dichos reactores 27, 32 y 39 es preferiblemente de aproximadamente 21 a aproximadamente 35 kg/cm<sup>2</sup>. Dichas presiones no son particularmente críticas. La presión se emplea principalmente para aumentar

30

305395

25 FEB



la concentración o presión parcial del hidrógeno y de este modo ayudar al progreso y finalización de la reacción primaria y hacer mínimo o eliminar las reacciones secundarias.

5 Así, las presiones preferidas indicadas son aquellas que se ha visto que son particularmente adecuadas desde un punto de vista de operación práctica, pero que no son de ningún modo críticas, ni limitan el amplio alcance de la invención.

10 La cantidad de hidrógeno presente en el sistema es suficiente para proporcionar una relación molar de hidrógeno a benceno, dentro de la gama de aproximadamente 4:1 a 50:1, preferiblemente 9:1 como mínimo.

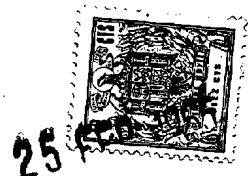
15 La velocidad espacial media (base líquida) en los reactores de hidrogenación puede variar sobre una gama relativamente amplia de aproximadamente 1 a 8, preferiblemente de 2,5 a 4, volúmenes de benceno más diluyente de ciclohexano por volumen de catalizador por hora.

20 Aunque la invención ha sido descrita basándose en el empleo de una pluralidad de reactores que comprende tres reactores, se entenderá que dicha pluralidad de reactores puede ser menos, v.g. 2, o más, v.g. 4, o más reactores. Las modificaciones del sistema ilustrado en el dibujo para emplear menos o más de tres reactores serán evidentes para los expertos en la técnica, a la vista de esta exposición. Por ejemplo, si sólo se emplean dos reactores, el conducto de salida 36 se debería conectar al conducto 44 y aislar al reactor 39 del sistema por medio de válvulas adecuadas en los diversos conductos que llegan y salen de dicho reactor 39, o eliminarlo totalmente. El número real de reactores empleados en un sistema dado dependerá de un número de factores, que incluye la capacidad diaria de flujo deseado,

25

30

305995



5 pureza del material alimentador de benceno, pureza deseada del producto de ciclohexano, cantidad de reciclado de hidrógeno, cantidad de reciclado de diluyente de ciclohexano, y otros. En general, se ha encontrado que un sistema que emplea tres reactores, como el descrito antes, es completamente flexible y se adapta a su acomodación a una amplia variedad de condiciones de procesado.

10 También, aunque la invención ha sido descrita sobre la base de introducir cantidades iguales de benceno en los reactores individuales del sistema, está dentro del alcance de la invención introducir cantidades diferentes de benceno en los reactores individuales. La cantidad de benceno introducida en un reactor determina, en sumo grado, el grado de reacción exotérmica que tiene lugar y una medida del control de temperatura puede obtenerse regulando la cantidad de benceno introducida. Sin embargo, en general, se ha encontrado que el efectuar el control de temperatura por regulación de la cantidad de benceno introducida en los reactores individuales es menos eficaz y por eso  
15 insatisfactorio. De este modo, en la forma preferida de la invención se prefiere introducir cantidades aproximadamente iguales de benceno en los reactores individuales e introducir una cantidad de diluyente de ciclohexano en cada reactor, que sea suficiente para obtener el control de temperatura deseado. Por razones obvias, dicho diluyente de ciclohexano se suministra preferiblemente como producto de ciclohexano reciclado. Sin embargo, está dentro del alcance de la invención emplear como tal diluyente ciclohexano de la pureza requerida procedente de cualquier otra fuente  
20 disponible.  
25  
30



305995

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 26 de noviembre de 1963, bajo el nº. 326.120, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

10

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

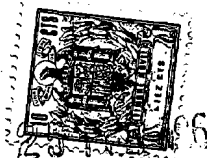
15

1.- Un procedimiento para la producción de ciclohexano que incluye poner en contacto una mezcla que contiene benceno con un catalizador de hidrogenación en condiciones de hidrogenación en una pluralidad de zonas de contacto, caracterizado por hacer pasar hidrógeno en circulación en serie a través de cada una de dichas zonas de contacto, hacer pasar partes individuales de benceno en paralelo a zonas de contacto individuales de dicha pluralidad de zonas de contacto, y hacer pasar partes individuales de diluyente de ciclohexano en paralelo a dichas zonas de contacto individuales de dicha pluralidad de zonas de contacto.

25

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la cantidad de diluyente de ciclohexano suministrada a cada una de dichas zonas de contacto es regulada con objeto de controlar la temperatura

30



305995

dentro de ellas de modo que la temperatura en cada una de dichas zonas de contacto no sobrepase aproximadamente de 316°C.

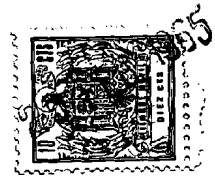
5            3.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que dichas partes individuales de benceno son aproximadamente iguales en cantidad.

10           4.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-3, caracterizado por el hecho de que dicha mezcla es puesta en contacto con el catalizador de hidrogenación dentro de dichas zonas de contacto a una temperatura inicial de reacción dentro de la gama de 149 a 204°C, el efluente es retirado desde cada una de dichas zonas de contacto a una temperatura dentro de la gama de 232 a 316°C, y  
15           la cantidad de diluyente de ciclohexano así suministrada a cada una de dichas zonas de contacto es regulada con objeto de controlar la temperatura dentro de ellas a fin de mantener la temperatura de dichos efluentes dentro de dicha gama de 232 a 316°C.

20           5.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado por el hecho de que el producto de ciclohexano es separado del efluente desde la última zona de contacto de dicha pluralidad de zonas.

25           6.- Un procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que el efluente procedente de dicha última zona de contacto es enfriado, hecho pasar a una zona de separación instantánea, y una parte de la fase líquida que comprende el producto de ciclohexano procedente de dicha zona de separación se hace pasar a cada una de  
30           dichas zonas como dicho diluyente de ciclohexano.

305995



7.- Un procedimiento según cualquiera de las reivin-  
dicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que  
la relación molar de hidrógeno a benceno está dentro de la  
gama desde 4:1 a 50:1.

5            8.- Un procedimiento para la producción de ciclohe-  
xano.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede,  
representado en el dibujo que se acompaña y con los fi-  
nes que se han especificado.

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

Madrid, 25 FEB. 1965

P. A.

Alberto de Escobedo  
Por Fianza

15

BPD/.

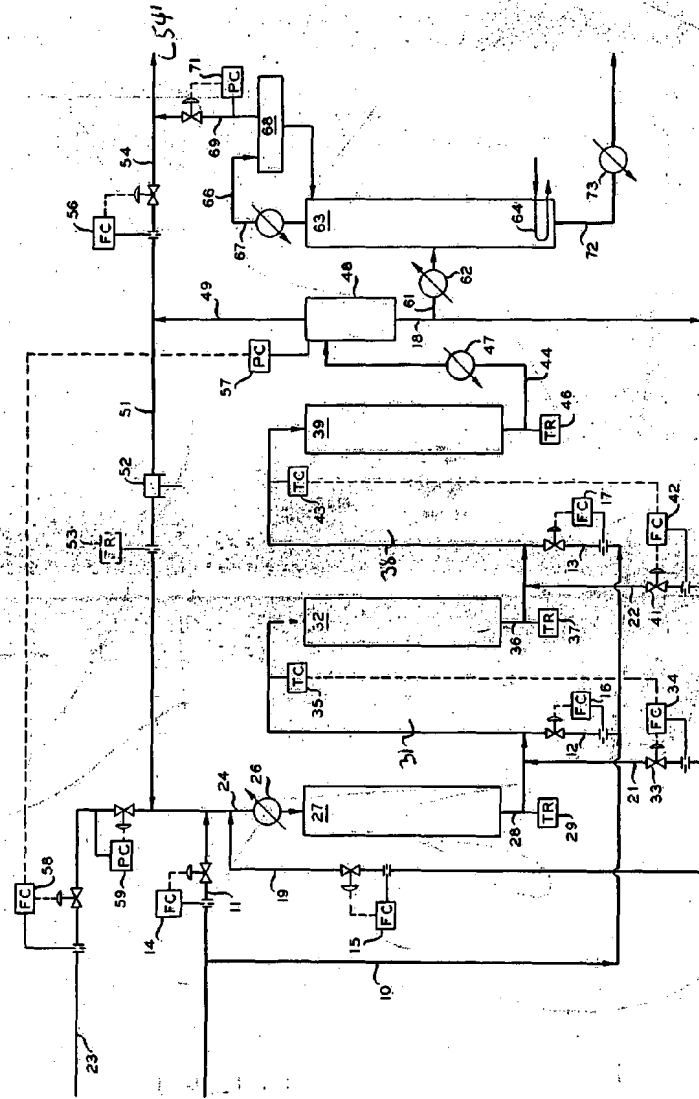
AM 0/26



305995

25

305995



*Antonio de los Angeles*