

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 814 342**

51 Int. Cl.:

C07C 67/303 (2006.01)

C07B 35/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.07.2017 E 17179827 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.06.2020 EP 3424901**

54 Título: **Hidrogenación de compuestos aromáticos**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
26.03.2021

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

POPLOW, FRANK

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 814 342 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

Hidrogenación de compuestos aromáticos

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la hidrogenación de compuestos aromáticos sobre un catalizador sólido, en particular un procedimiento para la preparación de ésteres de ácidos carboxílicos alicíclicos mediante hidrogenación de los correspondientes ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos sobre un catalizador sólido.

Los procedimientos para la hidrogenación de compuestos aromáticos son de importancia central en la industria química. Sirven por ejemplo para la preparación de ácidos carboxílicos alicíclicos o ésteres de ácidos carboxílicos alicíclicos, mediante hidrogenación de ácidos carboxílicos aromáticos o ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos.

10 Los ésteres de ácidos carboxílicos alicíclicos, como por ejemplo los ésteres del ácido ciclohexano-1,2-dicarboxílico, son usados como componente de lubricantes, adhesivos, colores o barnices, o como agentes auxiliares en el procesamiento de metales. Además encuentran aplicación como plastificantes para poliolefinas o PVC.

Los procedimientos para la hidrogenación de ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos hasta los correspondientes ésteres de ácidos carboxílicos alicíclicos, son conocidos por los expertos a partir del estado de la técnica.

15 De este modo, por ejemplo el documento DE 102 32 868 A1 o el documento DE 102 25 565 A1 describen la hidrogenación de ésteres de ácidos policarboxílicos aromáticos en los reactores conectados sucesivamente, en la cual el primer reactor es operado en modo de trayectoria circular (retorno parcial de la descarga del reactor) y el segundo reactor es operado en paso directo. Al respecto, la hidrogenación es ejecutada en fase mixta líquido/gas o fase líquida.

20 La presente invención basó el objetivo en suministrar un procedimiento mejorado para la hidrogenación de compuestos aromáticos, en particular de ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos. Mediante el procedimiento mejorado debería ser posible aprovechar mejor el catalizador. Se muestra un aprovechamiento mejorado del catalizador, por ejemplo, en que para la misma temperatura de hidrogenación se alcanza un rendimiento superior de hidrogenación, o, para un determinado rendimiento de hidrogenación es necesaria una menor temperatura de hidrogenación. Pudiendo lograr un rendimiento determinado de hidrogenación a menor temperatura de hidrogenación, por ejemplo, se eleva la vida útil del catalizador, con lo cual deberían ser posibles intervalos más largos de operación. También, una menor temperatura de hidrogenación debería aportar a una menor formación de productos secundarios. Además, mediante el procedimiento de acuerdo con la invención debería ser posible aprovechar mejor el hidrógeno alimentado a la hidrogenación, con lo cual deberían reducirse las pérdidas de hidrógeno no usado para la hidrogenación.

El objetivo es logrado mediante un procedimiento para la hidrogenación de compuestos aromáticos sobre un catalizador sólido, en presencia de un gas que contiene hidrógeno, que comprende un primer reactor que es operado en modo de trayectoria circular,

35 un segundo reactor que es operado en paso directo, en el que al menos una parte de la descarga del primer reactor es conducida al segundo reactor como alimentación, caracterizado porque, el primer reactor está diseñado como reactor de lecho con escurrimiento y es operado en modo de lecho con escurrimiento, y porque el segundo reactor es operado de modo que el catalizador allí presente es parcialmente inundado.

40 En el procedimiento de acuerdo con la invención, la hidrogenación de los compuestos aromáticos es ejecutada de modo continuo o discontinuo. Se prefiere que la hidrogenación sea ejecutada de modo continuo.

En el procedimiento de acuerdo con la invención los compuestos aromáticos son hidrogenados hasta sus compuestos alicíclicos. Los compuestos aromáticos que pueden ser usados en el procedimiento de acuerdo con la invención son, por ejemplo, fenoles, ácidos carboxílicos aromáticos o ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos. Se prefieren los ácidos carboxílicos aromáticos o ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos. Los ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos son preferidos de modo particular.

50 Los ácidos carboxílicos aromáticos pueden exhibir uno o varios grupos ácido carboxílico. De este modo, los ácidos carboxílicos aromáticos exhiben por ejemplo uno, dos o tres grupos ácido carboxílico. Los grupos ácido carboxílico están unidos con un anillo aromático mediante un carbono carbonílico. Los ácidos carboxílicos aromáticos exhiben uno o varios anillos aromáticos. Para varios anillos aromáticos, los anillos aromáticos pueden estar por ejemplo fusionados con otro anillo y/o unidos por un puente. Si el ácido carboxílico aromático exhibe varios anillos aromáticos y varios grupos ácido carboxílico, los grupos ácido carboxílico pueden encontrarse en un anillo aromático o en diferentes anillos aromáticos.

Los ácidos carboxílicos aromáticos, que exhiben un grupo ácido carboxílico son denominados como ácidos monocarboxílicos aromáticos. Los ácidos monocarboxílicos aromáticos son por ejemplo ácido benzoico o ácido 1-naftoico, en lo cual se prefiere el ácido benzoico.

5 Los ácidos carboxílicos aromáticos, que exhiben dos grupos ácido carboxílico son denominados como ácidos dicarboxílicos aromáticos. Los ácidos dicarboxílicos aromáticos son por ejemplo ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido 1,2-naftalenodicarboxílico, ácido 1,3-naftalenodicarboxílico, ácido 1,4-naftalenodicarboxílico, ácido 1,5-naftalenodicarboxílico, ácido 1,7-naftalenodicarboxílico o ácido 1,8-naftalenodicarboxílico, en los que se prefieren ácido ftálico, ácido isoftálico o ácido tereftálico.

10 Los ácidos carboxílicos aromáticos, que exhiben más de dos grupos ácido carboxílico son denominados como ácidos policarboxílicos aromáticos. Los ácidos policarboxílicos aromáticos son por ejemplo ácido hemimelítico, ácido trimelítico, ácido trimesínico o ácido benceno-1,2,3,4-tetracarboxílico, en los que se prefiere el ácido trimelítico.

15 Los ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos son obtenidos por ejemplo mediante esterificación de ácidos carboxílicos aromáticos con alcoholes o por transesterificación de ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos. Si un ácido carboxílico aromático exhibe más de un grupo ácido carboxílico, por regla general se prefiere esterificar todos los grupos ácido carboxílico que sea posible. Al respecto, los grupos ácido carboxílico pueden ser esterificados, independientemente uno de otro, con el mismo o con diferentes alcoholes. Por regla general se prefiere que los grupos ácido carboxílico sean esterificados con el mismo alcohol o con una mezcla de isómeros de un alcohol.

Las reacciones de esterificación y reacciones de transesterificación son conocidas por los expertos (véase por ejemplo el documento WO 2015/082676).

20 Debido a una esterificación que no transcurre de manera completa, puede ser que al menos una parte de los grupos ácido carboxílico aromáticos no sea esterificada. Con ello, en la esterificación pueden surgir también mezclas de ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos con diferente grado de esterificación. De este modo, en la esterificación pueden surgir, independientemente de los compuestos de partida, por ejemplo cualesquier mezclas de ésteres de ácidos monocarboxílicos aromáticos, ésteres de ácidos dicarboxílicos aromáticos y ésteres de ácidos policarboxílicos aromáticos.

Un alcohol es un compuesto químico individual o una mezcla de isómeros. Un alcohol puede exhibir uno o varios grupos hidroxilo. Un alcohol, que exhibe un grupo hidroxilo es denominado como monool. Un alcohol, que exhibe dos grupos hidroxilo es denominado como diol. Un alcohol, que exhibe más de dos grupos hidroxilo es denominado como poliol.

30 Un alcohol exhibe preferiblemente 1 a 18, más preferiblemente 3 a 13, de modo particular preferiblemente 8 a 13 y de modo muy particular preferiblemente 9 átomos de carbono.

Un alcohol es por ejemplo lineal o ramificado. Un alcohol es por ejemplo un alquil-, cicloalquil- o alcoxilalquilalcohol. Se prefiere que un alcohol sea un alquilalcohol. Se prefiere más que un alcohol sea un alquilmonool.

35 Un alquilmonool con 8 a 13 átomos de carbono es por ejemplo n-octanol, iso-octanol, 2-etilhexanol, n-nonanol, 2-propilhexanol, iso-nonanol, n-decanol, iso-decanol, 2-propilheptanol, n-undecanol, iso-undecanol, n-dodecanol, iso-dodecanol, n-tridecanol o iso-tridecanol. Se prefieren los alquilmonooles con 9 átomos de carbono. Se prefiere de modo particular iso-nonanol.

40 El iso-octanol, iso-nonanol, iso-decanol, iso-undecanol, iso-dodecanol o iso-tridecanol no son compuestos individuales, sino que son una mezcla de diferentes isómeros. La composición exacta de una mezcla de isómeros así depende de las condiciones de preparación y/o de los compuestos de partida usados. Dependiendo de las condiciones de preparación y/o de los compuestos de partida usados, en el documento WO 2015/082676 se divulgan a modo de ejemplo composiciones de posibles mezclas de isómeros.

45 Los alcoholes mencionados anteriormente o sus mezclas de isómeros pueden ser preparados de acuerdo con procedimientos conocidos por los expertos (véase por ejemplo Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 2013 Wiley-VCH, doi: 10.1002/14356007.a01_279.pub2 o WO 2015/082676).

Los ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos, que exhiben un grupo éster son denominados como ésteres de ácidos monocarboxílicos aromáticos. Los ésteres de ácidos monocarboxílicos aromáticos son por ejemplo monometiléster de ácido ftálico, monoglicoléster de ácido ftálico, monometiléster de ácido tereftálico, monoglicoléster de ácido tereftálico, monometiléster de ácido isoftálico o monoglicoléster de ácido isoftálico.

50 Los ésteres de ácidos monocarboxílicos aromáticos son por ejemplo también ésteres del ácido benzoico. Al respecto, el ácido benzoico puede estar esterificado con monooles, dioles o polioles. Por ejemplo, son ésteres de ácido benzoico con monooles iso-octilbenzoato, 2-etilhexilbenzoato, iso-nonilbenzoato, iso-decilbenzoato o 2-

propilheptilbenzoato. Por ejemplo son ésteres del ácido benzoico con dioles glicoldibenzoato, dietilenglicoldibenzoato, trietilenglicoldibenzoato o propilenglicoldibenzoato.

Entre los monoésteres de ácidos carboxílicos aromáticos se prefieren iso-nonilbenzoato, iso-decilbenzoato o 2-propilheptilbenzoato. De modo particular se prefieren iso-nonilbenzoato o iso-decilbenzoato.

5 Los ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos, que exhiben los grupos éster son denominados como ésteres de ácidos dicarboxílicos. Son ésteres de ácidos dicarboxílicos aromáticos por ejemplo diésteres de ácido ftálico, diésteres de ácido isoftálico, diésteres de ácido tereftálico, diésteres de ácido 1,2-naftalenodicarboxílico, diésteres de ácido 1,3-naftalenodicarboxílico, diésteres de ácido 1,4-naftalenodicarboxílico, diésteres de ácido 1,5-naftalenodicarboxílico, diésteres de ácido 1,7-naftalenodicarboxílico o diésteres de ácido 1,8-naftalenodicarboxílico, en los que se prefieren diésteres de ácido ftálico o diésteres de ácido tereftálico. De modo particular se prefieren diésteres de ácido ftálico.

10 Son diésteres de ácido ftálico por ejemplo, dimetiléster de ácido ftálico, dietiléster de ácido ftálico, di-n-propiléster de ácido ftálico, di-iso-propiléster de ácido ftálico, di-n-butiléster de ácido ftálico, di-iso-butiléster de ácido ftálico, di-tert-butiléster de ácido ftálico, diglicoléster de ácido ftálico, n-octiléster de ácido ftálico, iso-octiléster de ácido ftálico, di-2-etilhexiléster de ácido ftálico, di-n-noniléster de ácido ftálico, iso-noniléster de ácido ftálico. Se prefieren di-n-deciléster de ácido ftálico, di-iso-deciléster de ácido ftálico, di-2-propilheptiléster de ácido ftálico, di-n-undeciléster de ácido ftálico, di-iso-undeciléster de ácido ftálico, di-n-dodeciléster de ácido ftálico o di-iso-dodeciléster de ácido ftálico. Se prefieren más di-iso-noniléster de ácido ftálico, di-iso-deciléster de ácido ftálico o di-2-propilheptiléster de ácido ftálico. Se prefieren de modo particular di-iso-noniléster de ácido ftálico o di-2-propilheptiléster de ácido ftálico. De modo particular se prefiere di-iso-noniléster de ácido ftálico.

15 Son diésteres de ácido tereftálico por ejemplo dimetiléster de ácido tereftálico, dietiléster de ácido tereftálico, di-n-propiléster de ácido tereftálico, di-iso-propiléster de ácido tereftálico, di-n-butiléster de ácido tereftálico, di-iso-butiléster de ácido tereftálico, di-tert-butiléster de ácido tereftálico, diglicoléster de ácido tereftálico, n-octiléster de ácido tereftálico, iso-octiléster de ácido tereftálico, di-2-etilhexiléster de ácido tereftálico, di-n-noniléster de ácido tereftálico, di-iso-noniléster de ácido tereftálico, di-n-deciléster de ácido tereftálico, di-iso-deciléster de ácido tereftálico, di-2-propilheptiléster de ácido tereftálico, di-n-undeciléster de ácido tereftálico, di-iso-undeciléster de ácido tereftálico, di-n-dodeciléster de ácido tereftálico o di-iso-dodeciléster de ácido tereftálico. Se prefiere di-2-etilhexiléster de ácido tereftálico.

20 Entre los ésteres de ácidos dicarboxílicos aromáticos se prefieren di-iso-noniléster de ácido ftálico, di-iso-deciléster de ácido ftálico, di-2-propilheptiléster de ácido ftálico o di-2-etilhexiléster de ácido tereftálico. Se prefieren más di-iso-noniléster de ácido ftálico o di-2-etilhexiléster de ácido tereftálico. De modo particular se prefiere di-iso-noniléster de ácido ftálico.

25 Los ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos, que exhiben más de dos grupos éster son denominados también como ésteres de ácidos policarboxílicos aromáticos. Los ésteres de ácidos policarboxílicos aromáticos son obtenidos por ejemplo mediante esterificación de ácido hemimelítico, ácido trimelítico, ácido trimesínico o ácido benceno-1,2,3,4-tetracarboxílico con un alcohol o una mezcla de alcoholes.

30 Los productos principales que son obtenidos mediante el procedimiento de acuerdo con la invención, por hidrogenación de los compuestos aromáticos, dependen por ejemplo de las condiciones de hidrogenación, como temperatura y/o presión y/o el catalizador usado. En el marco de la presente invención, los productos principales de la hidrogenación son denominados también como productos de hidrogenación.

35 En el marco de la presente invención, en la hidrogenación de compuestos aromáticos, como productos de hidrogenación se obtienen los compuestos alicíclicos. Si los compuestos aromáticos son ácidos carboxílicos aromáticos, como productos de hidrogenación se obtienen los ácidos carboxílicos alicíclicos. Si los compuestos aromáticos son ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos, como productos de hidrogenación se obtienen los ésteres de ácidos carboxílicos alicíclicos.

40 De este modo, mediante el procedimiento de acuerdo con la invención, como producto de hidrogenación por ejemplo de di-iso-noniléster de ácido ftálico puede obtenerse el di-(isononil)-1,2-ciclohexanodicarboxilato, como producto de hidrogenación de di-2-propilheptiléster de ácido ftálico puede obtenerse el di-(2-propilheptil)-1,2-ciclohexanodicarboxilato, como producto hidrogenación de di-iso-decilftalato de ácido ftálico puede obtenerse di-2(isodecil)-1,2-ciclohexanodicarboxilato o de di-2-etilhexiléster de ácido tereftálico como producto de hidrogenación puede obtenerse di-(2-etilhexil)-1,4-ciclohexanodicarboxilato.

45 En el procedimiento de acuerdo con la invención los compuestos aromáticos son hidrogenados sobre un catalizador sólido, en presencia de un gas que contiene hidrógeno. Se prefiere que los compuestos aromáticos sean hidrogenados de manera continua sobre un catalizador sólido, en presencia de un gas que contiene hidrógeno.

Se prefiere que el catalizador esté dispuesto en el lecho sólido como balastado o empaque aleatorio en el primer y segundo reactores. Se prefiere más que el catalizador esté dispuesto en el lecho sólido como balastado aleatorio en el primer y segundo reactores. Al respecto, un reactor puede contener uno o varios lechos de catalizador conectados en serie. Para varios lechos de catalizador conectados en serie, la longitud de los lechos de catalizador puede variar.

- 5 Se prefiere que el volumen de catalizador esté dividido en una relación de 85:15 a 60:40 entre el primer y segundo reactores.

Para la hidrogenación de compuestos aromáticos, preferiblemente para la hidrogenación de ácidos carboxílicos aromáticos o ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos hasta los correspondientes ácidos carboxílicos alicíclicos o ésteres de ácidos carboxílicos alicíclicos, el catalizador contiene preferiblemente metales y/u óxidos de metales de los grupos VI a VIII secundarios del Sistema Periódico de Elementos, en particular platino, rodio, paladio, cobalto, níquel y/o rutenio como componente catalíticamente activo, en los que se prefiere de modo particular el rutenio. Un catalizador así puede contener además metales y/u óxidos metálicos de los grupos V o IX secundarios del Sistema Periódico de Elementos, en particular renio y/o cobre. Los metales y/u óxidos metálicos pueden estar depositados sobre un material de soporte. Si los metales y/u óxidos metálicos están depositados sobre un material de soporte, por regla general en la preparación de un catalizador así se usa un material de soporte con un promedio de diámetro de poro que está en el intervalo de 2 a 50 nm (la determinación del promedio de diámetro de poro ocurre mediante porosimetría HG, en particular de acuerdo con DIN 66133). El material de soporte puede contener carbón activado, carburo de silicio, óxido de aluminio, óxido de silicio, silicato de alúmina, dióxido de titanio, dióxido de zirconio, óxido de magnesio, óxido de zinc o una mezcla de dos o más de los componentes mencionados. El material de soporte puede contener, aparte de los metales alcalinos, óxidos de metales alcalinos, metales alcalinotérreos, óxidos de metales alcalinotérreos y/o azufre. Por ejemplo en los documentos EP-B1 1042273B1, DE-A 10232868, DE-A 10225565 o EP-A2 1676828 se describen catalizadores que son preferiblemente adecuados para la hidrogenación de compuestos aromáticos, en particular ácidos carboxílicos aromáticos o ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos. Un catalizador más preferido exhibe por ejemplo un contenido de Ru de 0,45 a 0,55 de porcentaje en peso, referido al peso del material de soporte, una superficie específica de 220 a 290 m²/g (BET, ISO 9277) y un volumen de poro 0,48 a 0,62 ml/g (porosimetría con Hg, DIN 66133), el material de soporte comprende óxido de aluminio. Otro catalizador más preferido exhibe por ejemplo un contenido de Ru de 0,3 a 0,45 porcentaje en peso referido al peso del material de soporte, una superficie específica de 310 a 360 m²/g (BET, ISO 9277) y un volumen de poro de 0,7 a 0,9 ml/g (porosimetría con Hg, DIN 66133), el material de soporte comprende óxido de silicio.

30 Un gas que contiene hidrógeno es cualquier mezcla de gas que contiene hidrógeno, que no contiene cantidades dañinas de venenos para el catalizador, como monóxido de carbono y/o compuestos de azufre. Un gas que contiene hidrógeno puede contener un medio inerte. Bajo las condiciones de reacción, un medio inerte no reacciona con los reactivos, productos y el catalizador. Un medio inerte puede ser nitrógeno, metano, helio, argón o una mezcla de estos. Se prefiere que como gas que contiene hidrógeno se use hidrógeno tan puro como sea posible. El hidrógeno tan puro como es posible exhibe una pureza de por lo menos 90 por ciento, preferiblemente por lo menos 95 por ciento y de modo particular preferiblemente por lo menos 98 por ciento. El uso de hidrógeno tan puro como es posible tiene como ventaja que se reduce la acumulación del medio inerte en el espacio de reacción. Una acumulación del medio inerte en el espacio de reacción conduciría a una reducción de la presión parcial de hidrógeno, lo cual tendría un efecto negativo sobre el rendimiento espacio-tiempo de la reacción de hidrogenación.

40 De acuerdo con el procedimiento de acuerdo con la invención, pueden hidrogenarse de manera continua compuestos aromáticos, preferiblemente ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos, en un catalizador sólido y en presencia de un gas que contiene hidrógeno con una fracción de hidrógeno de por lo menos 95 por ciento y preferiblemente por lo menos 98 por ciento.

45 La cantidad de hidrógeno que es usada en el procedimiento de acuerdo con la invención corresponde por lo menos a la cantidad estequiométrica que es necesaria para la hidrogenación de los compuestos aromáticos. sin embargo, se prefiere usar un exceso de hasta 30 por ciento sobre la cantidad estequiométrica necesaria para la hidrogenación. Además, se prefiere que se use un exceso de hasta 20 por ciento y más preferiblemente un exceso de hasta 10 por ciento sobre la cantidad estequiométrica requerida.

50 El procedimiento de acuerdo con la invención para la hidrogenación de los compuestos aromáticos comprende un primer reactor, el cual es operado en modo de trayectoria circular y un segundo reactor que es operado en paso directo. Al respecto, el segundo reactor está conectado con el primer reactor, de modo que al menos una parte de la descarga del primer reactor es conducida al segundo reactor. Se prefiere que el primero y en el segundo reactor se trate de un reactor de tubos, en particular se trate de un reactor de tubos verticales. así mismo se prefiere que el primero y el segundo reactores no exhiban dispositivos de calentamiento o enfriamiento.

55 En lugar del primer reactor, que es operado en modo de trayectoria circular, pueden usarse también varios reactores, que son operados en modo de trayectoria circular y están conectados en serie o paralelo. En lugar del

segundo reactor, que es operado en paso directo, pueden usarse también varios reactores que son operados en paso directo y están conectados en serie o paralelo. Sin embargo, se prefiere que sólo un reactor sea usado en modo de trayectoria circular y sólo un reactor en paso directo.

5 Cada uno de los reactores puede contener uno o varios lechos de catalizador, en los que los lechos de catalizador están conectados en serie. Los derechos de catalizador pueden variar en su longitud.

El primer reactor en modo de trayectoria circular está diseñado como reactor de lecho con escurrimiento y es operado en modo de lecho con escurrimiento. Aunque no es preferido, en general es posible operar el primer reactor como reactor de trayectoria circular en modo de operación de fondo.

10 Como alimentación se suministran al primer reactor corriente circulante y alimentación fresca. Para ello puede mezclarse la corriente circulante por ejemplo con la alimentación fresca y suministrarse la mezcla al primer reactor. Sin embargo, la corriente circulante y la alimentación fresca pueden ser suministradas separadamente también al primer reactor. La alimentación fresca contiene compuestos aromáticos que deberían ser hidrogenados en el marco del procedimiento de acuerdo con la invención. La carga de líquido del catalizador con alimentación fresca es preferiblemente 50 a 1000 kg_{alimentación fresca} / (hora * m³_{volumen total de catalizador}). El volumen total de catalizador se trata del
15 volumen de catalizador que está distribuido en los reactores usados. Se prefiere más que la carga de líquido del catalizador con alimentación fresca sea de 100 a 500 kg_{alimentación fresca} / (hora * m³_{volumen total de catalizador}).

20 La alimentación exhibe preferiblemente una temperatura de 70 a 150°C y más preferiblemente una temperatura de 80 a 120°C, cuando ésta es suministrada al primer reactor. De este modo, la alimentación exhibe por ejemplo una temperatura de 85, 90, 95, 100, 105, 110 o 115°C. Si se suministran separadamente corriente circulante y alimentación fresca al primer reactor, estas exhiben, independientemente una de otra, preferiblemente una temperatura de 70 a 150°C y más preferiblemente una temperatura de 80 a 120°C. De este modo, la corriente circulante y la alimentación fresca pueden exhibir por ejemplo, independientemente una de otra, una temperatura de 85, 90, 95, 100, 105, 110 o 115°C.

25 La descarga del primer reactor es separada en una corriente circulante y en una corriente de hidrogenación. La corriente circulante es retornada al primer reactor, la corriente de hidrogenación es suministrada al segundo reactor de la hidrogenación adicional. La partición de la descarga del primer reactor en una corriente circulante y en una corriente de hidrogenación puede ocurrir de acuerdo con procedimientos conocidos por los expertos para la división de la corriente, por ejemplo mediante una plantilla de bombas con rebose, o un divisor de corriente. Se prefiere que antes del retorno al primer reactor, la corriente circulante sea enfriada. La descarga es retirada del primer reactor en
30 la parte inferior, por ejemplo en el piso.

La relación de circulación entre corriente circulante y corriente de hidrogenación es preferiblemente 1:1 a 20:1. Se prefiere más que la relación de circulación sea 2:1 a 15:1. De modo particular se prefiere que la relación de circulación sea 4:1 a 10:1. Así, la relación de circulación por ejemplo es 5:1, 6:1, 7:1, 8:1 o 9:1.

35 En la descarga del primer reactor, el rendimiento de hidrogenación de los compuestos aromáticos es preferiblemente 80 a 98 por ciento referido al rendimiento total de hidrogenación en el primer y segundo reactores, más preferiblemente 85 a 95 por ciento. Si como compuestos aromáticos se usan por ejemplo ácidos carboxílicos aromáticos o ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos, el rendimiento de hidrogenación es preferiblemente 80 a 98 por ciento referido al rendimiento total de hidrogenación en el primer y segundo reactores y más preferiblemente 85 a 95 por ciento. De este modo, el rendimiento de hidrogenación en el primer reactor es por ejemplo 86, 88, 90, 92 o
40 94 por ciento.

Puesto que por regla general la descarga del primer reactor exhibe una temperatura mayor que la alimentación fresca cuando ésta es suministrada al primer reactor, puede enfriarse la descarga del primer reactor, antes de que ésta sea separada en una corriente circulante y una corriente de hidrogenación. También puede enfriarse la corriente circulante después de la separación de la descarga del primer reactor. El enfriamiento de la descarga y/o de la corriente circulante puede ocurrir en uno o varios intercambiadores de calor. Puede ser ventajoso conectar el calor del enfriamiento de la descarga y/o de la corriente circulante con el calentamiento de la alimentación fresca.

45 La relación de circulación entre corriente circulante y alimentación fresca es en el primer reactor preferiblemente 1:1 a 20:1. Se prefiere más que la relación de circulación sea 2:1 a 15:1. Se prefiere de modo particular que la relación de circulación sea 4:1 a 10:1. De este modo, la relación de circulación puede ser por ejemplo 5:1, 6:1, 7:1, 8:1 o 9:1.

50 La corriente circulante y la alimentación fresca son suministradas al primer reactor de modo que se garantiza una distribución de los líquidos tan uniforme como sea posible sobre la sección transversal del reactor. Esto tiene como ventaja un aprovechamiento tan uniforme como es posible del catalizador. El suministro de corriente circulante y alimentación fresca puede ocurrir para ello mediante una o varias tuberías de alimentación distribuidas sobre la sección transversal del reactor. Las tuberías de alimentación se encuentran en la parte superior del reactor, sobre el

catalizador. Además, en el reactor, por encima del catalizador y por debajo de las tuberías de alimentación pueden estar dispuestos uno o varios dispositivos de distribución, como capas de distribución.

5 La carga de líquidos del catalizador (velocidad de tubo vacío) en el primer reactor es preferiblemente 30 a 180 m/h, más preferiblemente 50 a 150 m/h y de modo particular preferiblemente 60 a 120 m/h. De este modo, la velocidad de tubo vacío en el primer reactor es por ejemplo 70, 80, 85, 90, 95, 100, 105, 110 o 115 m/h. Una carga de líquido suficientemente alta asegura una humectación completa de la totalidad del lecho de catalizador. De este modo se evita que se formen madejas de líquido y una parte del catalizador permanezca sin usarse. Aparte de ello, el intercambio de materia es tanto más intenso, cuanto más elevada de la carga de líquido. Mediante ello puede influirse positivamente por ejemplo en el rendimiento espacio-tiempo.

10 La hidrogenación de los compuestos aromáticos puede ser ejecutada en ausencia o presencia de un solvente inerte. Como solventes inertes son adecuados todos los líquidos que, bajo las condiciones de reacción, no reaccionan con los reactivos, productos y el catalizador, que forman soluciones homogéneas con los reactivos y los productos y se dejan separar fácilmente de los productos. El solvente inerte puede ser también una mezcla de diferentes líquidos. Un solvente inerte puede ser por ejemplo el producto de hidrogenación de la hidrogenación que transcurre en cada caso, una mezcla de isómeros de hidrocarburos de cadena larga, o una mezcla de isómeros de alcoholes con 9 a 13 átomos de carbono.

15 El uso de un solvente inerte tiene como ventaja por ejemplo, que se deja controlar mejor el aumento de temperatura de la hidrogenación.

20 Si la hidrogenación de los compuestos aromáticos es llevada a cabo en presencia de un solvente inerte, el solvente inerte puede ser suministrado al primer reactor con la corriente circulante y/o la alimentación fresca. Al respecto, el solvente inerte puede ser mezclado con la corriente circulante y/o la alimentación fresca, antes de alimentar con ello la mezcla obtenida al primer reactor.

25 Si el primer reactor exhibe varios lechos de catalizador conectados en serie, el solvente inerte puede también ser suministrado al primer reactor entre los lechos de catalizador. Esto puede ocurrir independientemente de si al primer reactor se suministra solvente inerte con la corriente circulante y/o la alimentación fresca. Si el solvente inerte es suministrado al primer reactor entre los lechos de catalizador, puede ser mezclado con gas que contiene hidrógeno.

30 El gas que contiene hidrógeno es suministrado al primer reactor. Al respecto, el gas que contiene hidrógeno es suministrado al primer reactor separadamente o mezclado con la corriente circulante y/o alimentación fresca. Se prefiere que el gas que contiene hidrógeno sea suministrado al primer reactor separadamente de la corriente circulante y/o alimentación fresca. Si el gas que contiene hidrógeno es suministrado separadamente al primer reactor, ello puede ocurrir mediante una o varias tuberías de conducción distribuidas sobre la sección transversal del reactor. La corriente que tiene hidrógeno es suministrada al primer reactor en la misma dirección de la corriente o en contracorriente, en lo cual se prefiere que el gas que contiene hidrógeno sea suministrado al primer reactor en la misma dirección de la corriente. Si el gas que contiene hidrógeno es suministrado al primer reactor en la misma dirección de la corriente, por regla general se encuentran, en la parte superior del reactor, por encima del catalizador, una o varias tuberías de conducción para el gas que contiene hidrógeno.

35 Si el primer reactor exhibe varios lechos de catalizador conectados en serie, una parte del gas que contiene hidrógeno puede ser suministrada al primer reactor también entre los lechos de catalizador. Esto tiene como ventaja que puede controlarse mejor la generación de calor de la reacción de hidrogenación. Para ello, el gas que contiene hidrógeno puede ser suministrado al primer reactor, directamente o mezclado con un solvente inerte.

40 La hidrogenación de los compuestos aromáticos en el primer reactor puede ser ejecutada de modo adiabático, politrópico o prácticamente isotérmico, es decir con una elevación de temperatura típicamente inferior a 10 a 15 °C.

45 En general se prefiere ejecutar la hidrogenación de los compuestos aromáticos en el primer reactor, de modo ampliamente adiabático. Al respecto, la hidrogenación de los compuestos aromáticos es ejecutada de modo que la descarga, a la salida del primer reactor exhibe preferiblemente una temperatura de 90 a 180°C o menos. Es más preferido que la descarga a la salida del primer reactor exhiba una temperatura de 90 a 160°C o menos.

50 La temperatura de la descarga a la salida del primer reactor depende por ejemplo de la temperatura de la alimentación fresca, de la temperatura de la corriente circulante que es suministrada al primer reactor, del rendimiento de hidrogenación en el primer reactor, de la relación entre alimentación fresca y corriente circulante y/o de la relación entre corriente de hidrogenación y corriente circulante.

Para la hidrogenación de los compuestos aromáticos, la presión en el primer reactor preferiblemente es de 50 a 500 bar, más preferiblemente 100 a 400 bar y de modo particular preferiblemente 200 a 280 bar. De este modo, en el primer reactor la presión puede ser por ejemplo 210, 220, 230, 240, 250, 260 o 270 bar.

Si como compuestos aromáticos se usan ácidos carboxílicos aromáticos o ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos, la presión en el primer reactor es preferiblemente 50 a 500 bar, más preferiblemente 100 a 400 bar, de modo particular preferiblemente 150 a 300 bar y de modo particular preferiblemente 200 a 280 bar. De este modo, la presión en el primer reactor puede ser por ejemplo 210, 220, 230, 240, 250, 260 o 270 bar.

5 El segundo reactor es operado en paso directo. El catalizador en el segundo reactor está parcialmente inundado. Se prefiere que la parte no inundada del catalizador en el segundo reactor sea operada en modo de escurrimiento. Puede generarse una inundación del catalizador mediante acumulación y sostenimiento de las alimentaciones del segundo reactor. Los procedimientos para la acumulación y sostenimiento de líquidos en reactores o recipientes son conocidos por los expertos. El grado de inundación del catalizador puede ser controlado por ejemplo mediante
10 medición de una diferencia de presión, en combinación con una regulación de la corriente volumétrica de descarga del segundo reactor.

Para una inundación parcial del catalizador, se rodea una parte del volumen de catalizador por una fase líquida continua. Preferiblemente el catalizador en el segundo reactor es inundado de modo que 10 a 98 por ciento del volumen de catalizador está rodeado por una fase líquida continua. Se prefiere más que 15 a 95 por ciento del
15 volumen de catalizador esté rodeado por una fase líquida continua. De modo particular se prefiere que 50 a 95 por ciento del volumen de catalizador esté rodeado por una fase líquida continua. De este modo, para una inundación al menos parcial del catalizador, por ejemplo 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85 o 90 por ciento del volumen de catalizador pueden estar rodeado por una fase líquida continua.

La corriente de hidrogenación forma la alimentación del segundo reactor. La corriente de hidrogenación es
20 suministrada al segundo reactor en la parte superior del reactor, por encima del catalizador. Se prefiere que la corriente de hidrogenación del segundo reactor sea suministrada de modo que se garantiza una distribución tan uniforme como es posible de la corriente de hidrogenación sobre la sección transversal del reactor. Esto tiene como ventaja un aprovechamiento tan uniforme como es posible del catalizador. El suministro de la corriente de hidrogenación puede ocurrir mediante una o varias tuberías de conducción, distribuidas sobre la sección transversal
25 del reactor. Las tuberías de conducción se encuentran en la parte superior del reactor, por encima del catalizador. Además, en el reactor pueden estar dispuestos, por encima del catalizador y por debajo de las tuberías de conducción, uno o varios dispositivos de distribución, como capas de distribución. Por regla general al segundo reactor no se suministra gas fresco que contiene hidrógeno aunque en general esto es posible.

La corriente de hidrogenación exhibe preferiblemente una temperatura de 80 a 180°C y más preferiblemente una
30 temperatura de 90 a 160°C, cuando es suministrada al segundo reactor. De este modo, la corriente de hidrogenación puede exhibir por ejemplo una temperatura de 95, 105, 110, 115, 120, 125, 130, 135, 140, 145, 150 o 155°C, cuando es suministrada al segundo reactor. Para ajustar una temperatura correspondiente de la corriente de hidrogenación, puede calentarse o enfriarse ésta por ejemplo mediante intercambiadores de calor.

En una forma de realización preferida, el segundo reactor comprende en forma de un reactor de tubos verticales, en
35 la parte superior un espacio libre y en la parte inferior un primer y un segundo compartimiento. El primer compartimiento está diseñado como cilindro abierto hacia arriba y forma un espacio anular. El segundo compartimiento forma un espacio vacío anular que rodea el espacio anular. El primer compartimiento está dispuesto de modo esencialmente concéntrico con el segundo reactor. La pared exterior del primer compartimiento y la pared interior del segundo reactor forman el espacio vacío anular. El espacio anular y el espacio vacío anular que rodea el
40 espacio anular están abiertos hacia la parte superior del reactor. El espacio anular y el espacio vacío anular que rodea el espacio anular están conectados en el plano de su sección transversal, de modo que no conducen fluidos. La parte inferior del segundo reactor se extiende preferiblemente sobre el 30 a 80 por ciento inferior del volumen interior del reactor. La parte superior del segundo reactor se extiende preferiblemente sobre el 70 a 20 por ciento superior del volumen interior reactor.

La descarga del primer reactor es suministrada al segundo reactor en la parte superior del segundo reactor en la
45 zona del espacio libre. La descarga del primer reactor es suministrada al segundo reactor preferiblemente de modo que se garantiza una distribución tan homogénea como sea posible de la descarga del primer reactor sobre la sección transversal de reactor del segundo reactor. El suministro de la descarga del primer reactor puede ocurrir para ello mediante una o varias tuberías de conducción distribuidas sobre la sección transversal del reactor. Las
50 tuberías de conducción se encuentran en la parte superior del reactor en la zona del espacio libre. Así mismo, en la parte superior y entre las tuberías de conducción pueden estar dispuestos uno o varios dispositivos de distribución, como chapas de distribución.

El catalizador está dispuesto en el espacio anular o el espacio vacío anular. Se prefiere que el catalizador esté
55 dispuesto en el espacio anular. El espacio anular o el espacio vacío anular pueden contener uno o varios lechos de catalizador. Si el espacio anular o el espacio vacío anular contienen varios lechos de catalizador, por regla general estos están conectados en serie. La longitud de los lechos individuales de catalizador puede variar.

El compartimiento que contiene el catalizador es operado en paso directo, en lo cual catalizador está inundado parcialmente. La parte del catalizador que no está inundada es operada preferiblemente en modo de escurrimiento.

5 El compartimiento que no contiene el catalizador está conectado con el primer reactor de modo que conduce líquido. La parte de la alimentación del segundo reactor, que es suministrada a este compartimiento es retornada al menos parcialmente al primer reactor y representa con ello la corriente circulante. Esto tiene como ventaja por ejemplo que la descarga del primer reactor puede ser suministrada al segundo reactor sin separación previa en una corriente de hidrogenación y en una corriente circulante.

10 De esta forma, puede preferirse que el segundo reactor en forma de un reactor vertical de tubos comprenda un primer compartimiento, para la admisión del catalizador, formado como cilindro abierto hacia arriba, dispuesto de modo esencialmente concéntrico y un segundo compartimiento, para la admisión de un volumen de fase líquida, formado como espacio anular entre la pared exterior del primer compartimiento la pared interior del reactor. Se prefiere más que el segundo compartimiento esté conectado con conducción del líquido, al primer reactor.

15 Si el catalizador está dispuesto en el primer compartimiento, se prefiere de modo particular que el segundo compartimiento esté conectado mediante un rebosadero general de líquido con el primer compartimiento. Al respecto, la descarga del primer reactor es suministrada al segundo reactor de modo que la totalidad de la alimentación del segundo reactor es suministrada primero al segundo compartimiento. Puede alcanzarse esto por ejemplo mediante un arreglo adecuado de las tuberías de conducción y/o dispositivos de distribución. Un arreglo tal tiene como ventaja que en el segundo compartimiento siempre permanece un volumen de líquido. Justo al alcanzar un volumen determinado de líquido, la fase líquida del segundo compartimiento pasa al primer compartimiento y pasa a través del catalizador dispuesto allí. Preferiblemente el paso es diseñado de modo que se hace factible una distribución tan homogénea como es posible sobre el catalizador del líquido que pasa. Esto puede ocurrir por ejemplo mediante dispositivos de distribución, que están dispuestos en el primer compartimiento. Una forma tal de realización del segundo reactor es descrita por ejemplo en el documento DE 100 36 172 A1, sobre cuyo contenido relacionado con el segundo reactor de hidrogenación descrito allí, se hace referencia en toda extensión. Al respecto, el segundo compartimiento está conectado con conducción de líquido con el primer reactor, con lo cual al menos una parte de la alimentación es retornada al segundo compartimiento, como corriente circulante al primer reactor.

25 Mediante el diseño descrito del segundo reactor, la descarga del primer reactor, que es suministrada al segundo reactor, es separada dentro del segundo reactor en una corriente circulante y en una corriente de hidrogenación. La parte de la descarga del primer reactor, que es suministrada al compartimiento dentro del segundo reactor, que contiene el catalizador, representa al respecto la corriente de hidrogenación. la parte de la descarga del primer reactor, que es retirada del compartimiento dentro del segundo reactor, que no contiene catalizador y es retornada al primer reactor, representa la corriente circulante.

30 La carga de líquido del catalizador (velocidad del tubo vacío) en el segundo reactor es preferiblemente 5 a 100 m/h, más preferiblemente 10 a 80 m/h y de modo particular preferiblemente 15 a 70 m/h. La carga de líquido del catalizador en el segundo reactor es por ejemplo 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60 o 65 m/h.

La hidrogenación de los compuestos aromáticos en el segundo reactor puede ser ejecutada de modo adiabático, politrópico o prácticamente isotérmico, es decir con una elevación de temperatura típicamente inferior a 10 a 15 °C.

40 En general, se prefiere conducir la hidrogenación de los compuestos aromáticos en el segundo reactor, de manera adiabática. Al respecto, la hidrogenación de los compuestos aromáticos es conducida de modo que la descarga en la salida del segundo reactor exhibe una temperatura de 220°C o menos. Se prefiere que la descarga en la salida del segundo reactor exhiba una temperatura de 180°C o menos. De este modo, la descarga en la salida del segundo reactor puede exhibir por ejemplo una temperatura de 100 a 220°C. Preferiblemente la descarga en la salida del segundo reactor puede exhibir una temperatura de 100 a 180°C. La descarga es retirada del segundo reactor en la parte inferior, por ejemplo en el piso. Si el segundo reactor exhibe un primer y un segundo compartimiento, la descarga es retirada del compartimiento que contiene el catalizador. Al respecto, la descarga es retirada preferiblemente en la parte inferior del correspondiente compartimiento, por ejemplo en el piso.

45 Para la hidrogenación de los compuestos aromáticos, la presión en el segundo reactor es preferiblemente de 50 a 500 bar. Se prefiere más que la presión en el segundo reactor sea de 100 a 400 bar, de modo particular preferiblemente 200 a 280 bar.

50 Si como compuestos aromáticos se usan ácidos carboxílicos aromáticos o ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos, la presión en el segundo reactor es preferiblemente 50 a 500 bar, más preferiblemente 100 a 400 bar y de modo particular preferiblemente 210 a 280 bar. de este modo, la presión en el segundo reactor puede ser por ejemplo de 220, 230, 240, 250, 260 o 270 bar.

En general se prefiere que el primero y el segundo reactores tengan un sostenimiento común de la presión, y en consecuencia en ambos reactores hay presiones comparables. Para presiones comparables, las presiones en el primer y segundo reactor se diferencian en máximo 10 bar, preferiblemente en máximo 2 bar.

5 El rendimiento de hidrogenación en el segundo reactor es preferiblemente de 2 a 20 por ciento, referido al rendimiento total de hidrogenación en el primer y segundo reactor, más preferiblemente 5 a 15 por ciento. Si como compuestos aromáticos se usan por ejemplo ácidos carboxílicos aromáticos o ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos, el rendimiento de hidrogenación en el segundo reactor es preferiblemente de 2 a 20 por ciento, referido al rendimiento total de hidrogenación en el primer y segundo reactor, más preferiblemente 5 a 15 por ciento.

10 En la descarga del segundo reactor el rendimiento de hidrogenación de los compuestos aromáticos es preferiblemente por lo menos 95 por ciento, más preferiblemente por lo menos 98 por ciento y de modo particular preferiblemente por lo menos 99,9 por ciento, referido al rendimiento total de hidrogenación en el primero y segundo reactor. De este modo, el rendimiento de hidrogenación es preferiblemente de 95 a 100 por ciento, más preferiblemente 98 a 100 por ciento y de modo particular preferiblemente 99,9 a 100 por ciento. El rendimiento de hidrogenación de los compuestos aromáticos en la descarga del segundo reactor es por ejemplo 99,99 por ciento o más.

Si en el procedimiento de acuerdo con la invención, como compuestos aromáticos se usan ácidos carboxílicos aromáticos o ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos, como di-iso-noniléster de ácido ftálico o di-2-etilhexiléster de ácido tereftálico, el contenido residual de compuestos aromáticos, referido al producto de hidrogenación en la descarga del segundo reactor es preferiblemente de máximo 100 ppm, más preferiblemente de máximo 50 ppm.

20 La descarga del segundo reactor puede ser procesada de acuerdo con procedimientos conocidos por los expertos, para aislar los productos de hidrogenación. De este modo, la descarga del segundo reactor puede soportar por ejemplo una destilación y/o arrastre con vapor, para aislar los productos de hidrogenación.

25 Una destilación puede ser ejecutada como destilación simple o rectificación. Una destilación puede ser ejecutada en una o varias columnas, conectadas en serie o paralelo. Como columnas para la destilación son adecuadas por ejemplo columnas de piso, como columnas de válvula de piso. Se prefieren las columnas con empaque. Los empaques son por ejemplo balastados aleatorios o empaques ordenados. Se prefieren los empaques ordenados. El número de etapas de separación puede ser ajustado al efecto de separación deseado, por el experto sobre la base de su conocimiento y mediante pocos ensayos de rutina.

30 Para una separación por arrastre, se pone en contacto la descarga en la misma dirección de la corriente o en contracorriente, con un medio de arrastre. Un medio de arrastre es por ejemplo un gas como vapor de agua, nitrógeno y/o hidrógeno. Un arrastre puede ser ejecutado en una o varias columnas, conectadas en serie o paralelo. Como columnas para el arrastre son adecuadas por ejemplo columnas de piso, como columnas de válvulas de piso. Se prefieren columnas con empaque. Los empaques son por ejemplo balastados aleatorios o empaques ordenados. Se prefieren los empaques ordenados.

35 Si los productos de hidrogenación son ésteres de ácidos carboxílicos alicíclicos, como di-(isononil)-1,2-ciclohexanodicarboxilato, di-(2-propilheptil)-1,2-ciclohexanodicarboxilato, di-2(isodecil)-1,2-ciclohexanodicarboxilato o di-(2-etilhexil)-1,4-ciclohexanodicarboxilato, estos pueden ser usados por ejemplo como plastificantes o como componentes de composiciones plastificantes, para plásticos como PVC. Otro uso de estos compuestos representa por ejemplo la fabricación de plastisoles, en particular plastisoles de PVC.

40 En el uso como plastificante o en la fabricación de plastisoles puede ser ventajoso que los compuestos mencionados sean usados junto con otros plastificantes, ventajosamente plastificantes que disminuyen la temperatura de gelificación.

Ventajas del procedimiento de acuerdo con la invención

45 Una ventaja del procedimiento de acuerdo con la invención está por ejemplo en un mejor aprovechamiento del catalizador. Un mejor aprovechamiento del catalizador puede mostrar por ejemplo que, para la misma temperatura de hidrogenación, se alcanza un rendimiento de hidrogenación más alto, o para un determinado rendimiento de hidrogenación se requiere una menor temperatura de hidrogenación. Una temperatura de hidrogenación más baja tiene como ventaja por ejemplo una formación de productos secundarios más baja. También, una temperatura de hidrogenación más baja conduce en general a una vida útil más elevada del catalizador, mediante lo cual son posibles intervalos de operación más largos.

Ejemplo

Los ejemplos sirven solamente para la ilustración de la invención y no deben ser interpretados como limitantes.

- 5 En una instalación industrial para la hidrogenación, de acuerdo con la figura 1 o la figura 2 se realizó la hidrogenación de di-iso-noniléster de ácido ftálico hasta di-(isononil)-1,2-ciclohexanodicarboxilato. La hidrogenación tiene lugar en dos reactores conectados en serie. el catalizador está dispuesto en el lecho sólido en ambos reactores. En el primer reactor se encuentra 72% del volumen total de catalizador, el 28% del volumen total de catalizador se encuentra en el segundo reactor. El catalizador usado exhibe un contenido de rutenio de 0,5 por ciento en peso referido al peso total del material de soporte, una superficie específica de 220 a 290 m²/g (BET, ISO9277) y un volumen de poro de 0,48 a 0,62 ml/g (porosimetría por Hg, DIN 66133), el material de soporte comprende óxido de aluminio. El primer reactor es operado en modo de trayectoria circular, el segundo reactor es operado en paso directo.
- 10 En ambos reactores la presión de hidrógeno fue de 215 bar. La instalación de hidrogenación fue operada con alimentación fresca de di-iso-noniléster de ácido ftálico de 292 kg/(hora *m³volumen total de catalizador). La relación de circulación entre corriente circulante y alimentación fresca en el primer reactor fue de 12:1. La instalación de hidrogenación es operada de modo que en la descarga del segundo reactor el contenido residual de compuestos aromáticos, referido a di-(isononil)-1,2-ciclohexanodicarboxilato, está por debajo de 100 ppm.
- 15 Modo de conducción de comparación:
El primer y el segundo reactores fueron operados en modo de conducción de lecho con escurrimiento. Se ajustaron las siguientes temperaturas alimentación:
Primer reactor: 97°C
Segundo reactor: 109°C
- 20 Las pérdidas de hidrógeno en este modo de conducción fueron de 3 kg/t de di-(isononil)-1,2-ciclohexanodicarboxilato.
Modo de conducción de acuerdo con la invención:
El primer reactor fue operado en modo de conducción de lecho con escurrimiento. En el segundo reactor el catalizador estaba inundado hasta 70%. Se ajustaron las siguientes temperaturas de alimentación:
25 Primer reactor: 92°C
Segundo reactor: 98°C
Las pérdidas de hidrógeno en este modo de conducción fueron de 0,5 kg/t de di-(isononil)-1,2-ciclohexanodicarboxilato.
Comparación de los modos de conducción:
- 30 Se comparan puntos de operación con la misma carga. Mediante inundación del catalizador en el segundo reactor se alcanzaron las siguientes ventajas:
- Reducción de las pérdidas de hidrógeno
- Disminución de la temperatura de alimentación del primer reactor, en 5°C
- Disminución de la temperatura de alimentación el segundo reactor, en 11 °C
- 35 Mediante una disminución en la temperatura de alimentación se eleva la vida útil remanente del catalizador.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la hidrogenación de compuestos aromáticos sobre un catalizador sólido, en presencia de un gas que contiene hidrógeno, que comprende,
- 5 un primer reactor que es operado en modo de trayectoria circular,
un segundo reactor que es operado en paso directo,
al menos una parte de la descarga del primer reactor es suministrada al segundo reactor,
caracterizado porque,
el primer reactor está diseñado como reactor de lecho con escurrimiento y es operado en forma de conducción de
10 lecho con escurrimiento
y el segundo reactor es operado de modo que el catalizador allí presente está parcialmente inundado.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la parte no inundada del catalizador en el segundo reactor es operada en modo de conducción de lecho con escurrimiento.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o reivindicación 2, en el que la relación de circulación en el primer reactor entre corriente circulante y alimentación fresca es de 1:1 a 20:1.
- 15 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la presión en el primero y en el segundo reactor es de 50 a 500 bar.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la temperatura de alimentación para el primer reactor es de 70 a 150 °C y la temperatura de alimentación para el segundo reactor es de 80 a 180 °C.
- 20 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que 10 a 98 por ciento del volumen de catalizador en el segundo reactor está rodeado por una fase continua de líquido.
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, en el que los compuestos aromáticos son ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos y estos son hidrogenados hasta los correspondientes ésteres de ácidos carboxílicos alicíclicos.
8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que como ésteres de ácidos carboxílicos aromáticos, se usan ésteres de ácidos mono- di-, o policarboxílicos.
- 25 9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, en el que los compuestos aromáticos son di-isoniléster de ácido ftálico o di-2-etilhexiléster de ácido tereftálico.
10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, en el que los compuestos aromáticos son isononilbenzoato o decilbenzoato.
- 30 11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el rendimiento de hidrogenación en el segundo reactor es de 2 a 20 por ciento, referido al rendimiento total de hidrogenación en el primer y segundo reactores.
12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 7 a 10, en el que el catalizador contiene un metal del octavo grupo secundario del Sistema Periódico de Elementos.
- 35 13. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12, en el que el catalizador contiene rutenio.
14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, en el que el segundo reactor en forma de un reactor vertical de tubos comprende un primer compartimiento, para la admisión del catalizador, formado como cilindro abierto hacia arriba, dispuesto de modo esencialmente concéntrico y un segundo compartimiento, para la admisión de un volumen de fase líquida, formado como espacio anular entre la pared exterior del primer
40 compartimiento la pared interior del reactor.
15. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 14, en el que la fracción de hidrógeno en el gas que contiene hidrógeno es de por lo menos 95 por ciento.

FIG. 1

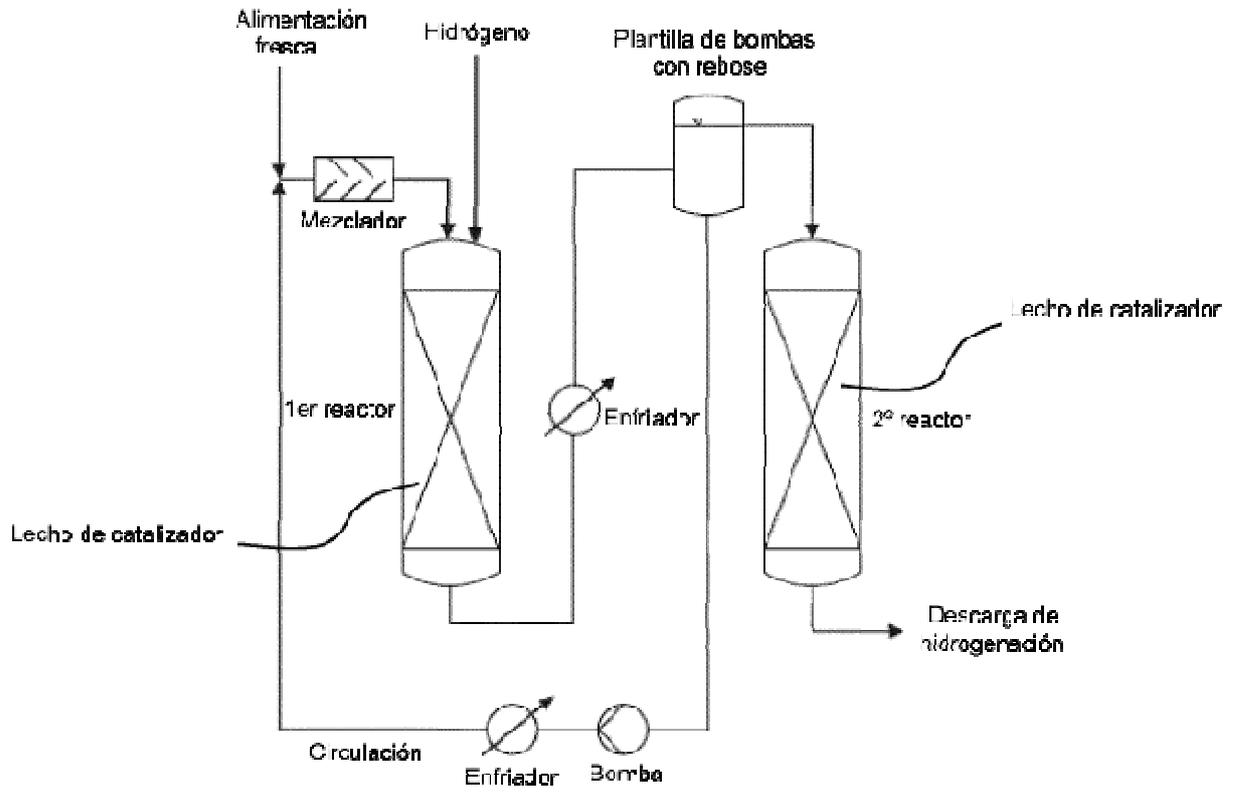


FIG.2

