



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 286 236**

(51) Int. Cl.:

C07C 51/487 (2006.01)

B01J 21/18 (2006.01)

B01J 23/44 (2006.01)

B01J 35/10 (2006.01)

B01J 35/06 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **02710816 .6**

(86) Fecha de presentación : **29.01.2002**

(87) Número de publicación de la solicitud: **1358149**

(87) Fecha de publicación de la solicitud: **05.11.2003**

(54)

Título: **Método para limpiar ácido tereftálico crudo y catalizadores adecuados para el mismo y que contienen fibras de carbono.**

(30)

Prioridad: **31.01.2001 DE 101 04 224**
27.08.2001 DE 101 41 848

(45)

Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.12.2007

(45)

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.12.2007

(73)

Titular/es: **BASF Aktiengesellschaft**
67056 Ludwigshafen, DE

(72)

Inventor/es: **Haake, Mathias;**
Schwab, Ekkehard;
Koch, Michael;
Müller, Hans-Joachim;
Stroezel, Manfred;
Petersen, Hermann y
Schreyer, Peter

(74)

Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

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

Método para limpiar ácido tereftálico crudo y catalizadores adecuados para el mismo y que contienen fibras de carbono.

La presente invención se relaciona con un proceso para purificar ácido tereftálico crudo mediante postratamiento hidrogenativo catalítico sobre un material catalizador que comprende al menos un metal de hidrogenación aplicado a un soporte de carbono. La invención se relaciona además con un reactor y catalizadores que comprenden fibras de carbono, con un proceso para producirlos y sus usos como, en particular, un catalizador de hidrogenación.

La parte principal del ácido tereftálico producido industrialmente se produce por medio del proceso de oxidación líquido-fase Amoco. En este proceso, el p-xileno se oxida mediante el oxígeno atmosférico bajo presión con una concentración de ácido acético del 95% con la ayuda de un sistema catalizador que comprende sales de Co y Mn y compuestos de bromo. En el proceso Amoco, una etapa de purificación es necesaria después de la etapa de oxidación si el ácido tereftálico producido va a ser procesado adicionalmente para producir fibras. La tarea de esta etapa de purificación es esencialmente convertir 4-carboxibenzaldehído formado mediante solamente oxidación parcial en compuestos que no interfieran o sean fácilmente separados. Aproximadamente 5000 ppm de 4-carboxibenzaldehído típicamente se forman. Este compuesto tiene que ser removido porque interfiere en la reacción de policondensación en el procesamiento adicional del ácido tereftálico. Además, también ocurre la problemática decoloración amarilla del producto de condensación.

La solución más difundida a este problema es la etapa de hidrogenación subsecuente en la cual la solución acuosa del ácido tereftálico crudo se trata en alrededor de 250°C bajo presión sobre un catalizador de metal noble-carbono. Esto convierte el 4-carboxibenzaldehído en ácido p-tolúico a diferencia del aldehído, puede ser fácilmente removido del ácido tereftálico deseado mediante cristalización. El principio básico de este proceso se describe en la US 3 584 039 (1967). Los soportes de carbono utilizados en el catalizador son pulverulentos o granulares.

El proceso de hidrogenación es llevado a cabo de costumbre industrialmente utilizando catalizadores en partículas que comprenden típicamente desde 0.5% en peso de paladio sobre un soporte de carbono industrialmente disponible, cf. EP-A-0 879 641. Aunque el objetivo de la hidrogenación se puede lograr satisfactoriamente de esta manera, los catalizadores utilizados tienen algunas desventajas en el uso práctico. En particular, los lechos de catalizador hecho de catalizadores de partículas con base en carbono como soporte tienen la desventaja de que, debido a la estabilidad mecánica relativamente baja del material de soporte, el movimiento inevitable que ocurre en el lecho del catalizador bajo condiciones de operación resulta en material desgastado que tiene que ser separado del producto en una etapa corriente abajo. Además, este material desgastado también está asociado con una pérdida del componente de metal noble activo costoso. Adicionalmente, se observa frecuentemente que el componente de metal noble activo se pierde de otras formas durante el tiempo de operación si éste no se ha fijado químicamente al material de soporte en un grado suficiente.

Los catalizadores de lecho fijos que comprenden fibras de carbono activadas, sobre las cuales uno o más componentes de catalizador activo se han depositado se describen en la DE-A- 32 29 905. Las fibras de carbono están en la forma de una estructura en la cual ellas son entrelazadas con otra y forma un objeto que llena un volumen. Aquí, las fibras de carbono son, por ejemplo, en forma similar a fieltro.

Los catalizadores monolíticos se han utilizado para hidrogenación durante algún tiempo. La EP-A-0 827 944 describe tal proceso de hidrogenación en el cual el catalizador se utiliza como empaque catalítico, preferiblemente en forma monolítica. El empaque de catalizador se produce al aplicar al menos una sustancia que es activa como catalizador para mallas/telas tejidas o entretejidas o hojuelas/películas como material de soporte.

El recubrimiento de los soportes de catalizador con las composiciones activas se puede llevar a cabo mediante varios métodos. La EP-A-0 965 384 describe procesos de impregnación para aplicar la composición activa a soportes estructurados o monolitos. Esto se lleva a cabo utilizando un medio de impregnación que tiene una tensión de superficie de no más de 50 mN/m. Los monolitos se producen de los soportes estructurados. Los materiales utilizados para el soporte pueden ser materiales metálicos o cerámicos o polímeros sintéticos, siendo también mencionado carbono. Como se describe en la EP-A-0 827 944, se le da preferencia al uso de tiras de malla de metal tejida como soportes de catalizador o catalizadores.

La WO 99/26721 describe la producción de un soporte de catalizador hecho de fibras de carbono activado. Para este propósito, las fibras de rayón se convierten en fibras de carbono activado y se impregnan con metales catalíticamente activos o se tratan mediante intercambio de catión. Se describe la formación de soporte de catalizador mediante la conversión en telas tejidas y otros sustratos similares a lámina. El catalizador se utiliza en esta forma tejida.

Una aplicación importante de los catalizadores de hidrogenación es la preparación y la purificación del ácido tereftálico.

Es un objeto de la presente invención suministrar un proceso para purificar ácido tereftálico crudo y suministrar catalizadores de hidrogenación que eviten las desventajas de los catalizadores conocidos. Los catalizadores deben, en particular, tener una estabilidad mecánica y una resistencia a la abrasión incrementadas y deben poder ser utilizadas ventajosamente en el postratamiento hidrogenativo del ácido tereftálico crudo.

Hemos encontrado que este objeto se logra mediante un proceso para purificar ácido tereftálico crudo mediante postratamiento hidrogenativo catalítico sobre un material catalizador que comprende al menos un metal de hidrogenación aplicado a un soporte de carbono, en donde las fibras de carbono se utilizan como soporte de carbono.

El postratamiento hidrogenativo catalítico se puede llevar a cabo como se describe en la US 3,584,039. En particular, el catalizador sirve para catalizar la hidrogenación del 4-carboxibenzaldehído al ácido p-tolúico. El proceso es particularmente preferiblemente llevado a cabo a temperaturas en el rango de aproximadamente 200°C y bajo una presión de preferiblemente desde 50 a 100 bar. El postratamiento hidrogenativo se puede llevar a cabo continuamente o en tandas.

Las fibras de carbono se pueden instalar en el reactor de cualquier forma adecuada. Por ejemplo, ellas pueden estar presentes en el reactor en forma ordenada o desordenada, por ejemplo en forma desordenada como fieltro como se describe en la DE-A-32 29 905, o en forma ordenada como una estructura similar a lámina como se describe, por ejemplo, en la WO 99/26721. Cualquier disposición tridimensional de las fibras de carbono que permitan el postratamiento hidrogenativo catalítico del ácido tereftálico crudo se puede emplear. Por lo tanto tiene que permitirse el contacto del ácido tereftálico crudo con las fibras de carbono y permitir la transferencia de masa. Por esta razón, las fibras de carbono se instalan generalmente de tal forma que la solución de ácido tereftálico crudo puede pasar a lo largo de las fibras de carbono durante la hidrogenación catalítica.

En un modo de operación continuo, líquido, las fibras de carbono son preferiblemente por lo tanto instaladas en el reactor de tal forma que la corriente líquida corra a través del reactor sobre las fibras de carbono. Las geometrías preferidas se describen con más detalle adelante.

El material catalizador puede, por ejemplo, estar en forma similar a lámina o telas o mallas tejidas o entretejidas y/o fieltros o como fibras o cintas paralelas. Las fibras o cintas paralelas se pueden alinear a lo largo de la dirección de flujo a través de un reactor.

En una modalidad de la presente invención, el material catalizador similar a lámina tiene al menos dos bordes opuestos en los cuales el material catalizador se asegura en un reactor con el fin de retener su forma. Una pluralidad de tiras del material catalizador similar a lámina se extiende preferiblemente paralelo a una dirección preferida en el reactor y ellas se disponen en relación una con la otra en un espacio de tal forma que la abrasión sobre las tiras al contacto de las tiras una con la otra o con las paredes del reactor se evita grandemente o preferiblemente de manera completa durante la operación del reactor.

La expresión “bordes opuestos” se relaciona con un material catalizador similar a lámina que tiene dos bordes que unen las láminas sobre dos lados. Los bordes son esencialmente paralelos uno al otro. Ellos son preferiblemente rectos, pero también pueden tener otras formas tales como forma ondulada o un tipo diferente de línea. Ellos son preferiblemente paralelos uno al otro, pero también pueden formar un ángulo de, por ejemplo, hasta 20° uno con el otro. Por ejemplo, un paralelogramo tiene dos pares de tales bordes opuestos paralelos. Una lámina rectangular o cuadrada tiene dos pares de bordes opuestos, mutuamente perpendiculares que unen el área. Los bordes opuestos son, de acuerdo con la presente invención, configurados de tal forma que se le permite al material catalizador similar a lámina ser asegurado en un reactor. Éste se asegura con el fin de retener su forma. La expresión “con el fin de retener su forma” significa que el material catalizador fijado en el lugar en el reactor retiene su forma similar a lámina antes, durante o después de la operación del reactor y no es presionado, por ejemplo en una bola o montículo desmenuzado. Por ejemplo, el material catalizador similar a lámina se puede fijar en el lugar en el reactor de manera comparable a una vela cuadrada de un barco de vela. La forma similar a lámina se extiende a través del reactor y no se altera significativamente durante la operación del reactor.

Es, por ejemplo, concebible para dos rejillas ser instaladas en un reactor cilíndrico en las regiones superior e inferior del reactor perpendicular al eje longitudinal del reactor y al material catalizador similar a lámina o las fibras o las cintas ser sujetadas entre éstas. Si las rejillas mutuamente paralelas tienen un número de barras, entonces una pluralidad de tiras paralelas del material catalizador similar a lámina se puede fijar a estas instalaciones de aseguramiento. La expresión “tiras” se refiere esencialmente a láminas rectangulares del material catalizador similar a lámina que son aseguradas, en particular sujetadas, en esta forma plana similar a lámina en el reactor con el fin de retener su forma. Una pluralidad de tiras del material catalizador similar a lámina es instalada preferiblemente paralela a una dirección preferida en el reactor (por ejemplo de manera comparable a la orientación preferida de los cristales líquidos en una fase neumática). En el caso de un reactor tubular, la dirección preferida puede, por ejemplo, correr a lo largo de la dirección longitudinal del tubo. Sin embargo, la dirección preferida también puede ser en un ángulo con la dirección longitudinal del reactor. Las tiras se instalan preferiblemente en el reactor de tal forma que su dirección preferida coincida esencialmente con la dirección de flujo de una mezcla de reacción.

Las tiras están preferiblemente dispuestas en el reactor y con relación una con la otra de tal forma que la abrasión sobre las tiras originada por el contacto de las tiras una con la otra o con las paredes del reactor durante la operación del reactor se evita mayormente. Esto se asegura por las distancias suficientes entre las tiras y de las tiras a las paredes del reactor. Las geometrías adecuadas se pueden determinar rápidamente por medio de experimentos simples. Cualquier abrasión se puede observar fácilmente visualmente a la salida del reactor.

ES 2 286 236 T3

Las variaciones de las geometrías mencionadas anteriormente por vía de ejemplo, por ejemplo tiras de catalizador tejido fijadas solamente en la región superior (colgando libremente) o (parcialmente) fijadas en una estructura, están incluidas dentro del alcance de la invención.

De acuerdo con esto, la invención también suministra un reactor que contiene un material catalizador similar a lámina en la forma de telas/mallas tejidas o entretejadas y/o fieltros que comprenden al menos un metal de hidrogenación aplicado a las fibras de carbono y tienen al menos dos bordes opuestos en el cual el material catalizador se asegura en el reactor con el fin de retener su forma o contener el material catalizador en la forma de fibras paralelas o cintas. El reactor con el material catalizador similar a lámina presente allí tiene preferiblemente una de las geometrías descritas anteriormente.

En una modalidad adicional de la invención, se utiliza un catalizador monolítico como se describe adelante. La descripción de las fibras de carbono y los metales de hidrogenación y los métodos de producción también aplican a la modalidad descrita anteriormente.

En una modalidad adicional de la presente invención, el objeto de la invención se logra mediante un catalizador que comprende al menos un agente hidrogenante aplicado a un soporte de carbono, en donde las fibras de carbono se utilizan como soporte de carbono y el soporte de carbono tiene un área de superficie BET de $< 500 \text{ m}^2/\text{g}$, preferiblemente $< 300 \text{ m}^2/\text{g}$, particularmente preferiblemente $< 100 \text{ m}^2/\text{g}$, muy particularmente preferiblemente $< 50 \text{ m}^2/\text{g}$ y en particular $< 10 \text{ m}^2/\text{g}$. El límite inferior del área de superficie BET posible del soporte de carbono es generalmente el área de superficie BET de la superficie de fibra geométrica, que corresponde a una porosidad del 0%.

Estas fibras de carbono tienen una alta estabilidad mecánica, por ejemplo la resistencia a la tensión de estas fibras de carbono es generalmente hasta de aproximadamente 60 000 bares, preferiblemente de aproximadamente 13 000 bares a 35 000 bares.

Las geometrías adecuadas y las propiedades adicionales de los catalizadores de la presente invención ya han sido mencionadas anteriormente. Los metales de hidrogenación adecuados se especifican adelante.

El objeto de la invención también se logra mediante un catalizador monolítico que comprende al menos un material catalizador que comprende al menos un metal de hidrogenación aplicado a las fibras de carbono y al menos un elemento de soporte o esqueleto que es diferente y unido al material catalizador y soportan el material catalizador mecánicamente y lo sostienen en forma monolítica.

Las estructuras monolíticas se describen, por ejemplo, en la EP-A- 0 564 830. Las estructuras monolíticas difieren de los catalizadores particulados o sus soportes en que ellos se hacen de partes significativamente más pocas que los catalizadores en partículas (pulverulentos o granulares). Para un reactor dado, el catalizador se puede utilizar en la forma de un monolito simple o una pluralidad de monolitos que se pueden apilar para formar un catalizador de lecho fijo. Sin embargo, el número de monolitos es pequeño, por ejemplo, de 1 a 10 monolitos se utilizan para un paquete de catalizador. Los monolitos generalmente tienen estructuras tridimensionales relativamente grandes a través de las cuales pasan los canales. Los monolitos pueden tener cualquier forma externa adecuada, por ejemplo cúbica, cuboidal, cilíndrica, etc. Los canales continuos pueden tener cualquier geometría, por ejemplo ellos pueden estar en la forma de una estructura combada como en un catalizador de gas de escape. Los monolitos de catalizador son frecuentemente producidos al conformar sus estructuras de soporte similares a láminas, por ejemplo al enrollar o doblar las estructuras similares a lámina para formar monolitos tridimensionales. Partiendo de los sustratos similares a lámina, la forma externa del monolito puede ser fácilmente coincidente con las geometrías de un reactor dado.

Se ha encontrado que los problemas anteriormente descritos también se puede resolver de una manera técnicamente simple y económicamente ventajosa al utilizar paquetes de catalizador monolítico como soportes de catalizador en la hidrogenación de lecho fijo en lugar de los soportes de catalizador particulados de costumbre en la técnica anterior. Para los propósitos de la presente invención, las estructuras monolíticas son, en particular, estructuras obtenidas al cargar primero un soporte de carbono similar a lámina, por ejemplo una tela de fibra de carbono tejida, con un metal de hidrogenación activo y además procesar la tela activada resultante en una etapa adicional para producir el cuerpo catalizador monolítico deseado.

Como las tiras dispuestas en el reactor como se describieron anteriormente, las estructuras monolíticas obtenidas hacen el flujo controlado a través del lecho catalizador posible. La fricción de las partículas catalizadoras una contra la otra se evita en ambos casos. La estructura ordenada del lecho del catalizador da como resultado oportunidades mejoradas de operación optimizada de flujo del lecho catalizador con transferencia de masa mejorada entre las fases presentes en el reactor. Un tratamiento teórico de este potencial de optimización se puede encontrar, por ejemplo, en "Monoliths in Multiphase Catalytic Processes" (Cat'Tech 3(1999), 24 ff). Los catalizadores monolíticos descritos están todos basados en cuerpos de forma extrudida que poseen dificultades prácticas mayores en cargar con metales activos que en lo que lo hacen los catalizadores propuestos aquí, que son preferiblemente obtenibles de precursores similares a lámina. En la publicación citada, existe simplemente una declaración de que también es posible producir estructuras monolíticas de láminas de metal delgado. La producción de tales catalizadores monolíticos de precursores similares a lámina se describe, por ejemplo, en la EP-A-0 564 830, EP-A-0 827 944 y EP-A-0 965 384. Con relación a la configuración tridimensional de los catalizadores de la presente invención, se hace también referencia a estos documentos.

Los catalizadores monolíticos novedosos basados en los materiales de fibra de carbono son adecuados no solamente para reemplazo de los lechos de catalizador fijo convencionales sino también, en particular, como sustitutos para los catalizadores que se utilizan en forma suspendida sobre soportes de carbono. Tales catalizadores se utilizan, en particular, en numerosos procesos de hidrogenación, especialmente en el campo de los químicos finos. En estos, usualmente los procesos de tanda, el catalizador tiene que ser separado de la mezcla de reacción después de que la reacción se completa. Esto se lleva a cabo bien sea mediante sedimentación o mediante filtración. Los catalizadores de la presente invención se pueden remover fácilmente de la mezcla de reacción sin las operaciones habituales más o menos complicadas y al mismo tiempo desplegar la la misma actividad de hidrogenación. Estos acortan los tiempos de tanda y mejora la economía del proceso. En muchos casos, el reactor previamente utilizado para la hidrogenación de suspensión puede continuar siendo utilizado para acomodar el bloque de catalizador monolítico si sólo se hacen modificaciones menores de ingeniería.

El catalizador monolítico de la presente invención comprende una combinación de una material catalizador y un elemento de soporte o esqueleto.

El elemento o elementos de soporte o esqueleto permiten la formación estable y permanente del material catalizador basado en fibras de carbono. En el material del catalizador, las fibras de carbono están preferiblemente en forma similar a hojas como telas/mallas tejidas o anudadas y/o fieltros. Ellos están presentes particularmente y preferiblemente en la forma de telas/mallas tejidas o anudadas, en particular en la forma de telas tejidas o mallas. Las fibras de carbono adecuadas se describen, por ejemplo, en DE-A-32 29 905, WO 99/26721 y la Enciclopedia de Química Industrial de Ullman, Sección: Fibras de Carbono de Materiales Compuestos, Inorgánicos Sintéticos, Fibras. Es posible utilizar todas las fibras de carbono adecuadas. Tales fibras son obtenibles por métodos de la técnica anterior, por ejemplo a partir de poliésteres, poliamidas, poliolefinas y similares. De acuerdo con la presente invención, se da particular preferencia a las fibras, telas tejidas, telas anudadas o filtros que tienen las siguientes propiedades: densidad específica de 80 a 600 g/m³, densidad de rosca de 3 a 15 roscas/cm, diámetro de rosca de entre 0.1 a 0.9 mm. Se da particular preferencia al uso para utilizar paquetes de fibras de alta resistencia a la tensión. Las áreas de superficie BET son preferiblemente menores de 300 m²/g particularmente preferiblemente menor de 100 m²/g, en particular menor de 15 m²/g. La porosidad es preferiblemente menor de 0.5 ml/g. Tales fibras se comercializan por, por ejemplo, Fibras Tenax. Las fibras adecuadas redesciben en el Internet bajo el enlace textilworld.com.

El material de catalizador se une al elemento de soporte o esqueleto. El elemento de soporte o esqueleto suministra soporte mecánico para el material catalizador y lo mantiene en la forma monolítica. Las telas de fibra de carbono tejido en particular frecuentemente no tienen suficientes propiedades mecánicas buenas, por ejemplo dureza y estabilidad de forma, para uso en bases fijas. De acuerdo con la presente invención ellas se unen a uno o más soportes de elementos de esqueleto por medio del cual el material catalizador se estabiliza mecánicamente y se mantiene en la forma monolítica deseada. La deformación originada por choques mecánicos y flujo de reactivos a través del monolito se evitan de ésta forma. El elemento de soporte o esqueleto pueden tener cualquier forma adecuada para esta aplicación. Se puede unir de la misma forma al material catalizador en cualquier manera apropiada, por ejemplo por medio de ganchos, unión adhesiva, etc., o también por nudos o ondulación de las fibras de carbono junto con el elemento de soporte o esqueleto.

El elemento o elementos de soporte o esqueleto preferiblemente son similares a hoja en la forma de telas/mallas tejidas o anudadas, filtros y/o hojas perforadas. Adicionalmente, los cuerpos similares a hoja se pueden corrugado o arrugado en una forma de concertina. Seda particular preferencia a los elementos de soporte o esqueletos similares a hoja y el material catalizador que forma capas alternas en el catalizador monolítico. El elemento de soporte o esqueleto se puede hacer de cualquier material adecuado, por ejemplo metales y sus aleaciones, plásticos o cerámicas, para materiales que se pueden utilizar, se puede hacer referencia a la descripción de soportes de catalizador en la EP-A-0 965 384. El elementos de esqueleto o soporte esta particularmente y preferiblemente en la forma de metales individuales resistentes a los químicos.

En una modalidad de la invención, el material de catalizador y el elemento o elementos de soporte o esqueleto están preferiblemente en forma tejida como una capa similar a hoja que esta conformado para formar un monolito cilíndrico que tiene una pluralidad de canales de flujo paralelos al eje longitudinal del cilindro.

El material de catalizador comprende al menos un metal de hidrogenación aplicado a las fibras de carbono descritas. Como metales de hidrogenación, es posible utilizar todos los metales que catalicen la hidrogenación de compuestos orgánicos. Ellos son preferiblemente metales de los grupos VIII y IB de la Tabla Periódica de Elementos. Los metales de hidrogenación se aplican en cantidades acostumbradas a las fibras de carbono por métodos conocidos. Los métodos de impregnación adecuados para aplicar la composición activa se describen en la EP-A-0 965 384. Otros métodos para aplicar y fijar los metales de catalizador a las fibras de carbono también se pueden emplear. Las fibras de carbono pueden, por ejemplo, ser obtenidas por oxidación de fibras de polímero, y los metales activos se pueden aplicar a o incorporar en las fibras de polímero antes de oxidación. Sin embargo, ellas también se pueden aplicar posteriormente. Por ejemplo, los catalizadores monolíticos se pueden producir utilizando fibras de polímero en una forma adecuada, por ejemplo como una tela/malla tejida, y posteriormente oxidar el material de polímero para formar fibras de carbono o una malla o tela de fibra de carbono tejida.

La invención también suministra un proceso para producir el catalizador monolítico al producir separadamente el material catalizador y al menos un elemento de soporte o esqueleto, combinar éstos y conformarlos para formar un monolito.

ES 2 286 236 T3

El catalizador monolítico y los reactores descritos anteriormente se pueden utilizar generalmente para la hidrogenación de compuestos orgánicos insaturados. Ellos también se pueden utilizar para la hidrogenación selectiva de enlaces triples o dobles carbono-carbono y/o grupos funcionales hidrogenables en compuestos orgánicos en los cuales éstos están presentes. Los procesos para hidrogenación selectiva se describen, por ejemplo, en la EP-A-0 827 944. Ejemplos de grupos funcionales hidrogenables son los grupos nitro, grupos carbonilo, grupos carboxilo, etc. La hidrogenación selectiva de los enlaces dobles o triples carbono-carbono pueden, por ejemplo, ser llevados a cabo en la presencia de anillos aromáticos sin que se hidrogenen los anillos aromáticos.

El catalizador monolítico de la presente invención y el reactor se utilizan particularmente y preferiblemente para purificar ácido tereftálico crudo mediante tratamiento hidrogenativo catalítico. La presente invención también suministra un proceso de purificación correspondiente.

Como catalizadores para el tratamiento posterior hidrogenativo, se da particular preferencia al uso de un catalizador monolítico que comprende paladio como metal noble sobre las fibras de carbono. En el caso de telas de fibras de carbono tejidas, la proporción de paladio es preferiblemente de 10 a 5000 mg de Pd/m² de tela de fibra de carbono tejido.

La invención se ilustra por los ejemplos siguientes.

Ejemplos

Ejemplo 1

Reproduce un catalizador de carbono Pd monolítico utilizando 0.98 m² de una tela de fibra de carbono tejido de Tenax Fibers que se ha recubierto un número de veces con una solución de Pd acuosa. Un total de 910 mg de Pd/m² de tela de carbono se aplica. Esto se lleva a cabo utilizando el procedimiento descrito en la EP-A-0 965 384. Una tela de Pd-carbono que tiene las siguientes propiedades se obtiene:

Peso específico: 92 g/m²

Contenido Pd: 1%

Área de superficie específica: 4.4. m²/g

Ejemplo 2

Prueba de actividad, hidrogenación de hidrodehidrolinanol (HDHL) a hidrolinanol (H-Lin)

Un pieza de 0.2 m de ancho y 0.6 m de largo de la tela tejida del ejemplo 1 se combina en capas con malla de acero inoxidable tejida corrugada para producir un monolito cilíndrico que contienen numerosos canales de flujo paralelos al eje longitudinal del cilindro. Las paredes de éstos canales consisten de tela de carbono tejido cagada con metal noble y la malla de acero inoxidable tejido tiene la tarea de estabilizar mecánicamente el monolito.

El monolito obtenido se instala en un reactor en el que hay 0.5 kg de HDHL puro en cada caso hidrogenado sin disolvente en un reactor de circulación operado en forma de tandas que circulan gas y que circulan líquido en rendimientos de sección transversal de, en cada caso 230 m³/m²/h para la fase de gas y líquido.

Las siguientes actividades de hidrogenación se determinan por medio de análisis GC:

El experimento da un índice de hidrogenación de 17% de HDHL/h, que corresponde a un STY de 1.12 kg de HDHL/l_{cat}/h. La mezcla de producto retiene la claridad y es incolora.

Tiempo	HDHL	H-Lin	THL	Residuo	C/h
0	99.84	0.00	0.00	0.00	
30	93.26	5.95	0.23	0.00	
60	85.06	13.37	0.50	0.18	14.80
90	75.70	22.78	0.78	0.23	
120	67.45	30.23	1.10	0.71	16.22
150	57.32	39.96	1.39	0.92	
180	49.27	47.14	1.75	1.54	16.88

Después de la remoción del catalizador del reactor, se obtiene el monolito en forma mecánica sin cambio.

ES 2 286 236 T3

Ejemplo 3

Hydrogenación de 4-carboxibenzaldehído en disolución de ácido tereftálico; pérdida de Pd

5 Una mezcla de 54 g de TPA en 146 g de agua se trata con hidrógeno a 250°C sobre un catalizador monolítico producido como se describe en el ejemplo 2 durante una semana. La fracción de ácido tereftálico que se ha cristalizado y el líquido acuoso del supernadante se analizan posteriormente para paladio.

10 Después de la remoción del reactor, se obtiene el bloque de catalizador en forma mecánica sin cambio; no se detectan trazas de material abrasivo en la salida del reactor. Así mismo, no se pueden hallar trazas de Pd en ninguna de las fracciones.

Ejemplo 4

15 En una autoclave de presión, 146 g de agua y 54 g de ácido tereftálico crudo grado técnico (2000 ppm de 4-carboxibenzaldehído, color: amarillo claro) se combinan con 8 g de la tela Pd/C producida como se describe en el ejemplo 1. La mezcla se agita a 270°C bajo 50 bar de hidrógeno durante 60 horas. El producto consiste de cristales de ácido tereftálico blancos que tienen un contenido de 4-carboxibenzaldehído determinado por polarografía de < 50 mg/mk.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso para purificar ácido tereftálico crudo mediante tratamiento hidrogenativo catalítico sobre un material catalizador que comprende al menos un metal de hidrogenación aplicado a un soporte de carbono, en donde las fibras de carbono se utilizan como soporte de carbono.
- 10 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde las fibras del carbono en el material catalizador están presentes en forma similar a hoja como telas tejidas anudadas o mallas y/o fieltros o como fibras paralelas o cintas.
- 15 3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 2, en donde el material catalizador similar a hoja tiene al menos dos bordes opuestos en los que el material catalizador se sujeta a un reactor de tal manera que retiene su forma.
- 20 4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 3, en donde una pluralidad de tiras del material catalizador similar a hoja se extienden paralelos a una dirección preferida en el reactor y ellos están dispuestos con relación el uno al otro en espacio en tal una forma que la abrasión en las tiras por contacto de las tiras las una con la otra o con las paredes del reactor se eviten grandemente durante la operación del reactor.
- 25 5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 4, en donde las tira están dispuestas en el reactor de tal forma que su dirección preferida esencial coincide esencialmente con la dirección de flujo de una mezcla de reacción.
- 30 6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde el catalizador utilizado es un catalizador monolítico que comprende al menos un material catalizador que comprende al menos un metal de hidrogenación aplicado a las fibras de carbono y al menos un elemento de soporte o esqueleto que es diferente de y se une al material catalizador y soporta el material catalizador mecánicamente y lo mantiene en la forma monolítica.
- 35 7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 6, en donde al menos un elemento de soporte o esqueleto de metal, plástico o cerámica se construye en el catalizador monolítico.
- 40 8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 6 o 7, en donde el elemento o elementos de soporte o esqueleto están presentes en el catalizador monolítico en forma similar a hoja como telas/mallas tejidas o anudadas, fieltros y/o hojas perforadas.
- 45 9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 8, en donde el soporte de los elementos de esqueleto y el material catalizador están presentes como capas alternas en el catalizador monolítico.
- 50 10. El proceso de acuerdo con la reivindicación 9, en donde el material catalizador está presente en el catalizador monolítico en forma tejida y el elemento o elementos de soporte están presentes en la forma de una lámina de metal como capa similar a hoja que se conforma para formar un monolítico cilíndrico que tiene una pluralidad de canales de flujo paralelos al eje longitudinal del cilindro.
- 55 11. Un catalizador monolítico que comprende al menos un material catalizador que comprende al menos un metal de hidrogenación aplicado a las fibras de carbono y al menos un elemento de soporte o esqueleto que es diferente de y se une al material catalizador y soporta el material catalizador mecánicamente y lo sostiene en la forma monolítica.
- 60 12. El catalizador monolítico de acuerdo con lo definido en cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10.
- 65 13. Un proceso para producir un catalizador monolítico de acuerdo con la reivindicación 11 o 12 al producir separadamente el material catalizador y al menos un elemento de soporte o esqueleto, que combina los dos y los conforma para formar un monolito.
14. Un reactor para llevar a cabo un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, que comprenden un material de catalizador similar a hoja en la forma de lámina o tela/malla anudada y/o fieltros que comprende al menos un metal de hidrogenación aplicado a las fibras de carbón y tiene la menos dos bordes opuestos en los cuales el material del catalizador se sujeta en el reactor de tal manera que retiene forma, o que comprende el material catalizador como fibras paralelas o cintas.
15. El uso del catalizador de acuerdo con la reivindicación 11 o 12 o el reactor de acuerdo con la reivindicación 14 para la hidrogenación de compuestos orgánicos insaturados.
16. Un proceso para la hidrogenación selectiva de enlaces dobles o triples carbono-carbono y/o grupos funcionales hidrogenables en compuestos orgánicos en los que éstos están presentes, que comprende llevar a cabo la hidrogenación sobre un catalizador de acuerdo con la reivindicación 11 o 12 en un reactor de acuerdo con la reivindicación 14.