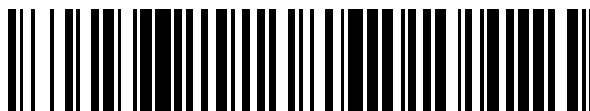


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 431 049**

51 Int. Cl.:

C07C 45/62 (2006.01)

C07C 45/85 (2006.01)

C07C 49/413 (2006.01)

C07C 47/228 (2006.01)

C07B 35/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.07.2006 E 06777711 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.09.2013 EP 1904430**

54 Título: **Procedimiento para hidrogenar flujos de masa que contienen aldehídos**

30 Prioridad:

12.07.2005 DE 102005032541

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

22.11.2013

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen , DE**

72 Inventor/es:

**PINKOS, ROLF;
TEBBEN, GERD-DIETER;
HAUK, ALEXANDER;
MÜLLER, CHRISTIAN y
RUST, HARALD**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 431 049 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

Procedimiento para hidrogenar flujos de masa que contienen aldehídos

5 La presente invención hace referencia a un procedimiento para hidrogenar un compuesto I que contiene al menos un aldehído y ciclododecadienona, el cual fue obtenido mediante la reacción de un ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno, con hidrógeno en presencia de un catalizador en al menos un reactor principal y al menos un reactor secundario, donde al menos el 50% del hidrógeno fresco proporcionado en el sistema de reacción es suministrado al menos a un reactor secundario y donde se descarga al menos el 70% del gas de escape del reactor principal.

10 Las hidrogenaciones de compuestos que contienen aldehídos son muy conocidas. Por ejemplo, durante la producción de los así llamados oxo-alcoholes después de la hidroformilación de olefinas en aldehídos, donde éstos se hidrogenan para producir alcoholes (K. Weissmerl, H.J. Arpe, "Industrielle Organische Chemie" 5. Edición 1998, Páginas 149 - 150, Editorial Wiley-VCH).

En la solicitud US 4,960,960 se revela la hidrogenación de compuestos orgánicos insaturados, por ejemplo de aldehídos ó 1,4-butindiol. En particular, la solicitud US 4,960,960 revela la reacción en un reactor principal y en un reactor secundario, donde hidrógeno fresco es suministrado al reactor secundario.

15 En la solicitud GB 1 519 677 A se describe un procedimiento para hidrogenar compuestos orgánicos, por ejemplo 1, 4 diacetoxibuteno en presencia de un aldehído, donde el 50% del hidrógeno fresco es suministrado al reactor secundario y el gas de escape es descargado desde el reactor principal.

Por ejemplo, del modo descrito en la solicitud WO 01/27061, el lismeral es producido a través de la hidrogenación de dehidrolismeral, igualmente en presencia de terc-butilbenzaldehído.

20 Se conocen también procedimientos en los cuales se hidrogena un compuesto orgánico que contiene aldehído como impureza. Como ejemplo puede mencionarse la hidrogenación de ciclododecadienona para obtener ciclododecadienona, donde en la ciclododecadienona pueden estar contenidas cantidades reducidas de aldehídos. Un procedimiento de esta clase, a modo de ejemplo, de describe en la solicitud DE 103 44 595 A.

25 Del mismo modo, durante la hidrogenación de butindiol para obtener butanodiol pueden estar presentes cantidades reducidas de formaldehído desde la síntesis del butindiol a partir de formaldehído y acetileno. Sin embargo, según los fines previstos, puede agregarse también formaldehído para obtener butanodiol alquilado, por ejemplo de la manera que se describe en la solicitud EP 0 133 739 B1.

30 En esos procedimientos de hidrogenación se produce la formación de CO a través de la descomposición de los aldehídos que se encuentran presentes en el sistema de reacción, donde es conocido el hecho de que esta formación puede impedir la hidrogenación. Esto se considera un problema en particular cuando se requiere una conversión completa de los eductos para obtener productos con una elevada pureza o para evitar procedimientos de separación costosos. Con frecuencia, este problema se previene utilizando presiones muy elevadas durante la hidrogenación para convertir lo más completamente posible en metano el CO producido. Sin embargo, la elevada presión requerida implica elevados costes de inversión y costes operativos para el procedimiento.

35 Para lograr una conversión lo más completa posible, por lo general, es frecuente realizar la hidrogenación en dos etapas, en un así llamado reactor principal y al menos en un reactor secundario. De este modo, en el reactor principal se libera la mayor parte del calor de hidrogenación, disipándose a través de una circulación externa. Por lo general, al menos la mayor parte del hidrógeno fresco es proporcionado al reactor principal y el gas de escape es descargado desde o hacia el reactor secundario.

40 En el caso de una ejecución del procedimiento de esta clase, especialmente en el reactor secundario, se presentan elevadas concentraciones de CO y, eventualmente, no se logra ninguna conversión. Con ello, se obtienen productos que contienen componentes secundarios, los cuales sólo pueden ser separados parcialmente a través de pasos de limpieza costosos.

45 A este respecto, es objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para hidrogenar compuestos que contengan aldehído, donde se alcance una conversión lo más elevada posible de los eductos.

Otro objeto de la presente invención, consiste en proporcionar un procedimiento para hidrogenar compuestos que contengan aldehídos, en el cual se obtengan productos con una elevada pureza.

50 Otro objeto de la presente invención consiste en proporcionar un procedimiento para hidrogenar compuestos que contengan aldehídos, en el cual se obtengan productos con una elevada pureza, donde dicho procedimiento sea favorable en cuanto a los costes.

- 5 Conforme a la invención, este objeto se alcanzará a través de un procedimiento para hidrogenar un compuesto I que contenga al menos un aldehído y ciclododecadienona, que se obtuvo mediante la reacción de un ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno, con hidrógeno en presencia de un catalizador en al menos un reactor principal y al menos un reactor secundario, donde al menos el 50% del hidrógeno fresco proporcionado en el sistema de reacción es suministrado al menos a un reactor secundario, y donde se descarga al menos el 70% del gas de escape del reactor principal.
- De acuerdo con una forma de ejecución preferente, la presente invención hace referencia a un procedimiento como el descrito anteriormente, para hidrogenar un compuesto I, donde más del 50% del hidrógeno utilizado al menos en el reactor principal proviene del gas de escape del reactor secundario.
- 10 Dentro del marco de la presente invención, como "hidrógeno fresco" se entiende hidrógeno o una mezcla que contiene hidrógeno que es suministrada al sistema de reacción.
- Dentro del marco de la presente solicitud, el término "sistema de reacción" hace referencia a la suma de los reactores utilizados para el procedimiento conforme a la invención, es decir al menos un reactor principal y al menos un reactor secundario.
- 15 Se ha comprobado como especialmente ventajoso que al menos la mayor parte del hidrógeno agregado al sistema de reacción sea proporcionada al reactor principal, y desde allí sea conducida al reactor secundario como gas de escape del reactor principal. Conforme a la invención, la mayor parte del gas de escape es descargada desde o hacia el reactor principal. Desde el reactor principal hacia el reactor secundario, conforme a la invención, preferentemente, sólo llega el hidrógeno disuelto en la corriente del producto del reactor principal.
- 20 Una de las ventajas del procedimiento conforme a la invención, entre otras, reside en el hecho de que en el reactor principal se presenta una concentración de CO reducida. A través de esta medida se logra maximizar la conversión sin tener que recurrir a presiones elevadas. De este modo, en el procedimiento conforme a la invención puede economizarse en cuanto al catalizador y al espacio para el reactor. Otra ventaja reside en la vida útil prolongada de los catalizadores, en particular en el reactor secundario o en los reactores secundarios.
- 25 En las hidrogenaciones en las cuales se aspira a una conversión completa se hidrogena con un excedente de hidrógeno. El procedimiento conforme a la invención se caracteriza porque el excedente de hidrógeno que debe eliminarse de forma obligatoria, y que por lo tanto genera gastos, puede ser relativamente reducido. De forma preferente, el excedente de hidrógeno (% de moles de hidrógeno en referencia al hidrógeno estequiométricamente requerido) se encuentra entre 0,1 y 50 % en moles. De forma especialmente preferente se encuentra entre 0,3 y 40 % en moles y de forma completamente preferente entre 0,5 y 25 % en moles.
- 30 Por lo tanto, la presente invención, de acuerdo con una forma de ejecución preferente, hace referencia también a un procedimiento como el descrito anteriormente, donde se utiliza hidrógeno en un excedente de 0,1 a 50 % en moles.
- 35 El procedimiento conforme a la invención puede aplicarse para la hidrogenación de un compuesto I. De acuerdo con una forma de ejecución preferente, el compuesto I, junto con el aldehído y la ciclododecadienona, puede también contener al menos otro compuesto orgánico que es hidrogenado en el procedimiento conforme a la invención. Dentro del contexto de la presente invención, el compuesto orgánico consiste por lo tanto en un compuesto orgánico que puede ser hidrogenado.
- 40 De acuerdo con ello, la presente invención hace referencia también a un procedimiento como el descrito anteriormente para hidrogenar un compuesto I, con hidrógeno en presencia de un catalizador en al menos un reactor principal y al menos un reactor secundario, donde el compuesto I contiene al menos otro compuesto orgánico.
- Siempre que el aldehído sea el componente principal del compuesto I a ser hidrogenado, el contenido de aldehído, dentro del marco de la presente invención, preferentemente asciende como mínimo al 80% y como máximo al 100%, de forma muy preferente como mínimo al 90% y como máximo al 99,9%, de forma especialmente preferente como mínimo al 95% y de forma completamente preferente como mínimo al 98% y como máximo al 99,5%.
- 45 Siempre que los aldehídos se encuentren presentes como componentes secundarios, dentro del marco de la presente invención, el compuesto I contiene en particular de 20 a 99,9 % en peso, en referencia al compuesto I, de otro compuesto orgánico. De forma preferente, el compuesto I contiene de 70 a 98 % en peso, de forma especialmente preferente de 90 a 95 % en peso de otro compuesto orgánico.
- 50 Junto con los componentes orgánicos, el compuesto I puede contener también compuestos inorgánicos, como por ejemplo agua.

Dentro del marco de la presente invención, como compuesto orgánico pueden emplearse todos los compuestos adecuados que puedan ser hidrogenados con hidrógeno en presencia de un catalizador. Conforme a la invención, se consideran adecuados por ejemplo los compuestos insaturados, eventualmente sustituidos, como alquenos o alquinos, compuestos aromáticos, cetonas, ésteres, ácidos, anhídridos, amidas, nitrilos o nitroderivados.

5 Conforme a la invención, pueden utilizarse en especial compuestos orgánicos que, en función del proceso de producción, contengan aldehídos. Son compuestos de esta clase, por ejemplo, el dehidrolismeral o el 1,4-butindiol.

De acuerdo con ello, conforme a otra forma de ejecución, la presente invención hace referencia a un procedimiento como el descrito anteriormente para hidrogenar un compuesto I que contiene al menos un aldehído y ciclododecadienona y al menos otro compuesto orgánico, con hidrógeno en presencia de un catalizador en al menos un reactor principal y al menos un reactor secundario, donde el compuesto orgánico es seleccionado del grupo compuesto por dehidrolismeral o 1,4 butindiol.

El compuesto I contiene ciclododecadienona que fue obtenida mediante la reacción de un ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno.

15 De este modo, para la reacción del ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno puede utilizarse al menos un disolvente o un diluyente adecuado. Pueden considerarse, entre otros, el ciclododecano o la ciclododecanona, así como hidrocarburos alifáticos o aromáticos saturados, eventualmente alquil sustituidos, donde principalmente todos los disolventes y/o diluyentes de uso común son adecuados, en cuanto cumplan con la condición de presentar un enlace doble C-C, un enlace triple C-C o un grupo aldehído.

20 Por lo general, durante la reacción de ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno no es necesario agregar un disolvente o un diluyente.

Las temperaturas durante la reacción de ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno se encuentran preferentemente dentro del rango de 140 a 350°C, de forma más preferente dentro del rango de 180 a 320°C y de forma especialmente preferente dentro del rango de 200 a 300°C.

25 Es posible realizar la reacción de ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno a dos o más temperaturas, es decir dentro de dos o más rangos de temperaturas que respectivamente se encuentran dentro de los límites indicados anteriormente. Los cambios de temperatura durante el transcurso de la reacción pueden tener lugar de forma continua o también de forma discontinua.

30 Las presiones durante la reacción de ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno, de forma preferente, se encuentran por encima de la presión propia de la mezcla de eductos o de productos a la temperatura de reacción seleccionada o a las temperaturas de reacción seleccionadas. De manera preferente, las presiones se encuentran dentro de un rango de 1 a 1000 bar, de forma aún más preferente dentro de un rango de 40 a 300 bar y de forma especialmente preferente dentro de un rango de 50 a 200 bar.

35 Es posible realizar la reacción de ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno a dos o más presiones, es decir dentro de dos o más rangos de presión que respectivamente se encuentran dentro de los límites indicados anteriormente. Los cambios de presión durante el transcurso de la reacción pueden tener lugar de forma continua o también de forma discontinua.

40 Con respecto a los reactores que pueden utilizarse para la reacción de ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno no existen restricciones especiales. La reacción puede tener lugar en particular en un modo de operación de lote alimentado (fed-batch) o en un modo de operación continuo. Conforme a ello, a modo de ejemplo, pueden utilizarse como reactores al menos un reactor continuo tipo tanque agitado o CSTR (por sus siglas en inglés), con al menos un intercambiador de calor interno y/o al menos un intercambiador de calor externo, al menos un reactor tubular o al menos un reactor de bucle. También es posible diseñar al menos uno de estos reactores de manera que el mismo presente al menos dos zonas diferentes. Estas zonas, a modo de ejemplo, pueden diferenciarse en cuanto a las condiciones de la reacción, como por ejemplo la temperatura o la presión, y/o en la geometría de la zona, así como por ejemplo en el volumen o en la sección transversal. Si la reacción tiene lugar en dos o más reactores pueden utilizarse dos o más tipos de reactores iguales o al menos dos tipos de reactores diferentes.

De forma preferente, la reacción de ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno se realiza en un único reactor. A modo de ejemplo, se considera preferente la reacción en un modo de operación continuo.

50 El tiempo de espera del producto de la reacción en al menos un reactor durante la reacción de ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno se encuentra por lo general dentro de un rango de hasta 20 horas, preferentemente dentro de un rango de 0,1 a 20 horas, de forma aún más preferente dentro de un rango de 0,2 a 15 horas y de forma especialmente preferente dentro de un rango de 0,25 a 10 horas.

Al realizarse la reacción de ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno en un reactor de alimentación, la proporción molar de monóxido de dinitrógeno con respecto al ciclododecatrieno se encuentra por lo general dentro del rango de 0,05 a 4, preferentemente dentro del rango de 0,06 a 1, de forma aún más preferente dentro del rango de 0,07 a 0,5 y de forma especialmente preferente dentro del rango de 0,1 a 0,4.

- 5 La reacción de ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno puede realizarse de manera que, en caso de una selectividad muy elevada con respecto a la ciclododecadienona, se alcance una conversión de ciclododecatrieno dentro del rango de hasta 50 %, preferentemente dentro del rango de 5 a 30 % y de forma especialmente preferente dentro del rango de 10 a 20 %. La selectividad, con respecto a la ciclododecadienona, se encuentra por lo general al menos en 90 %, preferentemente al menos en 92,5 % y de forma especialmente preferente al menos en 95 %.
- 10 En principio, cualquier ciclododecatrieno, o cualquier mezcla de dos y más ciclododecatrienos diferentes puede hacerse reaccionar con monóxido de dinitrógeno. A modo de ejemplo, pueden mencionarse aquí, entre otros, los 1, 5, 9- ciclododecatrienos, por ejemplo cis, trans, trans- 1, 5, 9- ciclododecatrieno o cis, cis, trans- 1, 5, 9- ciclododecatrieno u holo- trans- 1, 5, 9- ciclododecatrieno.

Como ciclododecatrieno, de forma preferente, se utiliza cis, trans, trans- 1, 5, 9- ciclododecatrieno.

- 15 Por lo general, de la reacción de cis, trans, trans- 1, 5, 9- ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno resulta una mezcla isomérica de ciclododeca- 4, 8- dienona que al menos contiene dos de los isómeros cis, trans- ciclododeca- 4, 8- dienona, trans, cis- ciclododeca- 4, 8- dienona y trans, trans- ciclododeca- 4, 8- dienona. Conforme a ello, una mezcla isomérica típica presenta los isómeros en proporciones molares de aproximadamente 1 : 1 : 0,08. Esta mezcla isomérica puede estar contenida en el compuesto I utilizado en el procedimiento conforme a la invención.
- 20 En principio, la reacción de ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno puede efectuarse en presencia de un catalizador, pero también puede tener lugar sin agregar un catalizador.

- El 1, 5, 9- ciclododecatrieno, por ejemplo, puede ser producido mediante la trimerización de 1, 3- butadieno puro, tal como se describe en T. Schiffer, G. Oenbrink, "Cyclododecatriene, Cyclooctadiene, and 4- Vinylcyclohexene", Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6th Edition (2000), Electronic Release, Wiley VCH. Dentro del marco de este procedimiento, por ejemplo en el caso de la trimerización en presencia de catalizadores Ziegler, se producen cis, trans, trans- 1, 5, 9- ciclododecatrieno, cis, cis, trans- 1, 5, 9- ciclododecatrieno y holo- trans- 1, 5, 9- ciclododecatrieno, tal como se describe, a modo de ejemplo, en H. Weber y otros "Zur Bildungsweise von cis, trans, trans- Cyclododecatrien- (1.5.9) mittels titanhaltiger Katalysatoren" in: Liebigs Ann. Chem. 681 (1965) pp. 10- 20. El ciclododecatrieno puede ser producido mediante la trimerización de 1,3 - butadieno, utilizando un catalizador de titanio.
- 25
- 30

Mientras que en principio todos los catalizadores de titanio adecuados pueden utilizarse para la trimerización, el catalizador de tetracloruro de titanio/sesquicloruro de etilaluminio descrito en el artículo de Weber y otros se considera especialmente adecuado.

- El butadieno utilizado para la trimerización presenta en particular un grado de pureza, determinado mediante cromatografía de gases, de al menos 99,6 % y, de forma aún más preferente de al menos 99,65 %. De forma especialmente preferente, dentro del marco de la precisión de la prueba, el 1,3-butadieno no contiene 1,2- butadieno ni 2-butina.
- 35

- A partir de la trimerización se obtienen por lo general mezclas que contienen al menos 95 % en peso, preferentemente al menos 96 % en peso y de forma aún más preferente 97 % en peso de cis, trans, trans- 1, 5, 9- ciclododecatrieno. Por ejemplo, de forma especialmente preferente, las mezclas contienen 98 % en peso de cis, trans, trans- 1, 5, 9- ciclododecatrieno.
- 40

- Esta mezcla que contiene cis, trans, trans- 1, 5, 9- ciclododecatrieno puede ser utilizada directamente de ese modo para la reacción con el monóxido de dinitrógeno. Asimismo, es posible también separar el cis, trans, trans- 1, 5, 9- ciclododecatrieno de la mezcla a través de al menos un método adecuado, por ejemplo, de forma preferente, al menos a través de una destilación, y emplearlo en la reacción con el monóxido de dinitrógeno.
- 45

De acuerdo con la invención, en el compuesto I se encuentran contenidos un aldehído y ciclododecadienona. En principio, el procedimiento conforme a la invención puede realizarse en presencia de cualquier aldehído. Por ejemplo, puede tratarse de aldehídos con 1 a 20 átomos de C.

- Conforme a ello, en otra forma de ejecución, la presente invención hace referencia a un procedimiento descrito anteriormente para hidrogenar un compuesto I, donde al menos un aldehído es seleccionado del grupo compuesto por aldehídos C1 a C20.
- 50

Dentro del marco de la presente invención, el compuesto I contiene de 0,1 a 80 % en peso, en referencia al compuesto I, del aldehído. De forma preferente, el compuesto I contiene de 2 a 30 % en peso, de forma especialmente preferente de 5 a 10 % en peso del aldehído.

5 El procedimiento conforme a la invención se realiza en al menos un reactor principal y al menos un reactor secundario. Conforme a la invención, de forma preferente, al menos el 60% del compuesto I se hace reaccionar en el reactor principal.

De forma aún más preferente, en el procedimiento conforme a la invención, al menos el 85 % del compuesto I se hace reaccionar en el reactor principal, de forma especialmente preferente al menos el 90 % del compuesto I se hace reaccionar en el reactor principal.

10 Conforme a ello, de acuerdo con una forma de ejecución preferente, la presente invención hace referencia a un procedimiento como el descrito anteriormente para hidrogenar un compuesto I, donde en el reactor principal se hace reaccionar al menos el 60% del compuesto I.

15 Conforme a la invención, al menos el 50 % del hidrógeno fresco proporcionado en el sistema de reacción es suministrado hacia al menos un reactor secundario. De acuerdo con otra forma de ejecución preferente, por ejemplo al menos el 60 % del hidrógeno fresco es suministrado hacia el reactor secundario, en especial al menos el 70 %, de forma completamente preferente al menos el 80 % y de forma especialmente preferente al menos el 90 %.

Conforme a ello, dentro del marco de la presente invención, en particular del 60 % al 100 % del hidrógeno fresco proporcionado en el sistema de reacción es suministrado hacia al menos un reactor secundario, preferentemente del 70 al 99 % y de forma especialmente preferente del 80 al 95 %.

20 Conforme a ello, la presente invención, en otra forma de ejecución, hace referencia a un procedimiento descrito anteriormente para hidrogenar un compuesto I, donde al menos el 60 % del hidrógeno fresco proporcionado en el sistema de reacción es suministrado al menos hacia un reactor secundario.

Conforme a la invención, es posible también que más cantidad de hidrógeno sea suministre al sistema de reacción, por ejemplo mediante al menos un reactor principal o mediante varios reactores principales.

25 Conforme a la invención, el gas de escape que se produce en el procedimiento conforme a la invención puede ser descargado en su mayor parte desde o hacia el reactor principal. De este modo se descarga al menos el 70 % del gas de escape del reactor principal, preferentemente al menos el 75 %, de forma especialmente preferente al menos el 80 % y de forma muy especialmente preferente al menos el 90 %. De forma preferente, exceptuando la parte disuelta del hidrógeno, desde el reactor principal o desde los reactores principales ningún gas alcanza el reactor secundario o los reactores secundarios.

30 Igualmente, dentro del marco de la presente invención, es posible también que se descargue una parte del gas de escape del reactor secundario, en particular siempre que se garantice que al menos el 50 % del hidrógeno utilizado en el reactor principal proviene del gas del escape del reactor secundario. Preferentemente, dentro del marco de la presente invención, al menos el 60 % del hidrógeno utilizado en al menos un reactor principal proviene del gas de escape del reactor secundario, de forma especialmente preferente al menos el 70 % y de forma completamente preferente al menos el 80%.

35 Conforme a ello, de acuerdo con una forma de ejecución preferente, la presente invención hace referencia también a un procedimiento descrito anteriormente para hidrogenar un compuesto I, donde el hidrógeno pasa desde al menos un reactor principal hacia al menos un reactor secundario sólo en forma de hidrógeno disuelto en la corriente del producto del reactor principal.

De acuerdo con el procedimiento conforme a la invención, la mezcla obtenida durante la reacción en el reactor principal es conducida hacia un reactor principal o hacia un reactor secundario para continuar con la reacción. El producto de la reacción del compuesto I con hidrógeno, dentro del marco de la presente invención, se retira del reactor secundario.

40 Para hidrogenar el compuesto I pueden utilizarse todos los catalizadores adecuados. En particular pueden utilizarse al menos un catalizador homogéneo o al menos un catalizador heterogéneo, o al menos un catalizador homogéneo y al menos un catalizador heterogéneo.

45 De forma preferente, los catalizadores que pueden utilizarse contienen al menos un metal del subgrupo 7, 8, 9, 10 u 11 de la tabla periódica de los elementos. De forma aún más preferente, los catalizadores que pueden utilizarse conforme a la invención contienen al menos un elemento seleccionado del grupo compuesto por Re, Fe, Ru, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu y Au. De forma especialmente preferente, los catalizadores que pueden utilizarse conforme a la

invención contienen al menos un elemento seleccionado del grupo compuesto por Fe, Ni, Pd, Pt y Cu. De forma muy especialmente preferente, los catalizadores que pueden utilizarse conforme a la invención contienen Pd, Pt, Ru o Ni.

Por tanto, la presente invención, conforme a otra forma de ejecución, hace referencia a un procedimiento descrito anteriormente para hidrogenar un compuesto I, donde el catalizador contiene Pd, Pt, Ru o Ni como metal activo.

5 Los catalizadores homogéneos utilizados preferentemente en el procedimiento conforme a la invención contienen al menos un elemento del subgrupo 8, 9 ó 10. Se consideran aún más preferentes los catalizadores homogéneos que contienen Ru, Rh, Ir y/o Ni. A modo de ejemplo pueden mencionarse aquí $\text{RhCl}(\text{TTP})_3$ ó $\text{Ru}_4\text{H}_4(\text{CO})_{12}$. Se consideran como especialmente preferentes aquellos catalizadores homogéneos que contienen Ru. Por ejemplo, se utilizan catalizadores homogéneos correspondientes a lo descrito en los documentos US 5, 180, 870, US 5, 321, 10 176, US 5, 177, 278, US 3, 804, 914, US 5, 210, 349 US 5, 128, 296, US B 316, 917 y en D.R. Fahey en J. Org. Chem. 38 (1973) pp. 80- 87, a cuya descripción se hace referencia ampliamente dentro del contexto de la presente solicitud. Son catalizadores de esta clase, por ejemplo, $(\text{TPP})_2(\text{CO})_3\text{Ru}$, $[\text{Ru}(\text{CO})_4]_3$, $(\text{TPP})_2\text{Ru}(\text{CO})_2\text{Cl}_2$, $(\text{TPP})_3(\text{CO})\text{RuH}_2$, $(\text{TPP})_2(\text{CO})_2\text{RuH}_2$, $(\text{TPP})_2(\text{CO})_2\text{RuClH}$ ó $(\text{TPP})_3(\text{CO})\text{RuCl}_2$.

15 De forma especialmente preferente, dentro del marco del procedimiento conforme a la invención se utiliza al menos un catalizador heterogéneo, donde al menos uno de los metales antes mencionados se utiliza directamente en forma de metal, como catalizador de Raney y/o se aplica en un portador convencional. Como materiales portadores preferentes se consideran por ejemplo los carbones activados u óxidos, como por ejemplo el óxido de aluminio, óxido de silicio, óxido de titanio o el óxido de circonio. Como materiales portadores pueden mencionarse, entre otros, también las bentonitas. Si se utilizan dos metales o más, entonces éstos pueden presentarse de forma separada o 20 como una aleación. De este modo, es posible utilizar al menos un metal en esa forma y al menos otro metal como catalizador de Raney, o al menos un metal en esa forma y al menos otro metal aplicado en al menos un portador, o al menos un metal como catalizador de Raney y al menos otro metal aplicado en al menos un portador, o al menos un metal en esa forma y al menos otro metal como catalizador de Raney y al menos otro metal aplicado en al menos un portador.

25 Los catalizadores utilizados en el procedimiento conforme a la invención, por ejemplo, pueden consistir también en los así llamados catalizadores de precipitación. Los catalizadores de esta clase pueden producirse precipitando sus componentes catalíticamente activos a partir de sus soluciones salinas, en particular a partir de las soluciones de sus nitratos y/o acetatos, por ejemplo añadiendo soluciones de hidróxido alcalinometálico y/o alcalinotérreo y/o soluciones de carbonato, por ejemplo hidróxidos difícilmente solubles, oxihidratos, sales o carbonatos básicos, secando a continuación los precipitados obtenidos y transformando éstos en los óxidos, óxidos mixtos y/u óxidos de 30 valencia mixta, reduciendo los gases obtenidos a través de un tratamiento con hidrógeno, por lo general dentro del rango de 50 a 700 °C, en particular 100 a 400°C, con relación a los respectivos metales y/o compuestos oxidicos con niveles de oxidación más reducidos, alcanzando así la forma catalíticamente activa propiamente dicha. Por lo general se reduce el tiempo necesario hasta que ya no se forme más agua. Al producir catalizadores de precipitación que contienen un material portador la precipitación de los componentes catalíticamente activos puede tener lugar en presencia del respectivo material portador. Los componentes catalíticamente activos, de forma ventajosa, pueden precipitarse al mismo tiempo con el material portador a partir de las respectivas soluciones salinas.

40 De forma preferente, en el procedimiento conforme a la invención se utilizan catalizadores de hidrogenación que contienen, aislados en un material portador, los metales o los compuestos metálicos que catalizan la hidrogenación.

Además de los catalizadores de precipitación mencionados con anterioridad que contienen adicionalmente un material portador, además de los componentes catalíticamente activos, para el procedimiento conforme a la invención son adecuados en general aquellos materiales portadores en los cuales el componente que actúa de forma catalíticamente hidrogenante ha sido aplicado en el material portador, por ejemplo a través de impregnación.

45 La forma de la aplicación del metal catalíticamente activo en el portador por lo general no es de gran importancia, y puede realizarse de diferentes maneras. Los metales catalíticamente activos, por ejemplo, pueden ser aplicados en esos materiales portadores mediante infiltración con soluciones o suspensiones de las sales u óxidos de los respectivos elementos, mediante el secado y la consiguiente reducción de los compuestos metálicos a los respectivos metales o compuestos con niveles de oxidación más reducidos, mediante un agente de reducción, 50 preferentemente con hidrógeno o hidruros complejos. Otra posibilidad para aplicar los metales catalíticamente activos en estos portadores consiste en impregnar los portadores con soluciones de sales que pueden disolverse fácilmente de forma térmica, por ejemplo con nitratos o compuestos complejos que pueden disolverse fácilmente de forma térmica, por ejemplo complejos carbonilo o hidruro de los metales catalíticamente activos, y en calentar los portadores así impregnados para una disolución térmica de los compuestos metálicos adsorbidos a temperaturas dentro del rango de 300 a 600°C. Esta disolución térmica, de forma preferente, se efectúa bajo una atmósfera gaseosa protectora. Se consideran gases protectores adecuados el nitrógeno, dióxido de carbono, hidrógeno o los gases nobles. Además, los metales catalíticamente activos pueden ser separados en el portador del catalizador mediante evaporación o proyección a la llama. El contenido de estos catalizadores del portador en los metales

5 catalíticamente activos en principio no es crítico para lograr realizar con éxito el procedimiento conforme a la invención. Por lo general, los contenidos más elevados de metales catalíticamente activos de estos catalizadores de portadores conducen a conversiones espacio-temporales más elevadas que los contenidos más reducidos. Por lo general, se utilizan catalizadores de portadores cuyo contenido de metales catalíticamente activos se encuentra dentro del rango de 0,1 a 90 % en peso, preferentemente dentro del rango de 0,5 a 40% en peso, en referencia al peso total del catalizador. Puesto que estos datos sobre el contenido hacen referencia a todo el catalizador, incluyendo el material portador que posee materiales portadores diferentes, así como pesos específicos y superficies específicas muy diferentes, es posible también que estos valores puedan ser superiores o inferiores, sin que ello produzca un efecto negativo sobre el resultado del procedimiento conforme a la invención. Sobre el respectivo material portador, naturalmente, pueden aplicarse también varios de los metales catalíticamente activos.

10 Asimismo, los metales catalíticamente activos pueden aplicarse en el portador por ejemplo según el procedimiento descrito en los documentos DE-OS 25 19 817, EP 1 477 219 A1 o EP 0 285 420 A1. En los catalizadores acordes a estos documentos, los metales catalíticamente activos se presentan como una aleación que es generada a través de tratamiento térmico y/o de reducción, por ejemplo a través de la infiltración con una sal o complejo de los metales mencionados anteriormente.

Tanto la activación de los catalizadores de precipitación como también los catalizadores de portadores pueden tener lugar in situ al inicio de la reacción a través del hidrógeno presente. De forma preferente, estos catalizadores se activan de modo separado antes de ser utilizados.

20 Como materiales portadores pueden utilizarse, por lo general, los óxidos del aluminio y del titanio, dióxido de circonio, dióxido de silicio, alúminas como por ejemplo montmorillonita, silicatos como por ejemplo silicatos de magnesio o de aluminio, zeolitas como por ejemplo de los tipos de estructura ZSM-5 o ZSM-10, o carbones activados. Como materiales portadores preferentes, se consideran el dióxido de aluminio, dióxido de titanio, dióxido de silicio, dióxido de circonio y el carbón activado. Naturalmente, también las mezclas de diferentes materiales portadores diferentes sirven como portadores para los catalizadores que pueden utilizarse en el procedimiento conforme a la invención.

25 Conforme a la invención, se consideran como catalizadores especialmente preferentes aquellos que contienen Ni, Pt y/o Pd y son aplicados sobre un portador. Los portadores completamente preferentes son o contienen carbón activo, dióxido de aluminio, dióxido de titanio y/o dióxido de silicio.

30 En el reactor o en los reactores principales y secundarios puede estar presente el mismo catalizador, pero esto no se considera como obligatorio dentro del marco de la presente invención. Por ejemplo, es posible también que en cada uno de los reactores se utilice un catalizador diferente. De este modo, por ejemplo, una hidrogenación de una suspensión puede ser combinada con una hidrogenación homogénea y/o una hidrogenación heterogénea. Se considera especialmente preferente la hidrogenación con catalizadores heterogéneos, donde en particular el catalizador empleado en el reactor secundario o en los reactores secundarios se utiliza como lecho fijo.

35 Al menos un catalizador heterogéneo, por ejemplo, puede utilizarse como un catalizador de suspensión y/o como un catalizador de lecho fijo.

A modo de ejemplo, si dentro del marco del procedimiento conforme a la invención la hidrogenación se realiza al menos con un catalizador de suspensión, entonces, de manera preferente, se hidrogena al menos en un reactor de agitación o al menos en una columna de burbujas, o al menos en una columna de burbujas empaquetada o en una combinación de dos o más reactores iguales o diferentes.

40 El término "reactores diferentes" comprende en este caso tanto tipos de reactores diferentes como también reactores de la misma clase que, por ejemplo, se diferencian en cuanto a su geometría, como por ejemplo en cuanto a su volumen y/o a su sección transversal y/o a través de las condiciones de hidrogenación en los reactores.

45 A modo de ejemplo, si, dentro del marco del procedimiento conforme a la invención, la hidrogenación se realiza al menos con un catalizador dispuesto de forma fija, entonces, de manera preferente, se utiliza al menos un reactor tubular como por ejemplo al menos un reactor de caja y/o al menos un reactor multitubular, donde un único reactor puede ser operado en un modo de decantación o en un modo de conducción por goteo. En caso de utilizar dos o más reactores, al menos uno puede ser operado en modo de decantación y al menos uno en modo de conducción por goteo.

50 De acuerdo con una forma de ejecución preferente del procedimiento conforme a la invención, al menos un catalizador utilizado para la hidrogenación es separado de la mezcla del producto de la hidrogenación después de la reacción en un reactor principal. Esta separación puede tener lugar en función del catalizador utilizado conforme a cualquier ejecución adecuada del procedimiento.

Del mismo modo, una separación de un catalizador hacia un catalizador secundario puede tener lugar a través de una ejecución adecuada del procedimiento. Las siguientes ejecuciones se pueden aplicar tanto para la separación del catalizador hacia un reactor principal como hacia un reactor secundario.

5 Si durante la hidrogenación se utilizó, por ejemplo, un catalizador heterogéneo como catalizador de suspensión, entonces éste, dentro del marco de la presente invención, es separado preferentemente mediante al menos una etapa de filtración. El catalizador separado de esta manera puede ser reconducido a la hidrogenación o al menos ser suministrado para cualquier otro procedimiento. También es posible renovar el catalizador, por ejemplo para obtener nuevamente el metal contenido en el catalizador.

10 Si durante la hidrogenación se utilizó, por ejemplo, un catalizador homogéneo, entonces éste, dentro del marco de la presente invención, es separado preferentemente mediante al menos una etapa de destilación. Dentro del marco de esta destilación pueden utilizarse una, dos o más columnas de destilación. El catalizador separado de esta manera puede ser reconducido a la hidrogenación o al menos ser suministrado para cualquier otro procedimiento. También es posible renovar el catalizador, por ejemplo para obtener nuevamente el metal contenido en el catalizador.

15 Antes de ser utilizado en cualquier procedimiento, como por ejemplo antes de ser reconducido al procedimiento conforme a la invención, tanto al menos un catalizador homogéneo como también al menos un catalizador heterogéneo, en caso de que sea necesario, puede ser regenerado mediante al menos un procedimiento adecuado.

20 En el reactor utilizado conforme a la invención, el calor puede ser disipado de forma interna, por ejemplo mediante equipos de refrigeración, o de forma externa, por ejemplo mediante al menos un intercambiador de calor. Si para la hidrogenación, de forma preferente, se utiliza al menos un reactor tubular, entonces, de forma preferente, la reacción es transportada mediante un circuito externo, en donde se encuentra integrado el sistema para la disipación del calor.

25 Si de acuerdo con una forma de ejecución preferente del procedimiento conforme a la invención, la hidrogenación se realiza de forma continua, se utilizan de forma preferente al menos dos reactores, de forma aún más preferente al menos dos reactores tubulares, y de forma completamente preferente al menos dos reactores tubulares acoplados en serie y, de forma especialmente preferente, precisamente dos reactores tubulares acoplados en serie. Las condiciones de hidrogenación en los reactores utilizados pueden respectivamente ser iguales o diferentes y, respectivamente, se encuentran dentro de los rangos descritos anteriormente.

30 Si la hidrogenación se realiza al menos en un catalizador suspendido, el tiempo de espera se encuentra por lo general dentro del rango de 0,05 a 50 horas, por ejemplo dentro del rango de 0,5 a 50 horas, de forma preferente dentro del rango de 1 a 30 horas, de forma especialmente preferente dentro del rango de 1,5 a 25 horas, y de forma muy especialmente preferente dentro del rango de 1,5 a 10 horas. Con respecto a ello, es irrelevante si conforme a la invención se utiliza un reactor o adicionalmente otros reactores. Para todas estas formas de ejecución el tiempo de espera total se encuentra dentro de los rangos indicados anteriormente.

35 Si dentro del marco del procedimiento conforme a la invención la hidrogenación se realiza en un modo de operación continuo en al menos un catalizador dispuesto de forma fija, entonces la carga del catalizador (kg alimentación/litros catalizador x h) se encuentra por lo general dentro del rango de 0,03 a 20, preferentemente dentro del rango de 0,05 a 5 y de forma especialmente preferente dentro del rango de 0,1 a 2. Con respecto a ello, es irrelevante si conforme a la invención se utilizan un reactor principal y un reactor secundario o adicionalmente otros reactores. Para todas estas formas de ejecución la carga total se encuentra dentro de los rangos indicados anteriormente.

40 El reactor secundario o los reactores secundarios pueden ser operados a temperaturas más reducidas o también a temperaturas más elevadas, como el reactor principal. Por lo general, la temperatura de hidrogenación en el reactor principal se encuentra dentro del rango de 0 a 350 °C, preferentemente dentro del rango de 20 a 300 °C, de forma aún más preferente dentro del rango de 50 a 250 °C y de forma especialmente preferente dentro del rango de 80 a 220 °C.

45 Por tanto, la presente invención, de acuerdo con otra forma de ejecución, hace referencia a un procedimiento como el descrito anteriormente para hidrogenar un compuesto I, donde la reacción del compuesto I con hidrógeno se realiza en el reactor principal a una temperatura situada dentro del rango de 0 °C a 350 °C.

50 En la hidrogenación conforme a la invención en el reactor principal, la presión del hidrógeno, por lo general se encuentra dentro del rango de 1 a 325 bar, preferentemente dentro del rango de 5 a 300 bar, de forma aún más preferente dentro del rango de 10 a 250 bar y de forma especialmente preferente dentro del rango de 15 a 150 bar. Se considera ventajoso que el nivel de presión en el reactor secundario sea igual o mayor que en el reactor principal.

Por tanto, la presente invención, de acuerdo con otra forma de ejecución, hace referencia a un procedimiento como el descrito anteriormente para hidrogenar un compuesto I, donde la reacción del compuesto I con hidrógeno se realiza en el reactor principal a una presión situada dentro del rango de 1 bar a 325 bar.

5 La mezcla obtenida a partir del reactor principal contiene el producto de la reacción, preferentemente un compuesto orgánico convertido, en una proporción de conversión, referida a la mezcla en su totalidad, preferentemente dentro del rango de 60 a 99,9 % y de forma especialmente preferente dentro del rango de 70 a 99,5 %. Esta mezcla, eventualmente después de al menos un tratamiento intermedio adecuado, es suministrada al reactor secundario. La mezcla obtenida a partir del reactor secundario contiene el producto de la reacción, preferentemente un compuesto orgánico convertido, en una proporción de conversión preferentemente dentro del rango de al menos 99,5 %, de forma aún más preferente dentro del rango de 99,9 % y de forma especialmente preferente dentro del rango 99,99 %.

15 Dentro del marco de la hidrogenación conforme a la invención puede utilizarse al menos un disolvente o un diluyente adecuado. Pueden mencionarse aquí en principio todos los disolventes y diluyentes que no se hidrogenan o transforman de cualquier otra forma bajo las condiciones de hidrogenación, por ejemplo alcoholes, éteres, hidrocarburos, agua, compuestos aromáticos o cetonas. Siempre que en el compuesto I se encuentre contenida ciclododecadienona como compuesto orgánico se consideran como especialmente adecuados el tolueno o la ciclododecano, entre otros.

De acuerdo con una forma de ejecución preferente del procedimiento conforme a la invención, la hidrogenación se realiza sin el agregado de un disolvente o de un diluyente.

20 A partir de la hidrogenación conforme a la invención se obtiene por lo general una mezcla que, junto con el producto de la reacción, contiene preferentemente un compuesto orgánico convertido, eventualmente al menos un subproducto y/o al menos otro compuesto que fue suministrado para la hidrogenación por ejemplo mediante una mezcla que contiene el compuesto orgánico. El producto de la reacción, preferentemente un compuesto orgánico convertido, puede ser separado de esta mezcla mediante al menos un procedimiento adecuado, como por ejemplo, de forma preferente, mediante al menos una destilación.

30 El procedimiento conforme a la invención se caracteriza por una elevada conversión, lo cual conduce a una elevada pureza del producto obtenido. La duración del catalizador, en particular en el reactor secundario, se prolonga; la actividad del catalizador en el reactor secundario es mayor debido a las cantidades reducidas de CO, es decir que conforme a la inversión puede utilizarse menos catalizador, donde por lo general debe aplicarse también menos presión para la reacción.

La presente invención es ilustrada a través de los siguientes ejemplos.

EJEMPLOS

Ejemplo comparativo 1: Hidrogenación de ciclododeca- 4,8-dieno-1-ona para producir ciclododecanona

35 En un reactor en cascada compuesto por un reactor tubular con circuito de líquido y un reactor secundario se hidrogenó de forma continua ciclododeca- 4, 8- dieno- 1- ona (30 bar, temperaturas 130°, cada uno de los reactores en modo de conducción por goteo, catalizador 0, 2% Pd en óxido de aluminio), la cual contenía aún aproximadamente 0, 5 % de aldehído C12 poliinsaturado. La cantidad total de hidrógeno (2, 1 equivalente en moles en referencia al educto, es decir 5 % en moles de excedente de hidrógeno) fue colocada en el reactor principal y conducida hacia al reactor secundario con la corriente del producto. Seguidamente el resto del gas fue descargado como gas de escape. En el caso de una carga total del catalizador de 0,5 kg de dienona/litro, catalizador x h, la conversión ascendió a 99,8 %, es decir que en la descarga de la reacción se encontraron aún 0,2 % de oleofina no convertida. En una destilación posterior pudo obtenerse ciclododecanona en una pureza del 9,4 %; 0,2 % de la ciclododecanona insaturada consistió en un componente secundario no deseado.

Ejemplo 1: Hidrogenación de ciclododeca -4,8-dieno-1-ona para producir ciclododecanona

45 Se repitió el ejemplo comparativo 1 con la diferencia de que el hidrógeno fue colocado en el reactor secundario y el hidrógeno restante de allí fue suministrado al reactor principal, desde el cual fue descargado el gas de escape. La conversión hacia el reactor secundario ascendió a 99, 99 %. En la destilación se obtuvo ciclododecadienona en una pureza del 99,6 %. Los productos insaturados no deseados se encontraban contenidos aún con un contenido de 100 ppm.

50 **Ejemplo comparativo 2: Hidrogenación de dehidrolismeral para producir lismeral**

- 5 De forma análoga al ejemplo comparativo 1, se hidrogenó una mezcla de 50 % de metanol, 29 % de dehidrolismeral, 13 % de terc-butylbenzaldehído, 5 % de agua y 3 % de otros componentes como propanol, propanal, diferentes ésteres y componentes de altos puntos de ebullición, como sales de sodio. Como catalizador se utilizó % % de Pd en carbón activo. La temperatura de hidrogenación en el reactor principal ascendió aproximadamente a 80°C, en el reactor secundario a aproximadamente 130°C; la presión de la reacción fue de 15 bar. El excedente de hidrógeno, en referencia al dehidrolismeral, ascendió a 1,05 de equivalente en moles. La conversión del dehidrolismeral, a una carga del catalizador de aproximadamente 2 kg/litro, catalizador x h, hacia el reactor secundario, fue de 93 % y la selectividad del lisméral fue de 91 %.

Ejemplo 2 (ejemplo comparativo)

- 10 El ejemplo comparativo 2 se repitió de forma análoga al ejemplo 1. La conversión hacia el reactor secundario fue de 97 % y la selectividad del lisméral fue de 94 %.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para hidrogenar un compuesto I que contiene al menos un aldehído y ciclododecadienona, el cual se obtiene mediante la reacción de un ciclododecatrieno con monóxido de dinitrógeno, con hidrógeno en presencia de un catalizador en al menos un reactor principal y al menos un reactor secundario, donde al menos el 50% del hidrógeno fresco proporcionado en el sistema de reacción es suministrado al menos a un reactor secundario y donde se descarga al menos el 70% del gas de escape del reactor principal.
2. Procedimiento conforme a la reivindicación 1, donde más del 50% del hidrógeno utilizado al menos en un reactor principal proviene del gas de escape del reactor secundario.
- 10 3. Procedimiento conforme a la reivindicación 1 ó 2, donde el hidrógeno es utilizado en un excedente de 0,1 a 50 % en moles.
4. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 a 3, donde al menos un aldehído es seleccionado del grupo compuesto por aldehídos C1 a C20.
5. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 a 4, donde al menos el 60% del compuesto I se hace reaccionar en el reactor principal.
- 15 6. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 a 5, donde al menos el 60% del hidrógeno fresco proporcionado en el sistema de reacción es suministrado al menos a un reactor secundario.
7. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 a 6, donde el hidrógeno pasa desde al menos un reactor principal hacia al menos un reactor secundario sólo en forma de hidrógeno disuelto en la corriente del producto del reactor principal.
- 20 8. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 a 7, donde el catalizador contiene Pd, Pt, Ru o Ni como metal activo.
9. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 a 8, donde la reacción del compuesto I con hidrógeno en el reactor principal se realiza a una temperatura dentro del rango de 0°C a 350°C.
- 25 10. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 a 9, donde la reacción del compuesto I con hidrógeno en el reactor principal se realiza a una presión dentro del rango de 1 bar a 325 bar.