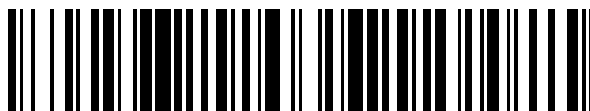


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 496 676**

51 Int. Cl.:

C07J 9/00 (2006.01)

B01J 29/00 (2006.01)

B01J 29/068 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.07.2009** **E 09800103 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.07.2014** **EP 2318426**

54 Título: **Proceso eficaz de hidrogenación**

30 Prioridad:

25.07.2008 US 83657 P

25.07.2008 US 83647 P

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

19.09.2014

73 Titular/es:

RAISIO NUTRITION LTD (100.0%)

Raisionkaari 55

21200 Raisio, FI

72 Inventor/es:

EKBLOM, JARI;

HAMUNEN, ANTTI;

HARTONEN, RAMI;

HIRVIJÄRVI, MARKO;

HOLMA, JUHA y

ORTE, JUHA

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 496 676 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

Proceso eficaz de hidrogenación

5 Los esteroides vegetales son compuestos que aparecen en material de las plantas y se aíslan comercialmente a partir de residuos de refinado de aceites comestibles o a partir de tall oil en bruto, que es una corriente de subproductos de la obtención de pulpa de madera. Los esteroides vegetales consisten normalmente en varios compuestos individuales; campesterol, sitosterol, estigmasterol y sitostanol son las estructuras químicas más comunes.

10 El proceso de producción de esteroles vegetal a partir de residuos de refinado de aceites comestibles ("destilados de desodorizador, DDO") comprende normalmente las etapas siguientes:

1. esterificación de ácidos libres y liberación de esteroides a partir de ésteres de esteroles,
- 15 2. evaporación opcional de las fracciones ligeras para mantener los esteroides en el residuo,
3. evaporación opcional de la fracción de esteroles libres,
4. cristalización de esteroides libres a partir de una fracción rica en esteroles obtenida de la etapa 1, 2 ó 3, y
- 20 5. recristalización opcional de los esteroides para preparar el producto de esteroles puros.

En el proceso de recristalización opcional mencionado anteriormente los disolventes de cristalización usados son normalmente hidrocarburos alifáticos en los que se ha añadido algún alcohol inferior (metanol o etanol) y agua.

25 Alternativamente puede usarse etanol como tal.

En producción de esteroles vegetal a partir de corrientes de subproductos de la obtención de pulpa de madera la materia prima real es brea de tall oil ("BTO"). La brea de tall oil es el residuo de destilación del proceso de refinado de tall oil que produce ácidos grasos y ácidos de resina para la industria química. El tall oil es el producto acidulado de productos de extracción orgánicos recuperados de lejía de cocción ("lejía negra") producida en el proceso de obtención de pulpa de madera.

30

El proceso de extracción de esteroles a partir de brea de tall oil comprende normalmente:

- 35 1. liberación de esteroides a partir de ésteres de esteroles por saponificación,
2. acidulación o neutralización opcional de ácidos libres presentes,
3. evaporación de la fracción ligera a partir de la mezcla saponificada seca de la etapa 1 o de la mezcla acidulada o neutralizada de la etapa 2 para mantener los esteroides en el residuo,
- 40 4. evaporación del residuo de la etapa 3 para obtener una fracción rica en esteroles,
5. cristalización de los esteroides a partir de la fracción rica en esteroles, y
- 45 6. recristalización opcional de los esteroides para preparar el producto de esteroles puros.

El disolvente de cristalización y/o recristalización opcional en el proceso de aislamiento esteroides a partir de BTO es normalmente un hidrocarburo alifático o una mezcla de hidrocarburos alifáticos en los que se añade algo de agua y un alcohol inferior (metanol o etanol) o un disolvente con base de cetona (normalmente una mezcla de metiletilcetona, alcohol inferior y agua).

50

Durante los últimos años los compuestos basados en esteroles vegetales se han hecho comunes como ingredientes de reducción del colesterol en los denominados alimentos funcionales. En estas aplicaciones estos compuestos se añaden en productos alimentarios, por ejemplo pastas para untar y yogures, en forma libre o esterificados con ácidos grasos, normalmente derivados de aceites vegetales. En un modo de aplicación preferido estos esteroides están antes de la adición en alimentos o antes de la esterificación saturados por hidrogenación catalítica para producir estanoles vegetales. Los estanoles vegetales son así compuestos en los que no pueden encontrarse dobles enlaces en la estructura de original debido a la adición de hidrógeno en los dobles enlaces de la molécula de esteroles.

55 Entre las ventajas de los estanoles con respecto a los esteroides se incluyen por ejemplo mejor estabilidad frente a la oxidación y capacidad de absorción más baja en la circulación sanguínea desde el tracto digestivo, que han demostrado ser propiedades altamente deseables.

60

La producción comercial de estanoles tiene lugar en un proceso separado que usa esteroides aislados y purificados como sustrato en el proceso de hidrogenación. Este esteroles purificado se disuelve en un disolvente orgánico (n-propanol o isopropanol), la solución se inertiza, se añade un catalizador de hidrogenación y se lleva una corriente de

65

hidrógeno a la mezcla de reacción en condiciones de reacción adecuadas. Normalmente el proceso de hidrogenación es catalizado por paladio (un metal precioso), que generalmente se dispersa en material de soporte de carbón vegetal. En un caso óptimo la reacción de hidrogenación es rápida, conduce a una conversión completa y como consecuencia de la reacción sólo se forman esteroides saturados, es decir, estanoles. Sin embargo, en general existen muchos problemas en el proceso.

En primer lugar, la reacción de conversión produce además de los estanoles deseados también subproductos. Los subproductos típicos en hidrogenación de esteroides son las estanonas (el grupo OH- en posición 3 de la estructura principal de esteroide se convierte en un grupo cetona debido a la migración del doble enlace) y los estanones (el grupo OH- se escinde, y generalmente el residuo de esteroide insaturado remanente se satura en las condiciones de reacción usadas). Si la cantidad de estos subproductos es elevada, la selectividad de la reacción es baja.

En segundo lugar, el esteroide purificado usado como material de partida para la hidrogenación contiene aún impurezas traza derivadas, por ejemplo, de las materias primas usadas (por ejemplo DDO y BTO), y estas impurezas traza tienden a desactivar o intoxicar el catalizador. Esta desactivación retarda la reacción de hidrogenación o puede llegar prácticamente a detenerla. El retardo (es decir, baja actividad de reacción) significa tiempos de reacción más prolongados y con ello capacidad de reducción reducida para producción comercial. Con el fin de evitar esta velocidad de conversión retardada un enfoque consiste en usar cantidades adicionales de catalizadores de metales preciosos. Sin embargo, dado que estos catalizadores son extremadamente costosos esto conduce a un aumento de los costes de producción.

En la presente invención los problemas relacionados con baja actividad y baja selectividad se resuelven usando uno o más de los siguientes: elección del catalizador óptimo, prepurificación adecuada del esteroide usado como material de partida para la hidrogenación y elección de condiciones de reacción óptimas.

Se comprendió que un proceso para producir estanol vegetal por hidrogenación de esteroide vegetal en un disolvente orgánico a una presión de hidrógeno de 1-200 bares debería tener lugar en presencia de un catalizador de hidrogenación que comprende silicio, que está preferentemente en forma de dióxido de silicio (sílice) y más preferentemente en forma de zeolita. Ventajosamente, el proceso también incluye una etapa de prepurificación del esteroide vegetal antes de realizar la hidrogenación.

Sorprendentemente, se observó también que la zeolita como material de soporte en un proceso de hidrogenación para producir estanol vegetal era muy eficaz y producía sólo bajos niveles de subproductos.

1. Elección del tipo de catalizador óptimo

En la actualidad se ha descubierto sorprendentemente que se consigue una selectividad mucho mejor en hidrogenación de esteroide usando un catalizador de hidrogenación en un material de soporte que comprende silicio (Si) en lugar del soporte de carbón vegetal conocido anteriormente. El material de soporte comprende silicio, preferentemente en forma de dióxido de silicio (sílice). Ventajosamente, el material de soporte también comprende aluminio (Al), preferentemente en forma de óxido de aluminio (alúmina). Más preferentemente, el material de soporte comprende silicio y aluminio en forma de zeolita.

Ventajosamente, el material de soporte comprende al menos el 25 %, preferentemente al menos el 50 %, más preferentemente al menos el 75 % y con la máxima preferencia al menos el 95 % de zeolita en peso en seco del material de soporte. Normalmente, el catalizador comprende al menos un metal noble seleccionado entre el grupo que consiste en paladio, platino, rutenio, rubidio, iridio y rodio. Preferentemente, comprende esencialmente paladio (Pd), preferentemente al menos el 90 % y más preferentemente al menos el 95 % de paladio en peso en seco del catalizador. La relación Si:Al del material de soporte es preferentemente de 1-400:1, normalmente inferior a 100:1 y más preferentemente 1-5:1. El material de soporte puede comprender así al menos una entre zeolita, sílice y sílice-alúmina no cristalizada. Preferentemente el material de soporte comprende zeolita, que ventajosamente es cristalina, aluminosilicato hidratado con una estructura de sostén. La zeolita tiene una relación de sílice:alúmina de al menos 2:1, preferentemente 2-200:1, más preferentemente 2-50:1 y más preferentemente todavía 2-10:1. Y (preferentemente USY) zeolitas, ZSM-5, mordenita y especialmente sus formas de hidrógeno se han encontrado altamente adecuadas entre los muchos tipos de zeolita.

Preferentemente, el catalizador de hidrogenación de paladio/zeolita (Pd/Z) (zeolita dopada con paladio) aplicado en hidrogenación de esteroide tiene un contenido de Pd del 0,5-7 % en peso en seco, un tamaño de partícula medio de 60-200 μm , una distribución de tamaños con más del 90 % de las partículas de 50-300 μm y un área superficial específica de 80-160 m^2/g .

2. Prepurificación apropiada

En la actualidad se ha descubierto que al tratar esteroides disueltos con cierto tipo de absorbentes y/o adsorbentes la cantidad de impurezas traza que retardan la reacción se reduce significativamente con lo que el tiempo de reacción necesario para la reacción completa se acorta y la cantidad de catalizador necesaria para la reacción se reduce.

Entre las opciones de prepurificación adecuadas para tratar esteroides antes de la reacción de hidrogenación se incluye el tratamiento con:

- 5 - carbón activado
- carbón vegetal y agente de quelación (por ejemplo citrato, EDTA)
- tierra de blanqueo/sílice
- 10 - una mezcla de carbón activado y tierra de blanqueo/sílice
- un absorbente con base de celulosa
- 15 - polielectrolitos y fibras de intercambio iónico (por ejemplo poliacrilato)
- zeolita

De estos, el vapor y el carbón activado ácido son muy adecuados, preferentemente el primero.

3. Condiciones de hidrogenación apropiadas

Las condiciones óptimas para evitar la formación de subproductos incluyen:

- 25 - alta presión de hidrógeno durante la reacción de hidrogenación y
- composición óptima del disolvente.

La presión de hidrógeno es 1-200 bares, preferentemente 3-200 bares, más preferentemente 10-200 bares y con la máxima preferencia 30-200 bares.

En la actualidad se ha descubierto sorprendentemente que la hidrogenación por ejemplo en mezclas de disolventes que consisten en hidrocarburos alifáticos y acíclicos, alcohol inferior y agua proporcionan una selectividad claramente mejorada que en la actualidad usa propanol. Preferentemente el disolvente es una mezcla de hidrocarburo (2-98 %), alcohol (2-98 %) y agua (0,1-5 %), más preferentemente una mezcla de hidrocarburo (70-97 %), alcohol (2-28 %) y agua (1-10 %), y con la máxima preferencia una mezcla de hidrocarburo (85-90 %), alcohol (5-10 %) y agua (1-5 %). Preferentemente el hidrocarburo es un hidrocarburo alifático o acíclico C5-C12, o una mezcla de dichos hidrocarburos, más preferentemente es heptano. Preferentemente el alcohol es un alcohol C1-C3, más preferentemente metanol y/o etanol, y con la máxima preferencia metanol. Todos los % son en este caso % en peso.

Esta composición del disolvente se usa también a menudo en cristalización de esteroles cuando se aíslan esteroides. El disolvente que contiene hidrocarburo, alcohol y agua puede comprender también composiciones en las que el alcohol forma la parte principal del disolvente.

Ejemplo 1

Comparación del uso de diferentes catalizadores y el efecto de prepurificación con carbón vegetal en hidrogenación de esteroles

Los catalizadores probados fueron:

- Pd/Z 3 % Pd sobre zeolita, contenido de humedad 2,1 %, área superficial específica 120 m²/g, distribución de tamaño de partículas: máx. 2 % < 63 µm; min 95 % < 250 µm
- Pd/S 4 % Pd sobre sílice, contenido de humedad 2,9 %
- Pd/C 5 % Pd sobre carbón activado, contenido de humedad 55 %

Se realizaron las siguientes reacciones de hidrogenación usando esteroides de madera (contenido de esteroles total 98 %) como sustrato. El sustrato se disolvió hasta un 24 % en peso de solución de esteroles en n-propanol por calentamiento.

En los casos en que se aplicó prepurificación, se mezcló carbón vegetal (Norit SX1G, 3 % en peso de la cantidad de esteroles) durante 30 minutos y se eliminó por filtración.

Para hidrogenación, la solución se transfirió a un vaso de presión. El vaso se inertizó a partir de oxígeno con lavados de nitrógeno, el catalizador se añadió disperso en n-propanol a través de un embudo de admisión después de lo cual la temperatura de reacción se mantuvo a 80°C. La presión de hidrógeno se mantuvo durante la reacción en 4 bares. La relación entre paladio y esterol fue del 0,05 %.

- 5 Se midió el tiempo de hidrogenación a partir de la adición del catalizador hasta que cesó la captación de hidrógeno. La terminación de la reacción de hidrogenación se verificó también por análisis de esteroides y estanoles. Las cantidades de esteroides, estanoles, estanos, estanonas y otras impurezas se analizaron por GC.

- 10 Los resultados se muestran en la tabla 1.

Tabla 1

Nº de prueba	1	2	3	4	5	6
Catalizador tipo	Pd/Z	Pd/Z	Pd/S	Pd/S	Pd/C	Pd/C
Purificación con carbón vegetal	sí	no	sí	no	sí	no
Tiempo de reacción, min	60	120	60	120	60	120
Total sin reaccionar de esteroides, %	2,5	3,0	3,0	3,6	2,1	2,9
Total de estanoles, %	95,5	95,1	94,2	93,4	91,0	89,9
Estanos, %	0,1	0,2	0,4	0,6	4,5	4,6
Estanonas, %	1,2	0,6	1,2	1,4	1,9	2,2
Otras impurezas, %	0,6	1,2	1,2	1,0	0,5	0,4
Total de impurezas, %	1,9	2,0	2,8	3,0	6,9	7,2

- 15 Los resultados muestran que el catalizador de Pd/Z actuó claramente de forma más selectiva que los catalizadores de Pd/C usados en la reacción de hidrogenación de esterol. La prepurificación con carbón activado aumentó las velocidades de reacción significativamente. Pd/S fue mejor que Pd/C pero no tan bueno como Pd/Z.

Ejemplo 2

- 20 Efecto de diferentes tratamientos de prepurificación en los resultados de hidrogenación cuando se usa catalizador de Pd/Z

Las hidrogenaciones y purificaciones se realizaron en las mismas condiciones que las usadas en el ejemplo 1.

- 25 Los absorbentes y/o adsorbentes fueron:

Ensayo 1: Ninguno (ejemplo 1 prueba 2)

Ensayo 2: Carbón vegetal Norit SXG1 (3 % en peso de la cantidad de esterol) (ejemplo 1 prueba 1)

- 30 Ensayo 3: Tonsil Optimum FF (3 % en peso)

Ensayo 4: Carbón vegetal Norit SXG1 (3 % en peso) + EDTA en forma de sal de sodio (1,5 % en peso)

- 35 Ensayo 5: Carbón vegetal Norit SXG1 (3 % en peso) + pulpa de madera de pino dispersa (1,5 % en peso)

Ensayo 6: Fibra de acrilato de polietileno iónico SMOPEX en forma de sal de sodio (3 % en peso)

Ensayo 7: Catalizador usado del ensayo 1

- 40

Tabla 2

Nº de ensayo	1	2	3	4	5	6	7
Tiempo de reacción, min	120	60	70	55	55	90	70
Total sin reaccionar de esteroides, %	3,0	2,5	3,2	2,5	3,0	3,4	3,0
Total de estanoles, %	95,1	95,5	94,7	94,8	95,0	94,0	95,2
Estanos, %	0,2	0,1	0,3	0,4	0,1	0,3	0,3

Estanonas, %	0,6	1,2	0,5	1,5	0,7	1,2	0,7
Otras impurezas, %	1,2	0,6	1,3	0,8	1,2	1,0	0,8
Total de impurezas, %	2,0	1,9	2,1	2,7	2,0	2,5	1,8

En comparación con el primer ensayo (ejemplo 1, prueba 2) todos los tratamientos de prepurificación condujeron a un aumento de la actividad de la reacción, que se muestra como un tiempo de reacción más corto necesario para proporcionar que la reacción se acerque a la terminación.

5

Ejemplo 3

Efecto de las condiciones del proceso

- 10 El ensayo nº 2 del ejemplo 2 se repitió usando condiciones de reacción más rígidas: presión de hidrógeno 35 bares y temperatura de reacción 90 °C.

La reacción se completó en 30 minutos. La composición del producto de reacción fue prácticamente idéntica al resultado obtenido en el ejemplo 2, ensayo 2.

15

Ejemplo 4

Efecto de la composición del disolvente

- 20 En lugar de n-propanol (n-p), se usó mezcla de heptano (h, 87 %), metanol (m, 9 %) y agua (w, 4 %) o mezcla de heptano (h, 20 %), etanol (e, 76 %) 4 y agua (w, 4 %) como disolvente.

La prepurificación con carbón vegetal se realizó como en el ejemplo 2, ensayo 2 (Norit SXG1, 3 % en peso de la cantidad de esteroles).

25

El esteroles concentración en la solución fue del 10 %. Condiciones de reacción: presión de hidrógeno 35 bares y temperatura 90 °C

- 30 Nota: Los ensayos de referencia (R1 = ejemplo 1, prueba 1 y R2 = ejemplo 1, prueba 5) en la tabla 3 se realizaron en las condiciones de reacción del ejemplo 1.

Tabla 3

Número de ensayo	R1	1	2	R2	3	4
Vehículo catalizador	Z	Z	Z	C	C	C
Disolvente	n-p	hmw	hew	n-p	hmw	hew
Tiempo de reacción, min	60	60	60	60	60	60
Total sin reaccionar de esteroles, %	2,5	1,8	1,6	2,1	1,8	1,9
Total de estanoles, %	95,5	96,5	96,3	91,0	94,0	94,3
Estanos, %	0,1	0,1	0,1	4,5	1,9	1,8
Estanonas, %	1,2	0,5	0,7	1,9	1,5	1,4
Otras impurezas, %	0,6	1,1	1,3	0,5	0,8	0,6
Total de impurezas, %	1,9	0,7	1,1	6,9	4,2	3,8

- 35 Los resultados muestran una selectividad mejorada cuando cambia la composición del disolvente y las condiciones de hidrogenación.

La invención se refiere a un proceso para producir estanol vegetal por hidrogenación de esteroles vegetal en un disolvente orgánico a una presión de hidrógeno de 1-200 bares en presencia de un catalizador de hidrogenación en un material de soporte, caracterizado porque el material de soporte comprende silicio (Si).

40

El proceso también incluye una etapa de prepurificación del esteroles vegetal antes de realizar la hidrogenación.

En el proceso la presión de hidrógeno es preferentemente 3-200 bares, más preferentemente 10-200 bares y más preferentemente todavía 30-200.

45

En el proceso el catalizador de hidrogenación comprende preferentemente al menos uno entre el grupo de paladio, platino, rutenio, rubidio, iridio y rodio.

- 5 En el proceso el catalizador de hidrogenación comprende preferentemente esencialmente paladio, más preferentemente al menos el 90 % y más preferentemente todavía al menos el 95 % de paladio en peso en seco del catalizador.

En el proceso el material de soporte comprende preferentemente silicio en forma de dióxido de silicio (sílice).

- 10 En el proceso el material de soporte comprende preferentemente además aluminio (Al). Ventajosamente el aluminio está en forma de óxido de aluminio (alúmina).

En el proceso el material de soporte comprende preferentemente silicio en forma de zeolita.

- 15 En el proceso el material de soporte contiene preferentemente al menos el 25 %, más preferentemente al menos el 50 %, más preferentemente todavía al menos el 75 % y con la máxima preferencia al menos el 95 % de zeolita en peso en seco del material de soporte.

- 20 En el proceso la relación Si:Al del material de soporte es preferentemente de 1-400:1, más preferentemente de 1-100:1 y más preferentemente todavía de 1-5:1.

En proceso preferentemente la relación de sílice:alúmina del material de soporte es al menos 2:1, más preferentemente 2-200:1, más preferentemente todavía 2-50:1 y con la máxima preferencia 2-10:1.

- 25 En el proceso la prepurificación se realiza en el disolvente orgánico con un absorbente y/o adsorbente.

En el proceso la prepurificación se realiza preferentemente en el disolvente orgánico con carbón activado, más preferentemente con carbón activado en vapor.

- 30 En el proceso el disolvente orgánico comprende preferentemente al menos un hidrocarburo, más preferentemente al menos un hidrocarburo alifático o acíclico C5-C12 y más preferentemente todavía heptano.

En el proceso el disolvente orgánico comprende preferentemente al menos un alcohol C1-C3, más preferentemente metanol y/o etanol, y más preferentemente todavía metanol.

- 35 En proceso el disolvente orgánico comprende preferentemente una mezcla de hidrocarburo (2-98 % en peso), alcohol (2-98 % en peso) y agua (0,1-5 % en peso), más preferentemente una mezcla de hidrocarburo (70-97 % en peso), alcohol (2-28 % en peso) y agua (1-10 % en peso), y más preferentemente todavía una mezcla de hidrocarburo (85-90 % en peso), alcohol (5-10 % en peso) y agua (1-5 % en peso).

40

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir estanol vegetal por hidrogenación de estanol vegetal en un disolvente orgánico a una presión de hidrógeno de 1-200 bares en presencia de un catalizador de hidrogenación en un material de soporte, caracterizado porque:
5
- el material de soporte comprende silicio (Si) y
- el proceso incluye una etapa de prepurificación del estanol vegetal en el disolvente orgánico con un absorbente y/o adsorbente antes de realizar la hidrogenación.
10
2. El proceso según la reivindicación 1, caracterizado porque la presión de hidrógeno es 3-200 bares, más preferentemente 10-200 bares y más preferentemente todavía 30-200 bares.
- 15 3. El proceso según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el catalizador de hidrogenación comprende al menos uno del grupo de paladio, platino, rutenio, rubidio, iridio y rodio.
4. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el catalizador de hidrogenación comprende esencialmente paladio, preferentemente al menos el 90 % y más preferentemente al menos el 95 % de paladio en peso en seco del catalizador.
20
5. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el material de soporte comprende silicio en forma de dióxido de silicio (sílice).
- 25 6. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el material de soporte comprende además aluminio (Al), preferentemente en forma de óxido de aluminio (alúmina).
7. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el material de soporte comprende silicio en forma de zeolita.
30
8. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el material de soporte comprende al menos el 25 %, preferentemente al menos el 50 %, más preferentemente al menos el 75 % y con la máxima preferencia al menos el 95 % de zeolita en peso en seco del material de soporte.
- 35 9. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la relación Si:Al del material de soporte es 1-400:1, preferentemente 1-100:1 y más preferentemente 1-5:1.
10. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la relación de sílice:alúmina del material de soporte es al menos 2:1, preferentemente 2-200:1, más preferentemente 2-50:1 y más preferentemente todavía 2-10:1.
40
11. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque la prepurificación se realiza en el disolvente orgánico con carbón activado, preferentemente carbón activado en vapor.
- 45 12. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque el disolvente orgánico comprende al menos un hidrocarburo, preferentemente al menos un hidrocarburo alifático o acíclico C5-C12 y más preferentemente heptano.
13. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque el disolvente orgánico comprende al menos un alcohol C1-C3, preferentemente metanol y/o etanol, y más preferentemente metanol.
50
14. El proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque el disolvente orgánico comprende una mezcla de hidrocarburo al 2-98 % en peso, alcohol al 2-98 % en peso y agua al 0,1-5 % en peso, preferentemente una mezcla de hidrocarburo al 70-97 % en peso, alcohol al 2-28 % en peso, y agua al 1-10 % en peso, y más preferentemente una mezcla de hidrocarburo al 85-90 % en peso, alcohol al 5-10 % en peso y agua al 1-5 % en peso.
55