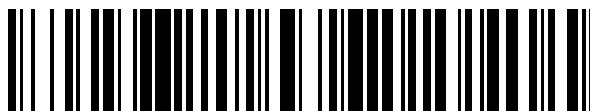


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 693 689**

51 Int. Cl.:

**C07C 409/14** (2006.01)

**C07C 407/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.12.2010 PCT/EP2010/069031**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.06.2011 WO11073053**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.12.2010 E 10787127 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.09.2018 EP 2513049**

54 Título: **Procedimiento de oxidación de hidrocarburos con oxígeno**

30 Prioridad:

**17.12.2009 FR 0959113**

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

**13.12.2018**

73 Titular/es:

**RHODIA OPERATIONS (100.0%)**

**40 rue de la Haie-Coq  
93306 Aubervilliers, FR**

72 Inventor/es:

**LE PORT, PHILIPPE y  
MANTE, THIERRY**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 693 689 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 de oxidación de hidrocarburos con oxígeno

5 La presente invención concierne a un procedimiento de oxidación con oxígeno de hidrocarburos cíclicos saturados tales como ciclohexano para la producción de un hidroperóxido de alquilo.

Más particularmente, concierne a un procedimiento de oxidación con oxígeno de hidrocarburos saturados, llevándose a cabo la oxidación en varias etapas sucesivas para controlar el avance de la reacción de oxidación del hidrocarburo y para obtener una buena selectividad en el hidroperóxido de alquilo.

Así, el procedimiento de oxidación puede llevarse a cabo en varios dispositivos tales como un dispositivo que comprende varios reactores montados en serie o en cascada o en una columna de burbujas compartimentada que comprende varias etapas definidas por bandejas, o análogos. Dicha implementación del procedimiento de oxidación permite la obtención de una selectividad elevada en el hidroperóxido de alquilo.

Esta etapa de oxidación forma a menudo la primera etapa de un procedimiento que permite fabricar compuestos oxidados tales como cetonas, alcoholes, aldehídos y ácidos. Así, la oxidación de ciclohexano con oxígeno para formar hidroperóxido de ciclohexilo es la primera etapa del procedimiento de fabricación de ciclohexanol y de la ciclohexanona, que por ellos mismos pueden ser intermedios de la síntesis, por ejemplo, del ácido adípico o de la épsilon-caprolactama.

En los procedimientos de fabricación del ácido adípico, uno de los más utilizados a escala industrial consiste en oxidar con oxígeno molecular el ciclohexano en hidroperóxido de ciclohexilo en presencia o no de un catalizador, y después descomponer catalíticamente el hidroperóxido en una mezcla de ciclohexanona y ciclohexanol. La mezcla de la cetona y el alcohol es a continuación oxidada en ácido adípico con ácido nítrico.

La primera etapa de la oxidación del ciclohexano se lleva a cabo generalmente en un medio bifásico gas/líquido, el gas oxidante, oxígeno o un gas que contiene oxígeno, es introducido en el medio líquido en unos reactores constituidos por una varias columnas de burbujas compartimentadas o no, montadas en serie cuando su número es superior a uno, que funcionan bien a favor de corriente o bien a contracorriente del sentido de circulación de la fase líquida constituida principalmente por ciclohexano en estado líquido. Esta etapa se describe particularmente en las patentes GB 777087, 1112837, 964869, 1191573, US 3479394, US 4877903.

El medio de reacción líquido que contiene los productos oxidados, de los cuales principalmente un hidroperóxido de alquilo, se recupera generalmente de la cabeza de cada reactor. Cada reactor contiene igualmente al menos una fase gaseosa que forma el "cielo" de la zona de reacción.

Para obtener un rendimiento y una selectividad adecuados del hidroperóxido de alquilo, es favorable llevar a cabo la reacción con un bajo índice de conversión del hidrocarburo en cada reactor o compartimento, para tener en el medio de reacción una concentración baja de los productos oxidados. Para ello es necesario controlar el desprendimiento de calor inducido por la reacción.

En efecto, una concentración elevada en productos oxidados acelera la velocidad de la reacción y degrada su selectividad en productos valiosos tales como: hidroperóxido de alquilo, alcohol, cetona. La elevación no controlada en la temperatura acelera igualmente la velocidad de la reacción y favorece la desperoxidación del hidroperóxido de alquilo.

Por lo tanto, para obtener un índice de producción del hidroperóxido de alquilo compatible con una explotación industrial, la reacción de oxidación generalmente se lleva a cabo en varios reactores montados en serie o en cascada, o en una columna de burbujas compartimentada por la presencia de bandejas, o análogos.

En dicho procedimiento es importante controlar, por un lado, la temperatura en cada reactor o en cada compartimento para mantener el medio de reacción en el ámbito óptimo, y por otro lado, la concentración de los productos oxidados en el medio de reacción. Esta regulación puede obtenerse, por ejemplo, mediante la alimentación del hidrocarburo a una temperatura más baja en uno o en varios reactores o compartimentos, particularmente en los últimos reactores de la cascada o en los últimos compartimentos de la columna.

Para la economía del procedimiento es igualmente importante recuperar la fase gaseosa que forma el cielo de los reactores o los compartimentos, y reciclar los productos presentes en estas fases gaseosas tales como el hidrocarburo no oxidado, los productos oxidados tales como los hidroperóxidos, los alcoholes y las cetonas. Sin embargo, el reciclaje de estos productos recuperados no debe alterar ni disminuir los rendimientos del procedimiento, y particularmente las condiciones de funcionamiento del reactor o del compartimento en el que tiene lugar dicho reciclaje.

65

La patente US 3510526 describe un procedimiento de preparación de un hidroperóxido de ciclohexilo a partir de ciclohexano en un reactor de oxidación, poniéndose el ciclohexano no oxidado en contacto con una solución acuosa de un agente básico.

5 Uno de los objetivos de la presente invención es proponer un procedimiento de oxidación de un hidrocarburo saturado implementado en un dispositivo que permite llevar a cabo la oxidación en varias etapas sucesivas tales como, por ejemplo, varios reactores montados en serie, o una o varias columnas de burbujas compartimentadas, y que comprende un proceso de recuperación y reciclaje de las fases gaseosas que forman el cielo de los reactores o de los compartimentos de la columna, presenta numerosas ventajas para la economía global del procedimiento.

10 A este efecto, la invención propone un procedimiento de oxidación con oxígeno de un hidrocarburo saturado para producir un hidroperóxido de alquilo. Este procedimiento consiste en poner en contacto un hidrocarburo en fase líquida con oxígeno o un gas que contiene oxígeno, llevándose a cabo esta reacción en varias etapas sucesivas. En dicho procedimiento, el hidrocarburo saturado es alimentado al menos en la primera etapa a una temperatura comprendida entre 100 y 250 °C, preferiblemente entre 150 y 200 °C cuando la reacción es implementada en ausencia de un catalizador. Además, al menos en la última etapa, el medio de reacción es refrigerado para mantener la temperatura del medio de reacción en un nivel inferior o igual al de la primera etapa, para obtener una selectividad adecuada del hidroperóxido de alquilo. Preferentemente, al menos en la última etapa, el medio de reacción es refrigerado para mantener la temperatura del medio de reacción en un nivel inferior al de la primera etapa.

20 El procedimiento de la invención se caracteriza porque las fases gaseosas que forman el cielo en cada etapa de reacción son recuperadas y al menos parcialmente condensadas, bien por separado o bien después de mezclar las fases gaseosas procedentes de varias etapas de reacción. El o los condensados obtenidos son reciclados en al menos una etapa cuya concentración en productos oxidados en el medio de reacción alimentado en dicha etapa es al menos igual a la concentración de los productos oxidados contenidos en el o los condensados que se van a reciclar. El o los condensados obtenidos son reciclados directamente en al menos una etapa cuya concentración en productos oxidados en el medio de reacción alimentado en dicha etapa es al menos igual a la concentración de los productos oxidados contenidos en el o los condensados que se van a reciclar. Por directamente se entiende en el sentido de la presente invención, que el o los condensados no experimentan ningún tratamiento de purificación intermedio, particularmente una destilación. Según un modo de realización de la invención, la fase gaseosa recuperada de la cabeza de una etapa de reacción es parcialmente condensada, y el condensado obtenido es reciclado a la alimentación de la etapa precedente.

35 Así particularmente, la fase gaseosa recuperada de la cabeza de la última etapa de reacción es condensada parcialmente, el condensado obtenido es ventajosamente reciclado en una de las etapas situadas antes, particularmente en la alimentación de la etapa precedente.

40 El reciclaje de este condensado permite particularmente controlar y mantener la temperatura de dicha etapa de reacción en el ámbito óptimo descrito previamente y sin aumentar la concentración de productos oxidados en el medio de reacción. En efecto, la temperatura de estos condensados es inferior a la del medio de reacción presente en dicha etapa, y por lo tanto permite mantener la temperatura en un ámbito que disminuye la rapidez de avance de la reacción de oxidación, y por lo tanto mejora la selectividad en el hidroperóxido de alquilo. En efecto, esta selectividad decrece muy rápidamente con el grado de avance de la reacción. El ámbito óptimo de temperatura es determinado para obtener un efecto autocatalítico mínimo de la reacción.

45 En los procedimientos conocidos, este control de la temperatura se obtiene generalmente a través de la alimentación del hidrocarburo frío en dicha etapa. Las fuentes de hidrocarburo frío disponibles están constituidas por destilados que aseguran, al final del procedimiento, el reciclaje del hidrocarburo no transformado. Este hidrocarburo frío es por lo tanto un producto purificado mediante una destilación.

50 Con el procedimiento de la invención, la cantidad necesaria de hidrocarburo reciclado y purificado que se va a alimentar en dicha etapa disminuye en gran medida, incluso en ciertos casos, se reduce a cero.

55 Además, el hidrocarburo frío reciclado y purificado alimentado permite mantener la concentración de los productos oxidados en dicha etapa en un valor inferior a un valor crítico para la selectividad y la velocidad de la reacción.

60 Este efecto es igualmente obtenido con el reciclaje de los condensados según la invención, ya que estos condensados presentan una concentración en productos oxidados al menos igual a la que hay presente en el medio de reacción alimentado en dicha etapa, y por lo tanto permiten controlar la concentración de productos oxidados en dicha etapa.

65 Además, los productos pesados presentes en las fases gaseosas son condensados, y por lo tanto reciclados, únicamente en las últimas etapas de la reacción. Así, la reacción de oxidación se lleva a cabo en las primeras etapas con una concentración baja en productos pesados. Esta baja concentración permite igualmente mejorar la selectividad global de la reacción.

El procedimiento de la invención permite, por lo tanto, disminuir la cantidad de hidrocarburo reciclado y purificado utilizada para refrigerar los medios de reacción en ciertas etapas de la reacción. Este hidrocarburo purificado podrá ser, por lo tanto, alimentado directamente en la primera etapa de la reacción de oxidación, mejorando la selectividad de la reacción y la economía del procedimiento.

5 Además, las fases gaseosas o los condensados reciclados en las primeras etapas del procedimiento contienen pocos de los productos denominados « pesados », lo que igualmente permite mejorar la selectividad en el hidroperóxido de la reacción de oxidación.

10 Como se mejora la selectividad global del procedimiento, la cantidad de hidrocarburo consumida por tonelada de ciclohexanol y de ciclohexanona producidos disminuye.

15 En un modo de realización de la invención, es ventajoso recuperar y mezclar las fases gaseosas que forman el cielo de varias etapas de la reacción de oxidación y mezclarlas antes de condensarlas parcialmente. El condensado recuperado es ventajosamente reciclado en una de las etapas cuya concentración en productos oxidados en la mezcla de reacción alimentada es superior o igual a la del condensado que se va a reciclar.

20 Sin embargo, es posible realizar todas las combinaciones y asociaciones posibles de las fases gaseosas recuperadas sin salir del marco de la invención. Además, es igualmente posible condensar cada fase gaseosa por separado y reciclar los diferentes condensados obtenidos de forma individual o después de haberlos mezclado, o realizar las mezclas de algunos de ellos.

25 Según otra característica de la invención, los hidrocarburos saturados adecuados para la invención son los hidrocarburos cíclicos saturados tales como el ciclohexano, el ciclooctano, el ciclododecano, la decalina. Preferentemente, el hidrocarburo saturado adecuado para la invención es el ciclohexano.

30 El ciclohexano es el hidrocarburo utilizado para la producción de hidroperóxido de ciclohexilo, intermedio de, particularmente, la producción de ciclohexanona y/o de ciclohexanol. Esta mezcla de alcohol/cetona se utiliza, por ejemplo, para la síntesis de ácido adípico, mediante una oxidación nítrica.

35 En el caso de la oxidación del ciclohexano implementada sin catalizador, las fases gaseosas recuperadas a nivel de las diferentes etapas de la reacción son ventajosamente condensadas parcialmente a una temperatura superior a la temperatura de condensación del ácido fórmico. En efecto, este ácido, que se forma en el transcurso de la etapa de oxidación, juega un papel desfavorable con respecto a la selectividad de la reacción al catalizar la desperoxidación del hidroperóxido.

40 Según otra característica de la invención, las fracciones gaseosas recuperadas después de la condensación parcial de las fases gaseosas recuperadas a la salida de las diferentes etapas, y los reciclajes de las fases condensadas o los condensados en las diferentes etapas de oxidación, se someten a una segunda condensación total. El condensado a continuación es vaporizado instantáneamente para recuperar, en sus incondensables, por un lado, una fase orgánica que es ventajosamente reciclada en la primera etapa de la oxidación, ventajosamente después de una mezcla con el hidrocarburo reciclado procedente de las diferentes destilaciones después de la oxidación, por otro lado, una fase acuosa constituida por el agua formada en el transcurso de la oxidación que contiene la gran mayoría del ácido fórmico. Esta fase acuosa es ventajosamente destruida, por ejemplo, mediante una incineración.

45 Por productos oxidados, se entienden los compuestos obtenidos mediante la oxidación del hidrocarburo y que comprenden átomos de oxígeno. Estos productos son particularmente hidroperóxidos de alquilo, alcoholes, cetonas, aldehídos, ácidos y análogos.

50 El procedimiento de la invención permite la producción de un hidroperóxido de alquilo, particularmente del hidroperóxido de ciclohexilo, con un rendimiento adecuado y un consumo de ciclohexano por tonelada de los productos ciclohexanol y ciclohexanona más bajo que el que se constata cuando el reciclaje de los condensados procedentes de las fases gaseosas que forman el cielo de las diferentes etapas de oxidación implementadas según el procedimiento de la invención es sustituido por una cantidad exacta de ciclohexano frío reciclado y purificado después de la etapa de oxidación.

55 El procedimiento de la invención puede ser implementado de forma continua en diferentes tipos de instalaciones, como se describe a continuación. El número de reactores y el tipo de reactor utilizado no son críticos para la invención.

60 Según las características preferidas de la invención, los tipos de instalación preferidos son una instalación que comprende un reactor de oxidación constituido por una columna de burbujas compartimentada por bandejas, o una instalación que comprende varios reactores de oxidación montados en cascada o en serie, cada reactor puede ser del tipo de columna de burbujas. Así, cada espacio delimitado por dos bandejas adyacentes o cada reactor se corresponde con una etapa de la reacción de oxidación. El número de bandejas en una columna o el número de

65

reactores que forman una cascada de un reactor es variable, y puede estar ventajosamente comprendido entre 3 y 10.

5 Otros detalles, ventajas de la invención aparecerán más claramente en vista de los ejemplos proporcionados a continuación, únicamente a título ilustrativo.

#### Ejemplo comparativo nº 1

10 En una instalación de oxidación de ciclohexano en hidroperóxido de ciclohexilo que comprende una cascada de n reactores de tipo columna de burbujas con una alimentación a favor de corriente del gas oxidante (aire) y del medio de reacción que se va a oxidar, se alimenta un flujo de ciclohexano caliente en el primer reactor de la columna a una temperatura de 182 °C. El flujo de ciclohexano caliente contiene un 0,31 % en peso de hidroperóxido de ciclohexilo, ciclohexanol y ciclohexanona.

15 La reacción de oxidación es implementada sin catalizador. El medio de reacción líquido que sale de un reactor es alimentado en el siguiente reactor de la cascada. Las fases gaseosas o el gas de oxidación de cada reactor son recuperados y condensados, algunos después de una mezcla.

20 La temperatura en el último reactor n de la cascada es de 180 °C. Para mantener la temperatura en este valor, se alimenta ciclohexano « frío », a 70 °C, como complemento del medio de reacción, en los dos últimos reactores n y n-1 de la cascada. El flujo de ciclohexano « frío » alimentado en cada reactor representa un 8,3 % en peso del flujo de ciclohexano « caliente » alimentado en el primer reactor de la cascada. A la salida del último reactor de oxidación, una parte del ciclohexano que no ha reaccionado es separada de la mezcla de reacción para ser reciclado en la oxidación. La mezcla de reacción se lava a continuación con agua, después se trata con un catalizador para  
25 transformar el hidroperóxido de ciclohexilo en ciclohexanol y ciclohexanona. A continuación, el ciclohexano se separa mediante una destilación, después la mezcla en bruto de ciclohexanol – ciclohexanona se purifica mediante una destilación.

30 Los gases de oxidación se mezclan y se condensan en un tren de condensadores. La fracción líquida recuperada es vaporizada instantáneamente. La fase orgánica recuperada después de la separación del agua es reciclada en el ciclohexano alimentado en el primer reactor de la cascada antes de la etapa de calentamiento del ciclohexano.

#### Ejemplo 1 según la invención:

35 El ejemplo 1 se lleva a cabo en la instalación descrita en el ejemplo comparativo con los mismos reactivos.

Sin embargo, según la invención, los gases de oxidación o la fase gaseosa recuperados en el último el reactor n de la cascada son condensados por separado. El condensado así recuperado a una temperatura de 145 °C, que representa un 4,5 % del caudal de ciclohexano caliente alimentado en el primer reactor, se mezcla con el medio de  
40 reacción alimentado en el reactor n-1 como complemento y sustitución parcial del ciclohexano « frío » alimentado en este reactor.

45 Los gases de oxidación o las fases gaseosas de los otros reactores se mezclan y se condensan. La fracción menos volátil de estos condensados, recuperada a una temperatura de 125 °C, que representa un 11,5 % del caudal de ciclohexano caliente alimentado en el primer reactor, es reciclada en el medio de reacción que entra en el reactor n-2. El resto de los condensados se trata de una forma similar a la descrita en el anterior ejemplo comparativo. La fase orgánica finalmente recuperada se mezcla con el ciclohexano resultante de los diferentes reciclajes después de la oxidación, antes del calentamiento de este ciclohexano para su alimentación en el primer reactor de la cascada.

50 Con el reciclaje de al menos una parte de los condensados, tal como se describe más arriba, el ciclohexano « caliente » alimentado en el primer reactor contiene un 0,19 % en peso de hidroperóxido de ciclohexilo, de ciclohexanol y de ciclohexanona. La temperatura en el primer reactor es igual a 185 °C, la temperatura del último reactor restante se mantiene a 180 °C.

55 Los caudales de ciclohexano « frío » alimentados en los dos últimos reactores de la cascada representan, respectivamente, un 6,5 y un 5,5 % del caudal de ciclohexano caliente alimentado en el primer reactor.

60 La selectividad del procedimiento en el ciclohexanol y en la ciclohexanona, calculada después de la etapa de transformación del hidroperóxido de ciclohexilo, se aumenta en un 1 %. La selectividad representa el porcentaje de ciclohexano consumido y transformado en ciclohexanol y en ciclohexanona. Esta ganancia en la selectividad en ciclohexanol y en ciclohexanona se obtiene esencialmente por la disminución de la concentración de productos oxidados en el ciclohexano caliente alimentado en el primer reactor de la cascada.

Ejemplo comparativo nº 2

5 En otra instalación de oxidación de ciclohexano en hidroperóxido de ciclohexilo que comprende una cascada de n reactores de tipo columna de burbujas con una alimentación a favor de corriente del gas oxidante (aire) y del medio de reacción que se va a oxidar, se alimenta un flujo de ciclohexano caliente en el primer reactor de la columna a una temperatura de 185 °C. El flujo de ciclohexano caliente contiene un 0,20 % en peso de hidroperóxido de ciclohexilo, ciclohexanol y ciclohexanona.

10 La reacción de oxidación es implementada sin catalizador. El medio de reacción líquido que sale de un reactor es alimentado en el siguiente reactor de la cascada. Las fases gaseosas o el gas de oxidación de cada reactor son recuperados y condensados, algunos después de una mezcla.

15 La temperatura en el último reactor n de la cascada es de 179 °C. Para mantener la temperatura en este valor se alimenta ciclohexano « frío », a 70 °C, complementando el medio de reacción, en los tres últimos reactores n-2, n-1, y n de la cascada. El flujo de ciclohexano « frío » alimentado en cada reactor representa un 2,7, un 3,1, y un 2,7 % en peso del flujo de ciclohexano « caliente » alimentado en el primer reactor de la cascada, es decir, un 8,5 % en total.

20 A la salida del último reactor de oxidación, una parte del ciclohexano que no ha reaccionado es separada de la mezcla de reacción para ser reciclada en la oxidación. La mezcla de reacción se lava a continuación con agua, después se trata con un catalizador para transformar el hidroperóxido de ciclohexilo en ciclohexanol y ciclohexanona. El ciclohexano se separa a continuación mediante una destilación, después la mezcla en bruto de ciclohexanol – ciclohexanona se purifica mediante una destilación.

25 Los gases de oxidación se mezclan y se condensan en un tren de condensadores. La fracción líquida recuperada es vaporizada instantáneamente. La fase orgánica recuperada después de la separación del agua es reciclada en el ciclohexano alimentado en el primer reactor de la cascada antes de la etapa de calentamiento del ciclohexano.

Ejemplo 2 según la invención:

30 El ejemplo 2 se lleva a cabo en la instalación descrita en el ejemplo comparativo nº 2 con los mismos reactivos.

35 Los gases de oxidación o las fases gaseosas de los n-1 primeros reactores se mezclan y se condensan. La fracción menos volátil de estos condensados, recuperada a una temperatura de 125 °C, que representa un 8,1 % del caudal de ciclohexano caliente alimentado en el primer reactor, es reciclada en el medio de reacción que entra en el reactor n-2. El resto de los condensados se trata de una forma similar a la descrita en el anterior ejemplo comparativo. La fase orgánica finalmente recuperada se mezcla con el ciclohexano resultante de los diferentes reciclajes después de la oxidación, antes del calentamiento de este ciclohexano para su alimentación en el primer reactor de la cascada

40 Con el reciclaje de al menos una parte de los condensados, tal como se describe más arriba, el ciclohexano « caliente » alimentado en el primer reactor contiene un 0,16 % en peso de hidroperóxido de ciclohexilo, de ciclohexanol y de ciclohexanona. La temperatura en el primer reactor es igual a 186,5 °C, la temperatura del último reactor restante se mantiene a 179 °C.

45 Se alimenta ciclohexano « frío » en los reactores n-3, n-2, n-1 y n de la cascada con unos caudales que representan respectivamente un 1, un 0,5, un 2,7 y un 1,6 % del caudal de ciclohexano caliente alimentado en el primer reactor, es decir, un 5,8 % en total.

50 La selectividad del procedimiento en el ciclohexanol y en la ciclohexanona, calculada después de la etapa de transformación del hidroperóxido de ciclohexilo, se aumenta en un 0,6 %. La selectividad representa el porcentaje de ciclohexano consumido y transformado en ciclohexanol y en ciclohexanona. Esta ganancia en la selectividad en ciclohexanol y en ciclohexanona se obtiene esencialmente por la disminución de la concentración de productos oxidados en el ciclohexano caliente alimentado en el primer reactor de la cascada.

55

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento de fabricación de un hidroperóxido de alquilo por la oxidación de un hidrocarburo saturado en fase líquida con un gas que contiene oxígeno, implementándose la reacción en varias etapas sucesivas, siendo el hidrocarburo alimentado al menos en la primera etapa a una temperatura comprendida entre 100 y 250 °C, estando al menos la última etapa de la reacción refrigerada para mantener y controlar la temperatura en dicha etapa en un nivel inferior o igual al de la primera etapa, caracterizado por que cada etapa de la reacción comprende una fase líquida y una fase gaseosa que forman un cielo gaseoso en dicha etapa, siendo dicha fase gaseosa que forma el cielo extraída y evacuada para ser condensada al menos parcialmente, y por que el condensado recuperado a partir de la fase gaseosa de una etapa es reciclado en una de dichas etapas de oxidación cuya concentración en productos oxidados en el medio de reacción alimentado es al menos igual a la concentración de productos oxidados en el condensado que se va a reciclar; estando el procedimiento caracterizado además por que el condensado es reciclado directamente en al menos una etapa cuya concentración en productos oxidados en el medio de reacción alimentado en dicha etapa es al menos igual a la concentración de los productos oxidados contenidos en el condensado que se va a reciclar y por que el hidrocarburo saturado se elige entre el grupo que comprende el ciclohexano, el ciclooctano, el dodecano y la decalina.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el condensado reciclado en una etapa es obtenido mediante la mezcla de los condensados o de las fases gaseosas procedentes de al menos dos etapas de oxidación.
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que la fase gaseosa recuperada en la cabeza de una etapa de reacción es condensada parcialmente, y el condensado obtenido es reciclado en la alimentación de la etapa precedente.
- 20 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que la fase gaseosa recuperada en la cabeza de la última etapa de reacción es condensada parcialmente, y el condensado obtenido es reciclado en la alimentación de la etapa precedente.
- 25 5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el hidrocarburo saturado es el ciclohexano.
- 30 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que después de la condensación parcial de las fases gaseosas que forman el cielo de cada etapa, la fracción no condensada se condensa totalmente, después dicho condensado obtenido es evaporado instantáneamente para obtener una fracción líquida acuosa y una fracción orgánica, siendo dicha fracción reciclada en la primera etapa de oxidación.
- 35 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la oxidación se lleva a cabo en una instalación que comprende varios reactores de oxidación montados en serie o en cascada, formando cada reactor una etapa de oxidación.
- 40 8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por que los reactores son de tipo columna de burbujas.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que la oxidación se lleva a cabo en una instalación que comprende como reactor de oxidación, una columna de burbujas compartimentada, formando cada compartimento una etapa de oxidación.