



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 16 943 T2** 2004.09.02

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 0 980 909 B1**

(51) Int Cl.⁷: **C10G 45/44**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 16 943.7**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 402 025.3**

(96) Europäischer Anmeldetag: **10.08.1999**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **23.02.2000**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **06.05.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **02.09.2004**

(30) Unionspriorität:

9810497 17.08.1998 FR

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE**

(73) Patentinhaber:

**Institut Français du Pétrole, Rueil-Malmaison,
Hauts-de-Seine, FR**

(72) Erfinder:

**Ambrosino, Jean-Louis, 69360 Ternay, FR; Viltard,
Jean-Charles, 38200 Vienne, FR; Didillon, Blaise,
92500 Rueil-Malmaison, FR**

(74) Vertreter:

Vonnemann, Kloiber & Kollegen, 80796 München

(54) Bezeichnung: **Kohlenwasserstoff-Umwandlungsverfahren und seine Verwendung in der Hydrierung von Benzol**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Umwandlung von Kohlenwasserstoffen. Das Verfahren gemäß der Erfindung verbindet eine Destillationszone mit einer Kohlenwasserstoffumwandlungsreaktionszone, wenigstens teilweise außerhalb der Destillationszone, in die man einen Wasserstoff umfassenden Abstrom einführt. So ermöglicht es dieses Verfahren, selektiv Kohlenwasserstoffe, die dank der Destillationszone von einer Kohlenwasserstoffbeschickung getrennt werden, in einer verbundenen Reaktionszone mit Abziehen der Beschickung der Reaktionszone von der Destillationszone und Wiedereinführung der umgewandelten Beschickung in die Destillationszone umzuwandeln.

[0002] Das Verfahren gemäß der Erfindung ist auf die selektive Verminderung des Gehaltes an leichten ungesättigten Verbindungen (d. h. welche höchstens 6 Kohlenstoffatome pro Molekül enthalten), welche eventuell Olefine und Benzol umfassen, von einer Kohlenwasserstofffraktion, die im Wesentlichen wenigstens 5 Kohlenstoffatome pro Molekül umfasst, ohne wesentlichen Octanzahlverlust.

[0003] In Anbetracht der bekannten Schädlichkeit des Benzols und der ungesättigten Verbindungen, Olefine, ist es daher die allgemeine Tendenz, den Gehalt dieser Bestandteile in den Benzinen zu vermindern.

[0004] Benzol hat kanzerogene Eigenschaften und es ist folglich erforderlich, jede Möglichkeit, die Umgebungsluft zu verschmutzen, maximal zu begrenzen, vor allem indem es praktisch von den Autotreibstoffen ausgeschlossen wird. In den Vereinigten Staaten dürfen die reformulierten Treibstoffe nicht mehr als 1 Vol.-% Benzol enthalten; in Europa ist es vorgesehen, fortschreitend diesen Wert anzustreben.

[0005] Die Olefine sind als unter den Kohlenwasserstoffen die reaktivsten im Zyklus photochemischer Reaktionen mit den Stickoxiden bekannt gewesen, der in der Atmosphäre abläuft, und der zur Bildung von Ozon führt. Eine Erhöhung der Ozonkonzentration in der Luft kann eine Quelle von Atemproblemen sein. Die Verminderung des Gehalts an Olefinen der Benzine und speziell der leichtesten Olefine, die die Tendenz haben sich bei Handhabungen des Treibstoffs zu verflüchtigen ist folglich wünschenswert.

[0006] Der Gehalt von Benzol eines Benzins ist sehr weit abhängig von jenem des Reformatsbestandteils dieses Benzins. Das Reformat führt zu einer katalytischen Behandlung von Naphtha, die darauf abzielt, aromatische Kohlenwasserstoffe zu erzeugen, die hauptsächlich 6 bis 9 Kohlenstoffatome in deren Molekül haben und von denen die sehr hohe Octanzahl dem Benzin seine Antiexplosionseigenschaften verleiht.

[0007] Aus Gründen der oben beschriebenen Schädlichkeit ist es daher notwendig, den Gehalt an Benzol des Reformats maximal zu vermindern.

[0008] Das Benzol eines Reformats kann zu Cyclohexan hydriert werden. Da es unmöglich ist, selektiv Benzol in einem Kohlenwasserstoffgemisch zu hydrieren, das auch Toluol und Xylol enthält, ist es daher notwendig, dieses Gemisch vorher derart zu fraktionieren, dass eine Fraktion isoliert wird, die lediglich Benzol enthält, welches dann hydriert werden kann.

[0009] Die Patentanmeldung WO 95/15934 beschreibt eine reaktive Destillation, die es zum Ziel hat, selektiv die Diolefine und die acetylenischen C2- bis C5-Verbindungen zu hydrieren. Die katalytische Hydrierungszone ist vollständig innerhalb der Destillationskolonne, was keine gute Lösung des Wasserstoffs in der Beschickung ermöglicht und es auch nicht ermöglicht, den Druck zu erhöhen.

[0010] Es sind mehrere Verfahren beschrieben worden, in denen die katalytische Hydrierzone des Benzols in der Destillationskolonne ist, die das Benzol von den anderen aromatischen Verbindungen trennt, was es ermöglicht, eine Anlagenökonomie zu verwirklichen. Solche Verfahren sind in den Patenten US 4.232.177, US 4.307.254 und US 4.336.407, US 3.629.478, US 4.471.154 und US 3.629.478 beschrieben. Es ist vorgekommen, dass der Beschickungsverlust entlang des oder der katalytischen Betten) gemäß diesem Verfahren nicht den Erhalt eines innigen Gemisches zwischen der flüssigen Phase und dem Gasstrom, der Wasserstoff enthält, ermöglicht. Daher steigt gemäß diesem Technologietyp, wo die Reaktion und Destillation gleichzeitig im gleichen physikalischen Raum ablaufen, die flüssige Phase entlang dieses katalytischen Bettes der Reaktionszone in rieselndem bzw. tropfendem Fließen und daher in Flüssigkeitsstücken ab. Die Gasfraktion, die die verdampfte Beschickungsfraktion und den Wasserstoff enthaltenden Gasstrom enthält, steigt entlang des katalytischen Bettes in den Gaskolonnen auf. Durch diese Anordnung ist die Entropie des Systems und der Beschickungsverlust entlang des (der) katalytischen Betten) gering. Folglich ermöglicht es die Art gemäß diesem Technologietyp zu arbeiten nicht leicht, die Lösung des Wasserstoffs in der Flüssigphase zu fördern, welche die ungesättigte(n) Verbindung(en) umfasst.

[0011] Es sind mehrere Verfahren beschrieben worden, in denen die Reaktionszone außerhalb der Destillationskolonne mit Abzug der umzuwandelnden Charge auf einem Niveau der Kolonne und Wiedereinführung des umgewandelten Abstroms in die Kolonne ist. Solche Verfahren sind in dem Patent US 4.503.265 und den Anmeldungen WO 93/190311, WO 93/19032, WO 94/13599 für eine Anwendung bei der Alkylethersynthese beschrieben worden. Ebenso beschreibt das Patent US 5.177.283 diese Technologie zur Alkylierung von aromatischen Kohlenwasserstoffen.

[0012] Die Patentanmeldung der Anmelderin EP 0 781 830 A1 beschreibt ein Hydrierverfahren des Benzols, in dem man eine Destillationskolonne verwendet, die einer wenigstens teilweise externen Reaktionszone zu-

geordnet ist. Die Beschickung der Reaktionszone wird von der Destillationszone zur Reaktionszone abgezogen, wobei der Abstrom der Reaktionszone in die Destillationszone wieder eingeführt wird. Man gewinnt ein Kopfdestillat der Destillationszone und ein Bodenreformat der Destillationszone.

[0013] Das Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung ist eine Perfektionierung der Patentanmeldung EP 0 781 830 A1 der Anmelderin, von der alle Merkmale als in der vorliegenden Beschreibung eingeschlossen betrachtet werden.

[0014] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Umwandlung einer Kohlenwasserstoffbeschickung, das eine Destillationszone, die ein Kopfdestillat und einen Bodenabstrom erzeugt, und eine Reaktionszone verbindet, die wenigstens teilweise extern von der Destillationszone ist. Wenigstens eine Umwandlungsreaktion von wenigstens einem Teil von wenigstens einem Kohlenwasserstoff findet in einer wenigstens ein katalytisches Bett umfassenden Reaktionszone in Gegenwart eines Katalysators und eines Wasserstoff umfassenden Gasstroms statt. Die Beschickung wird von der Reaktionszone auf der Höhe von wenigstens einem Entnahmeniveau entnommen und stellt wenigstens einen Teil der in der Destillationszone fließenden Flüssigkeit dar und der Abstrom der Reaktionszone wird wenigstens zum Teil in die Destillationszone auf der Höhe von wenigstens einem Wiedereinführungsniveau in einer die Kontinuität der Destillation sicherstellenden Weise wiedereingeführt. Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, dass man außerdem von der Destillationszone wenigstens einen Flüssigabstrom auf der Höhe von wenigstens einem Abzugsniveau abzieht, wobei wenigstens ein Teil des Flüssigabstroms wenigstens teilweise in einer seitlichen Gas-Flüssig-Trennzone (splitter) behandelt wird, von der der Gasabstrom wenigstens teilweise in die Destillationszone wiedereingeführt wird und von der der Flüssigabstrom wenigstens teilweise als Zwischenfraktion gewonnen wird.

[0015] So ermöglicht es das Verfahren der vorliegenden Erfindung, wenigstens eine Kohlenwasserstofffraktion auf einem Zwischenniveau der Destillationszone zu gewinnen, d. h. auf einem Niveau, das zwischen dem Boden und dem Kopf der Destillationszone liegt, mit Gehalten an gewünschten Produkten, die gemäß den Bedürfnissen eingestellt werden können, wobei die Fraktion vom größeren Teil der leichtesten Verbindungen befreit ist, welche wenigstens teilweise in die Destillationszone nach Trennung in der seitlichen Gas-Flüssig-Trennzone wieder eingeführt werden. Durch Verbindung einer Destillationszone und einer Reaktionszone ermöglicht es das Verfahren gemäß der Erfindung daher, die Produkte mit Hilfe der Destillationszone zu trennen und spezifisch bestimmte Verbindungen unter vorteilhaften Bedingungen von Druck und Temperatur umzuwandeln, um am Kopf der Destillationszone ein Destillat zu gewinnen, in welchem die Umwandlung des größeren Teils der umzuwandelnden Kohlenwasserstoffe stattgefunden hat, und um an jedem Punkt der Destillationszone wenigstens eine Zwischenkohlenwasserstofffraktion zu gewinnen, die die gewünschte Zusammensetzung an Kohlenwasserstoffen aus der Umwandlungsreaktion, an Kohlenwasserstoffen, die in der Beschickung der Destillationszone vorliegen, und an anderen Verbindungen hat, die für die Umwandlungsreaktion eingeführt werden.

[0016] Die spezielle Anwendung des Verfahrens gemäß der Erfindung auf ein Verfahren zur Verminderung des Gehaltes an Benzol von einer Kohlenwasserstoffbeschickung ermöglicht es, aus einem Rohreformat ein an Benzol verarmtes Reformat oder, wenn notwendig, quasi vollständig von Benzol sowie von anderen ungesättigten Kohlenwasserstoffen, die höchstens sechs Kohlenstoffatome pro Molekül enthalten wie den leichten Olefinen, gereinigtes Reformat zu erhalten und wenigstens ein Reformat, das die gewünschte Menge an Benzol und anderen ungesättigten Kohlenwasserstoffen umfasst, ohne signifikanten Ausbeuteverlust und wobei die Hydrierung der C_7^+ -Verbindungen begrenzt wird (das heißt, welche wenigstens 7 Kohlenstoffatome pro Molekül haben).

[0017] Das Verfahren gemäß der Erfindung, angewandt auf die Hydrierung von Benzol ist ein Verfahren zur Umwandlung einer Beschickung, die zum überwiegenden Teil aus wenigstens 5, vorzugsweise zwischen 5 und 9 Kohlenstoffatome pro Molekül umfassenden und wenigstens eine ungesättigte Verbindung umfassenden Kohlenwasserstoffen besteht, umfassend wenigstens eventuelle Olefine und Benzol, derart, dass man die Beschickung in einer Destillationszone behandelt, die mit einer wenigstens teilweise externen, wenigstens ein katalytisches Bett umfassenden Hydrierreaktionszone verbunden ist, in der die Hydrierung wenigstens eines Teils der höchstens 6 Kohlenstoffatome pro Molekül umfassenden, d. h. bis zu (einschließlich) sechs Kohlenstoffatome pro Molekül umfassenden und in der Beschickung enthaltenen ungesättigten Verbindungen in Gegenwart eines Hydrierkatalysators und eines, vorzugsweise zum überwiegenden Teil, Wasserstoff umfassenden Gasstroms durchgeführt wird, wobei die Beschickung von der Reaktionszone auf der Höhe von wenigstens einem Entnahmeniveau entnommen wird und wenigstens einen Teil, vorzugsweise den überwiegenden Teil der in der Destillationszone fließenden Flüssigkeit darstellt, wobei der Abstrom der Reaktionszone wenigstens zum Teil, vorzugsweise zum überwiegenden Teil in die Destillationszone auf der Höhe von wenigstens einem Wiedereinführungsniveau in einer die Kontinuität der Destillation sicherstellenden Weise wiedereingeführt wird, wobei das Verfahren dadurch gekennzeichnet ist, dass man außerdem von der Destillationszone einen Flüssigabstrom auf der Höhe von wenigstens einem Abzugsniveau abzieht, wobei wenigstens ein Teil des Flüssigabstroms wenigstens teilweise in einer seitlichen Gas-Flüssig-Trennzone (splitter) behandelt wird, von der der Gasabstrom wenigstens teilweise in die Destillationszone wieder-eingeführt wird und von der der Flüssig-

sigabstrom wenigstens teilweise als Zwischenfraktion gewonnen wird.

[0018] Das Verfahren gemäß der Erfindung ermöglicht es, eine Zwischenfraktion abziehen, die als ungesättigte Verbindungen etwa die gewünschte Menge an Benzol und leichten Olefinen enthält. Zum Beispiel ermöglicht es das Verfahren gemäß der Erfindung in einer seiner Ausführungsformen, direkt einen Naphthafraktion zu gewinnen, d. h. eine leichte Kohlenwasserstofffraktion, die zum größeren Teil Kohlenwasserstoffe mit 5 bis 11 Kohlenstoffatomen pro Molekül umfasst und an Benzol abgereichert ist. In diesem Beispiel wird die gewonnene Zwischenfraktion vom größeren Teil der leichten Kohlenwasserstoffe mit bis zu vier Kohlenstoffatomen und von wenigstens einem Teil der Kohlenwasserstoffe mit 5 Kohlenstoffatomen pro Molekül befreit.

[0019] Im Fall der Anwendung des Verfahrens gemäß der Erfindung auf die Verminderung des Benzolgehaltes eines Reformats ermöglicht es die Erfindung so, direkt eine verwertbare Fraktion zu gewinnen, die etwa die notwendige Benzolmenge umfasst und von ihren leichtesten Bestandteilen befreit ist, wobei der Verlust dieser leichten Bestandteile durch Rezyklierung der Verbindungen in der Destillationszone vermieden wird.

[0020] Das Verfahren gemäß der Erfindung umfasst das Abziehen von wenigstens einem Flüssigabstrom von der Destillationszone zu wenigstens einer seitlichen Gas-Flüssig-Trennzone, von wo eine flüssige Zwischenfraktion stammt, und ein Gasabstrom, der wenigstens teilweise zur Destillationszone rezykliert wird.

[0021] Der zu trennende Flüssigabstrom kann wenigstens auf dem Abzugsniveau abgezogen werden. Das Abzugsniveau des zu trennenden Flüssigabstroms ist im allgemeinen über dem Niveau zur Einführung der Beschickung der Destillationszone angeordnet und kann jedes Niveau zwischen dem Niveau zur Einführung der Beschickung in die Destillationszone und dem Kopfniveau der Destillationszone sein. Dieses Abzugsniveau kann über oder unter dem Abzugsniveau der Beschickung von der Reaktionszone, über oder unter dem Niveau zur Wiedereinführung des Abstroms der Reaktionszone in die Destillationszone sein.

[0022] Das Rezyklierungsniveau der Gasfraktion aus der seitlichen Trennzone ist im allgemeinen über dem Niveau zur Einführung der Beschickung in die Destillationszone angeordnet. Dieses Rezyklierungsniveau ist im allgemeinen über dem Niveau zum Abziehen des Flüssigdestillats zur seitlichen Zone zur seitlichen Trennung angeordnet. Dieses Rezyklierungsniveau kann über oder unter dem Abzugsniveau der Beschickung von der Reaktionszone, über oder unter dem Niveau zur Wiedereinführung des Abstroms von der Reaktionszone in die Destillationszone angeordnet sein.

[0023] In allgemeiner Weise umfasst das Verfahren gemäß der Erfindung ein Niveau zum Abziehen des Flüssigabstroms zur seitlichen Gas-Flüssig-Trennzone.

[0024] Außer der Gewinnung einer auf jedem Niveau der Destillationszone abgezogenen Zwischenfraktion umfasst das Verfahren gemäß der Erfindung die Gewinnung eines Kopfdestillats, in welchem man den größeren Teil der Kohlenwasserstoffumwandlung mittels der Reaktionszone, welche mit der Destillationszone verbunden ist, verwirklicht hat, wobei das Destillat daher einen geringeren Teil der in der Reaktionszone umzuwandelnden Verbindungen enthält. Dieses Kopfdestillat kann in Form von Dampfdestillat gewonnen werden, wobei wenigstens ein Teil des Dampfdestillats kondensiert wird und dann zur Destillationszone rezykliert wird, um davon den Rückfluss sicherzustellen.

[0025] In einer Ausführungsform des Verfahrens gemäß der Erfindung umfasst das Verfahren eine Stabilisierungszone. In diesem Fall zieht man von der Destillationszone ein stabilisiertes Flüssigdestillat auf einem Entnahmeniveau ab, das unter dem Entnahmeniveau des Kopfdestillats der Destillationszone angeordnet ist. So wird das gewünschte Produkt als stabilisiertes Flüssigdestillat gewonnen, d. h. befreit vom größeren Teil des überschüssigen Wasserstoffs und wenigstens teilweise den leichten Gasen, die im Destillatdampf gewonnen werden. Diese Gewinnung des unterschiedlichen Flüssigdestillats ermöglicht es, durch das Gasdestillat die anderen Gase als Wasserstoff, die in dem Gasstrom vorliegen, welcher zum größeren Teil zum Durchzuführen der Umwandlungsreaktion in die Reaktionszone eingeführten Wasserstoff umfasst, zu entfernen.

[0026] Diese Ausführungsform ermöglicht es, mehrere Destillate zu gewinnen: wenigstens ein stabilisiertes Destillat und wenigstens eine Zwischenfraktion. Im allgemeinen wird das stabilisierte Destillat auf einem unter dem Abzugsniveau der Zwischenfraktion angeordneten Niveau abgezogen.

[0027] So ermöglicht es z. B. diese Ausführungsform in ihrer speziellen Anwendung auf die Hydrierung des Benzols, direkt durch Abziehen von der Destillationszone ein stabilisiertes Flüssigdestillat zu gewinnen, in dem man wenigstens teilweise die selektive Hydrierung des Benzols und jeder ungesättigten Verbindung, die höchstens sechs Kohlenstoffatome pro Molekül umfasst und unterschiedlich von Benzol ist verwirklicht hat, welche ggf. in der Beschickung vorliegt, wobei die Hydrierung der C_7^+ -Verbindungen begrenzt wird (d. h. welche wenigstens 7 Kohlenstoffatome pro Molekül haben).

[0028] Im Fall der Hydrierung des Benzols enthält das stabilisierte Flüssigdestillat im Wesentlichen Flüssigverbindungen mit wenigstens 5 Kohlenstoffatomen pro Molekül und welche direkt als Treibstoffe verwendbar sind.

[0029] Die Destillationszone umfasst im Allgemeinen wenigstens eine Kolonne, die mit wenigstens einem Destillationsinterna, gewählt aus der durch die Böden, die losen Füllkörper und die strukturierten Füllkörper gebildeten Gruppe ausgerüstet ist, wie es dem Fachmann bekannt ist, derart, dass die Gesamteffizienz wenigstens gleich fünf theoretischen Böden ist. In den dem Fachmann bekannten Fällen, wo die Ausführungen einer

- einzigsten Kolonne Probleme stellen kann, bevorzugt man daher, die Zone derart auszuscheiden, dass letztendlich wenigstens zwei Kolonnen verwendet werden, die Ende an Ende gesetzt die Zone verwirklichen.
- [0030] Die Beschickung der Destillationszone wird auf wenigstens einem Einführungsniveau eingeführt, das unter dem Abzugsniveau der Flüssigkeit zur Reaktionszone angeordnet ist, im allgemeinen auf einem Niveau von 2 bis 40 theoretischen Böden und vorzugsweise 2 bis 20 theoretischen Böden unter dem Abzugsniveau der Flüssigkeit zur Reaktionszone, wobei das betrachtete Abzugsniveau das niedrigste ist.
- [0031] Die Reaktionszone umfasst im allgemeinen wenigstens ein katalytisches Bett, vorzugsweise 1 bis 4 katalytische(s) Bett(en); in dem Fall, wo wenigstens zwei katalytische Betten sich in der Destillationszone einverleibt befinden, sind diese beiden Betten ggf. durch wenigstens ein Destillationsinterna getrennt.
- [0032] In der speziellen Anwendung des Verfahrens gemäß der Erfindung auf die selektiven Reduktion des Gehaltes an leichten ungesättigten Verbindungen, welche eventuelle Olefine und Benzol von einer Kohlenwasserstofffraktion umfassen, ist die Reaktionszone eine Hydrierzone. In diesem Fall verwirklicht die Hydrierreaktionszone wenigstens teilweise die Hydrierung des in der Beschickung vorliegenden Benzols im allgemeinen derart, dass der Benzolgehalt des stabilisierten, unter dem Entnahmeniveau des Kopfdestillats abgezogenen Flüssigdestillats maximal gleich einem bestimmten Gehalt ist und die Reaktionszone verwirklicht wenigstens teilweise, vorzugsweise zum größeren Teil die Hydrierung jeder ungesättigten Verbindung, die höchstens sechs Kohlenstoffatome pro Molekül umfasst und verschieden von Benzol ist, welche ggf. in der Beschickung vorliegt.
- [0033] Die Reaktionszone ist wenigstens teilweise außerhalb der Destillationszone. Im allgemeinen umfasst das Verfahren gemäß der Erfindung 1 bis 6, vorzugsweise 1 bis 4 Entnahmeniveaus, die den äußeren Teil der Zone speisen. Ein Teil des äußeren Teils der Reaktionszone, die durch ein vorgegebenes Entnahmeniveau gespeist wird, wenn der äußere Teil der Reaktionszone wenigstens zwei Entnahmeniveaus umfasst, umfasst im allgemeinen wenigstens einen Reaktor, vorzugsweise einen einzigen Reaktor.
- [0034] Das Niveau zur Wiedereinführung der wenigstens teilweise in der äußeren Reaktionszone umgewandelten Beschickung ist im allgemeinen wesentlich unter oder wesentlich über oder wesentlich auf der gleichen Höhe von wenigstens einem Entnahmeniveau, vorzugsweise diesem Entnahmeniveau der Beschickung von der Destillationszone angeordnet. Vorzugsweise ist das Niveau zur Wiedereinführung über dem Entnahmeniveau angeordnet.
- [0035] Da der Reaktor wenigstens teilweise extern ist, entnimmt man von der Kolonne einen Flüssigdurchsatz gleich, größer oder kleiner als die Flüssigkeitsbeförderung der Destillationszone, welche unter dem Abzugsniveau der umzuwandelnden Beschickung angeordnet ist.
- [0036] In der speziellen Anwendung der Umwandlung einer Beschickung der Destillationszone bei einem eher hohen Benzolgehalt, z. B. einem Gehalt über etwa 3 Gew.-%, ist der entnommene Flüssigdurchsatz vorzugsweise gleich oder größer als die Flüssigkeitsbeförderung der Destillationszone, welche unter dem Abzugsniveau angeordnet ist.
- [0037] In der speziellen Anwendung der Umwandlung von Beschickungen bei eher geringem Benzolgehalt, z. B. einem Gehalt unter etwa 3 Vol.-%, ist der entnommene Flüssigdurchsatz vorzugsweise gleich oder kleiner der Beförderungsflüssigkeit der Destillationszone, die unter dem Abzugsniveau angeordnet ist.
- [0038] Das Verfahren gemäß der Erfindung ermöglicht es, einen großen Teil der Verbindung(en), die außerhalb der Destillationszone ggf. unter Bedingungen von Druck und/oder Temperatur umzuwandeln ist (sind), welche unterschiedlich von ihnen in der Destillationszone verwendeten sind, umzuwandeln.
- [0039] Das Verfahren gemäß der Erfindung ist derart, dass das Fließen der umzuwandelnden Flüssigkeit im allgemeinen gleichströmend zum Fließen des Wasserstoff umfassenden Gasstromes für jedes katalytische Bett des äußeren Teils der Reaktionszone ist.
- [0040] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens gemäß der Erfindung liegt die Reaktionszone vollständig außerhalb der Destillationszone. In dem Fall, wo der äußere Teil der Reaktionszone wenigstens zwei katalytische Betten umfasst, wird jedes katalytische Bett durch ein einziges Entnahmeniveau gespeist, das vorzugsweise mit einem einzigen Wiedereinführungsniveau verbunden ist, wobei das Entnahmeniveau verschieden vom Entnahmeniveau ist, welches das (die) andere(n) katalytische(n) Bett(en) versorgt.
- [0041] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens gemäß der Erfindung wird die umzuwandelnde, von der Destillationszone zur Reaktionszone abgezogene Beschickung vor ihrem Eintritt in den Reaktor gekühlt. Die umgewandelte, den Reaktor verlassende Beschickung kann vor ihrer Wiedereinführung in die Destillationszone gekühlt werden. Dieses Kühlen ermöglicht es, einen zirkulierenden Rückfluss zu erzeugen. Im Sinne der vorliegenden Beschreibung bezeichnet man daher mit zirkulierendem Rückfluss eine Zirkulation einer von der Destillationszone auf einem Niveau abgezogenen und auf einem Niveau oberhalb bei einer Temperatur unter der Temperatur der Flüssigkeit auf dem Abzugsniveau wiedereingeführten Flüssigkeit.
- [0042] Im speziellen Fall des Verfahrens zur Verminderung des Benzolgehalts einer Kohlenwasserstofffraktion ist eine der bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung derart, dass das Niveau zur Wiedereinführung der hydrierten Beschickung in die Kolonne über dem Niveau zur Entnahme der in einer Zone zu hydrierenden Beschickung, wo der Benzolgehalt der geringste ist, angeordnet. In noch bevorzugterer Weise ist das Wieder-

einführungsniveau wenigstens 2 theoretische Böden über dem Niveau zur Entnahme angeordnet und in noch weiter bevorzugter Weise ist das Niveau zur Wiedereinführung der Beschickung wenigstens 4 theoretische Böden über dem Niveau zu Abziehen dieser Beschickung angeordnet.

[0043] Für die Durchführung der Hydrierung gemäß einer speziellen Anwendung des Verfahrens der Erfindung ist das für die gewünschte Umwandlung des Benzols notwendige molare theoretische Wasserstoffverhältnis **3**. Die vor oder in der Hydrierzone verteilte Wasserstoffmenge ist ggf. im Überschuss im Verhältnis zu dieser Stöchiometrie und dies um so mehr als das man zu dem in der Beschickung vorliegenden Benzol wenigstens teilweise jede ungesättigte Verbindung hydrieren muss, die höchstens 6 Kohlenstoffatome pro Molekül umfasst und in der Beschickung vorliegt.

[0044] In allgemeiner Weise kann der überschüssige Wasserstoff, wenn es welchen gibt, vorteilhaft z. B. gemäß einer der nachfolgend beschriebenen Techniken gewonnen werden. Gemäß einer ersten Technik wird der überschüssige Wasserstoff, der die Reaktionszone verlässt, entweder direkt auf dem Niveau des Abstroms am Ausgang der Reaktionszone gewonnen oder in dem Gasdestillat der Destillationszone und dann komprimiert und in der Reaktionszone wieder verwendet, um einen Rückfluss zu erzeugen. Gemäß einer zweiten Technik wird der überschüssige Wasserstoff, der die Reaktionszone verlässt, gewonnen und dann vor den mit einer katalytischen Reformierungseinheit verbundenen Kompressionsstufen im Gemisch mit Wasserstoff eingespritzt, der von der Einheit kommt, welche Einheit vorzugsweise bei niedrigem Druck, d. h. im allgemeinen einem Absolutdruck unter 0,8 MPa arbeitet.

[0045] Der in dem Gasstrom vorliegende Wasserstoff, der z. B. in dem speziellen Verfahren der Erfindung zum Hydrieren der ungesättigten Verbindungen verwendet wird, welche höchstens 6 Kohlenstoffatome pro Molekül umfassen, kann von allen Quellen kommen, die Wasserstoff zu wenigstens 50 Vol.-% Reinheit vorzugsweise wenigstens 80 Vol.-% Reinheit und in noch bevorzugter Weise wenigstens 90 Vol.-% Reinheit erzeugen. Zum Beispiel kann man Wasserstoff nennen, der von katalytischem Reformierungsverfahren, Methanisierungsverfahren, PSA-Verfahren (Adsorption durch Druckänderung), elektrochemischen Erzeugungsverfahren oder Dampfcrackverfahren kommt.

[0046] Eine der bevorzugten Ausführungsformen des Verfahrens gemäß der Erfindung, ggf. unabhängig von den vorangegangenen Ausführungsformen ist derart, dass der Bodenabstrom der Destillationszone wenigstens teilweise mit dem stabilisierten Flüssigdestillat gemischt wird, das bei einem Gewinnungsniveau gewonnen wird, welches unter dem Niveau zur Gewinnung des Dampfdestillates angeordnet ist. In dem speziellen Fall des Verfahrens zur Verminderung des Benzolgehalts kann das so erhaltene Gemisch als Treibstoff entweder direkt oder durch Einverleiben in Treibstofffraktionen verwendet werden.

[0047] Wenn die Reaktionszone teilweise innerhalb der Destillationszone ist, sind die Betriebsbedingungen des Teils der Reaktionszone innerhalb der Destillationszone mit den Betriebsbedingungen der Destillation verbunden. Die Destillation wird unter einem Absolutdruck durchgeführt, der im allgemeinen zwischen 0,1 MPa und 2,5 MPa liegt, mit einem Rückflussgrad zwischen 0,1 und 20. Die Temperatur der Destillationszone liegt zwischen 10 und 300°C. In allgemeiner Weise wird die der Umwandlung unterlegene Flüssigkeit zu einem Gasstrom gemischt, der Wasserstoff umfasst, dessen Durchsatz wenigstens gleich der Stöchiometrie der durchgeführten Umwandlungsreaktionen und höchstens gleich dem 10-mal der Stöchiometrie entsprechenden Durchsatz ist. In dem äußeren Teil der Reaktionszone wird der Katalysator in jedem katalytischen Bett gemäß jeder dem Fachmann bekannten Technologie unter Betriebsbedingungen (Temperatur, Druck, ...), die ggf. unabhängig, vorzugsweise unabhängig von den Betriebsbedingungen der Destillationszone sind, angeordnet. In dem Teil der Reaktionszone außerhalb der Destillationszone sind die Betriebsbedingungen im allgemeinen die folgenden. Der erforderliche Absolutdruck liegt im allgemeinen zwischen 0,1 und 6 MPa. Die Betriebstemperatur liegt im allgemeinen zwischen 30 und 400°C. Die Raumgeschwindigkeit in der Reaktionszone, berechnet im Verhältnis zum Katalysator liegt im allgemeinen zwischen 0,5 und 60 h⁻¹. Der der Stöchiometrie der durchgeführten Umwandlungsreaktion entsprechende Wasserstoffdurchsatz liegt zwischen 1- und 10-mal dieser Stöchiometrie.

[0048] Im speziellen Fall der Hydrierung des Benzols und anderer ungesättigter Verbindungen sind die Betriebsbedingungen die folgenden. Wenn die Hydrierzone teilweise innerhalb der Destillationszone ist, sind die Betriebsbedingungen des Teils der Hydrierzone innerhalb der Destillationszone mit den Betriebsbedingungen der Destillation verbunden. Die Destillation wird unter einem Absolutdruck von im allgemeinen zwischen 0,2 und 2 MPa, vorzugsweise zwischen 0,4 und 1 MPa mit einem Rückflussgrad zwischen 0,1 und 10 und vorzugsweise zwischen 0,2 und 2 durchgeführt. Die Kopftemperatur der Zone liegt im allgemeinen zwischen 30 und 180°C und die Bodentemperatur der Zone liegt im allgemeinen zwischen 120 und 280°C. Die Hydrierreaktion wird unter Bedingungen durchgeführt, die meist zwischen jenen am Boden der Destillationszone etablierten sind, bei einer Temperatur zwischen 100 und 200°C und vorzugsweise zwischen 120 und 180°C und bei einem Absolutdruck zwischen 0,2 und 3 MPa, vorzugsweise zwischen 0,4 und 2 MPa. Die der Hydrierung unterlegene Flüssigkeit wird zu einem Wasserstoff umfassenden Gasstrom gemischt, dessen Durchsatz von der Benzolkonzentration in der Flüssigkeit und allgemeiner der Konzentration der höchstens 6 Kohlenstoffatome pro Molekül umfassenden ungesättigten Verbindungen von der Beschickung der Destillationszone ab-

hängt. Der Wasserstoffdurchsatz ist im Allgemeinen wenigstens gleich dem der Stöchiometrie der durchgeführten Hydrierreaktionen entsprechenden Durchsatz (Hydrierung des Benzols und der anderen ungesättigten Verbindungen, die höchstens 6 Kohlenstoffatome pro Molekül umfassen und in der Hydrierbeschickung enthalten sind) und höchstens gleich dem 10-fachen der Stöchiometrie entsprechenden Durchsatz, vorzugsweise zwischen 1- und 6-mal der Stöchiometrie und in noch bevorzugter Weise zwischen 1- und 3-mal der Stöchiometrie. In dem Teil der Hydrierzone außerhalb der Destillationszone sind die Betriebsbedingungen im allgemeinen die folgenden. Der für diese Hydrierstufe erforderliche Absolutdruck liegt im allgemeinen zwischen 0,1 und 6 MPa absolut, vorzugsweise zwischen 0,2 und 5 MPa und in noch bevorzugter Weise zwischen 0,5 und 3,5 MPa. Die Temperatur der Hydrierzone liegt im allgemeinen zwischen 100 und 400°C, vorzugsweise zwischen 120 und 350°C und in bevorzugter Weise zwischen 140 und 320°C. Die Raumgeschwindigkeit in der Hydrierzone, berechnet im Verhältnis zum Katalysator, liegt im allgemeinen zwischen 1 und 60 und spezieller 1 und 40 h⁻¹ (Beschickungsvolumendurchsatz pro Katalysatorvolumen). Der der Stöchiometrie der durchgeführten Hydrierreaktionen entsprechende Wasserstoffdurchsatz liegt zwischen 1- und 10-mal dieser Stöchiometrie, vorzugsweise zwischen 1- und 6-mal dieser Stöchiometrie und in noch bevorzugter Weise zwischen 1- und 3-mal dieser Stöchiometrie. Aber die Bedingungen von Temperatur und Druck können auch im Rahmen des Verfahrens der vorliegenden Erfindung zwischen jenen liegen, die am Kopf und am Boden der Destillationszone etabliert sind.

[0049] Im Sinne der vorliegenden Beschreibung bezeichnet man mit Rückflussgrad das Verhältnis des Massedurchsatzes des Rückflusses zum Massedurchsatz der Versorgung der Kolonne.

[0050] Im speziellen Fall, wo die Reaktionszone eine Zone zur Hydrierung des Benzols und ggf. der Olefine ist, umfasst der in der Hydrierzone verwendete Katalysator wenigstens ein Metall, das aus der Gruppe VIII, vorzugsweise aus der durch Nickel und Platin gebildeten Gruppe gewählt ist, welcher als solcher oder vorzugsweise abgeschieden auf einen Träger verwendet wird. Das Metall muss sich im allgemeinen in der wenigstens für 50 Gew.-% seiner Gesamtheit reduzierten Form befinden. Aber jeder andere dem Fachmann bekannte Hydrierungskatalysator kann auch gewählt werden.

[0051] In dem Fall der Verwendung des Nickels liegt der Nickelanteil im Verhältnis zum Gesamtgewicht an Katalysator zwischen 5 und 70%, spezieller zwischen 10 und 70 und in bevorzugter Weise zwischen 15 und 65%. Darüber hinaus verwendet man im allgemeinen einen Katalysator derart, dass die mittlere Größe der Nickelkristallite kleiner als $100 \cdot 10^{-10}$ m, vorzugsweise kleiner als $80 \cdot 10^{-10}$ m, in noch bevorzugter Weise kleiner als $60 \cdot 10^{-10}$ m ist.

[0052] Der Träger wird im Allgemeinen aus der Gruppe gewählt, die gebildet wird durch Aluminiumoxid, Silizium-Aluminiumoxide, Siliziumoxid, Zeolithe, Aktivkohle, Tone, aluminiumhaltige Zemente, Seltenerdoxide und Erdalkalimetalloxide, alleine oder ein Gemisch. Man verwendet bevorzugt einen Träger auf Basis von Aluminiumoxid oder Siliziumoxid mit einer spezifischen Oberfläche zwischen 30 und 300 m²/g, vorzugsweise zwischen 90 und 260 m²/g.

[0053] Die **Fig. 1** ist eine Veranschaulichung einer Ausführungsmöglichkeit des Verfahrens gemäß der Erfindung.

[0054] Die Kohlenwasserstoffbeschickung wird in eine Kolonne **2** durch die Leitung **1** geschickt. Die Kolonne enthält Destillationsinterna, die z. B. im in der **Fig. 1** dargestellten Fall Böden oder Füllkörper, in der Figur durch gepunktete Linien dargestellt, sind.

[0055] Am Kolonnenfuß wird die weniger flüchtige Fraktion des Reformats durch die Leitung **5** gewonnen, ein Teil verdampft im Austausch **6** wieder und ein Teil wird durch die Leitung **7** abgezogen. Der Wiederverdampfungsampf wird in die Kolonne durch die Leitung **8** wieder eingeführt. Das stabilisierte Flüssigdestillat wird durch die Leitung **18** abgezogen, das Dampfdestillat wird durch die Leitung **9** in einen Kondensator **10** und dann in einen Behälter **11** geschickt, von wo das Dampfdestillat durch die Leitung **14** abgezogen wird. Die Flüssigphase des Behälters **11** wird zum Teil durch die Leitung **12** zum Kolonnenkopf zurückgeschickt, um davon den Rückfluss sicherzustellen, und ein anderer Teil der Flüssigphase kann durch die Leitung **13** gewonnen werden.

[0056] Mittels eines Abzugsbodens, der in der Destillationszone angeordnet ist, zieht man durch die Leitung **15** eine Flüssigkeit ab, die man Kopf eines Reaktors **3** nach Zugabe von Wasserstoff durch die Leitung **4** schickt. Der Abstrom des Reaktors wird in dem Austausch **16** gekühlt und dann zu der Kolonne durch die Leitung **17** rezykliert.

[0057] Der zu trennende Flüssigabstrom wird von der Destillationszone durch die Leitung **19** abgezogen und dann in eine seitliche Gas-Flüssig-Trennzone (**20**) geschickt, von wo man den Gasabstrom in die Destillationszone durch die Leitung **21** rezykliert und man eine Zwischenfraktion durch die Leitung **23** gewinnt, ein Teil der Fraktion wird im Austausch **22** wieder verdampft.

BEISPIEL (gemäß der Erfindung)

[0058] Das Beispiel, welches folgt, veranschaulicht eine spezielle Anwendung der Erfindung, d. h. die selek-

tive Verminderung an ungesättigten Verbindungen und an Benzol von einer Kohlenwasserstofffraktion. Sie werden durch die digitale Simulierung mit Hilfe der Software PRO/II® von der Gesellschaft Simulation Sciences Incorporated durchgeführt.

[0059] Das Verfahren verfügt über eine Konfiguration mit Abziehen eines Flüssigabstroms zu einer seitlichen Gas-Flüssig-Trennzone mit Wiedereinführung des Gasabstroms in die Destillationszone und Gewinnung des Flüssigabstroms als Zwischenfraktion. Die Einheit ist in der **Fig. 1** dargestellt.

[0060] Das Verfahren verfügt über eine Konfiguration mit Abziehen eines stabilisierten Flüssigabstroms unter dem Abzug eines Dampfdestillats und mit einem Wiedereinführungsniveau der hydrierten Beschickung **9** Böden über dem Abzugsboden.

[0061] Die Kolonne umfasst 57 theoretische Böden (einschließlich Kondensator und Wiederverdampfer) und verfügt über einen Durchmesser von 3,35 m.

[0062] Die verbundene seitliche Kolonne umfasst 7 theoretische Böden (einschließlich des Wiederverdampfers).

[0063] Der Rückflussgrad im Verhältnis zur Zufuhr (ausgedrückt in Gewicht) ist 1,02. Die Leistungsfähigkeit der Wiederverdampfung ist 12800 kW. Die Leistungsfähigkeit des Wiederverdampfers der seitlichen Kolonne ist 271 kW.

[0064] Das Verfahren wird mit einem äußeren Hydrierreaktor durchgeführt, der 7 m³ Katalysator enthält und bei einem Absolutdruck von 1,5 MPa arbeitet. Der Nickelkatalysator wird von der Gesellschaft PROCATALYSE unter der Bezeichnung LD746 verkauft.

[0065] Man gewinnt den stabilisierten Flüssigabstrom (leichtes Reformat) auf dem Boden **3** durch die Leitung **18** und das Dampfdestillat am Kolonnenkopf durch die Leitung **14**. Die Beschickung für die Kolonne wird durch die Leitung **1** auf Boden **37** eingespritzt. Die Beschickung für den Reaktor **3** wird vom Boden **30** über Leitung **15** abgezogen. Der Wasserstoff wird durch die Leitung **4** eingeführt, bevor er in den bei absteigenden Fluss und unter 1,5 MPa Absolutdruck arbeitenden Reaktor eintritt. Das molare Verhältnis Wasserstoff/Benzol ist 2,63. Der Abstrom des Reaktors **3** wird gekühlt und dann wieder in die Kolonne über die Leitung **17** auf den Boden **21** eingespritzt. Der Absolutdruck im Rückflussbehälter ist 0,75 MPa.

[0066] Die simulierten Zusammensetzungen der stabilisierten Flüssigfraktionen (leichtes Reformat) (**18**), Ablassdampf (**14**), schweres Reformat (**7**) und Zwischenfraktionen (**23**) sind in der Tabelle 1 angezeigt.

[0067] Man stellt fest, dass das Verfahren gemäß der Erfindung, wo es das Abziehen eines in einer seitlichen Trennzone behandelten Flüssigdestillates gibt, es ermöglicht, eine direkt verwendbare Zwischenfraktion zu gewinnen. In diesem speziellen Beispiel ist die Zwischenfraktion eine Naphthafraktion, die etwa 3,8 Vol.-% Benzol umfasst.

[0068] Das leichte Reformat (**18**) enthält 0,35 Vol.-% Benzol, das schwere Reformat (**7**) enthält 0,6 Vol.-% Benzol. Die REID-Dampfspannung des Naphtha ist 0,086 MPa und jene des Gemisches, das durch das leichte Reformat und das schwere Reformat gebildet wird, ist 0,022 MPa.

Tabelle 1: Zusammensetzung der Beschickung und der Abströme für Beispiel 1 (Fall des seitlichen Abzugs)

Körper/kmol/h	Beschi- ckung	H2	Abläss- dampf (14)	leichtes Reformat (18)	Naphtha- abzug (23)	schweres Reformat (7)
H2	0,00	183,13	5,03	0,00	0,00	0,00
Methan	0,00	31,85	31,84	0,02	0,00	0,00
Ethan	0,00	15,63	15,55	0,08	0,00	0,00
Propan	0,00	6,64	6,20	0,45	0,00	0,00
Butane	13,63	0,84	8,40	5,85	0,21	0,00
Isopentane	60,80	0,25	5,96	52,40	2,70	0,00
Normalpentane	43,33	0,11	2,49	38,81	2,60	0,00
Dimethylbutane	15,88		0,14	11,04	4,71	0,00
andereC6Paraffine	62,87		0,16	23,59	39,13	0,00
Hexan	31,92		0,00	1,19	33,52	0,01
C7 Paraffine	53,60		0,00	0,00	20,70	33,20
C8 Paraffine	6,93		0,00	0,00	0,01	6,93
C9+ Paraffine	2,96		0,00	0,00	0,00	2,96
Cyclopentan	2,74		0,05	2,34	0,35	0,00
Methylcyclopentan	4,47		0,00	0,03	4,39	0,04
Cyclohexan	0,45		0,00	0,01	44,87	9,02
Methylcyclohexan	3,67		0,00	0,00	1,47	6,92
C8Naphtene	0,50		0,00	0,00	0,00	0,50
Pentene	1,17		0,07	0,58	0,05	0,00
Hexene	2,99		0,00	0,01	0,17	0,00
Heptene	1,50		0,00	0,00	0,03	1,16
Benzol	69,45		0,00	0,65	8,58	6,77
Toluol	286,57		0,00	0,00	0,31	281,53
C8 Aromaten	307,41		0,00	0,00	0,03	307,38
C9+ Aromaten	165,13		0,00	0,00	0,00	165,13
Gesamt	1137,96	238,46	75,87	137,05	163,84	821,55

Patentansprüche

1. Verfahren zur Umwandlung einer Kohlenwasserstoffbeschickung, die zum überwiegenden Teil aus wenigstens 5 Kohlenstoffatome pro Molekül umfassenden und wenigstens eine ungesättigte Verbindung umfassenden Kohlenwasserstoffen besteht, umfassend wenigstens ein eventuelles Olefin und Benzol, derart, dass man die Beschickung in einer Destillationszone behandelt, die ein Kopfdestillat und einen Bodenabstrom erzeugt, wobei die Destillation unter einem Absolutdruck zwischen 0,1 und 2,5 MPa, mit einem Rückflussgrad zwischen 0,1 und 20 und bei einer Temperatur zwischen 10 und 300°C durchgeführt wird, wobei die Destillationszone mit einer Hydrierreaktionszone verbunden ist, die wenigstens teilweise extern ist und in der die Hy-

drierung wenigstens eines Teils der höchstens sechs Kohlenstoffatome pro Molekül umfassenden und in der Beschickung enthaltenen ungesättigten Verbindungen in Gegenwart eines Wasserstoff umfassenden Gasstroms und eines Hydrierkatalysators durchgeführt wird, der wenigstens ein Metall umfasst, das aus der durch Nickel und Platin gebildeten Gruppe gewählt ist, wobei die Beschickung von der Reaktionszone auf der Höhe von wenigstens einem Entnahmeniveau entnommen wird und wenigstens einen Teil der in der Destillationszone fließenden Flüssigkeit darstellt, wobei der Abstrom der Reaktionszone wenigstens zum Teil in die Destillationszone auf der Höhe von wenigstens einem Wiedereinführungsniveau in einer die Kontinuität der Destillation sicherstellenden Weise wiedereingeführt wird, dass man von der Destillationszone einen Flüssigabstrom auf der Höhe von wenigstens einem Abzugsniveau abzieht, wobei wenigstens ein Teil des Flüssigabstroms wenigstens teilweise in einer seitlichen Gas-Flüssig-Trennzone (splitter) behandelt wird, von der der Gasabstrom wenigstens teilweise in die Destillationszone wiedereingeführt wird und von der der Flüssigabstrom wenigstens teilweise als Zwischenfraktion gewonnen wird, die 5 Gew.-% Benzol umfasst, und dass man außerdem ein stabilisiertes flüssiges Destillat auf dem Entnahmeniveau, das unter dem Niveau des Dampfdestillats angeordnet ist, welches vom überwiegenden Teil des überschüssigen Wasserstoffs befreit ist, und wenigstens einen Teil der leichten Gase abzieht, die in dem Dampfdestillat gewonnen werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, das ein einziges Abzugsniveau des Flüssigabstroms zur seitlichen Gas-Flüssig-Trennzone umfasst.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 2, das ein einziges Niveau zur Entnahme der Beschickung von der Reaktionszone umfasst.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, bei dem das Niveau zur Wiedereinführung des Abstroms der Reaktionszone über dem Niveau zur Entnahme der Beschickung von der Reaktionszone angeordnet ist.

5. Verfahren nach Anspruch 4, bei dem das Niveau zur Wiedereinführung des Abstroms der Reaktionszone wenigstens ein zweiter theoretischer Boden über dem Niveau zur Entnahme der Beschickung von der Reaktionszone ist.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, bei dem die Reaktionszone vollständig außerhalb der Destillationszone ist.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, derart, dass für den Teil der Umwandlungsreaktion außerhalb der Destillationszone der Absolutdruck zwischen 0,1 und 6 MPa liegt, die Temperatur zwischen 30 und 400°C liegt, die Raumgeschwindigkeit in der Umwandlungszone, berechnet im Verhältnis zum Katalysator, zwischen 0,5 und 60 h⁻¹ (Beschickungsvolumen pro Katalysatorvolumen und pro Stunde) liegt und der Wasserstoffdurchsatz zwischen einmal und zehnmal dem der Stöchiometrie der eingesetzten Umwandlungsreaktionen entsprechenden Durchsatz liegt.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, derart, dass die Destillation unter einem Absolutdruck zwischen 0,2 und 2 MPa, mit einem Rückflussgrad zwischen 0,1 und 10 durchgeführt wird, wobei die Temperatur am Kopf der Destillationszone zwischen 30 und 180°C liegt und die Temperatur am Boden der Destillationszone zwischen 120 und 280°C liegt.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, derart, dass für den Teil der Hydrierreaktion außerhalb der Destillationszone der Absolutdruck zwischen 0,1 und 6 MPa liegt, die Temperatur zwischen 100 und 400°C liegt, die Raumgeschwindigkeit in der Hydrierzone, berechnet im Verhältnis zum Katalysator, zwischen 1 und 60 h⁻¹ (Beschickungsvolumen pro Katalysatorvolumen und pro Stunde) liegt und der Wasserstoffdurchsatz zwischen einmal und zehnmal dem der Stöchiometrie der eingesetzten Hydrierreaktionen entsprechenden Durchsatz liegt.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, derart, dass für den Teil der Hydrierreaktion innerhalb der Destillationszone die Hydrierreaktion bei einer Temperatur zwischen 100 und 200°C, bei einem Absolutdruck zwischen 0,2 und 3 MPa durchgeführt wird und der die Hydrierzone speisende Wasserstoffdurchsatz zwischen einmal und zehnmal dem der Stöchiometrie der eingesetzten Hydrierreaktionen entsprechenden Durchsatz liegt.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

