

201912



201912

PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "Un procedimiento para la preparación de nitrilos de los ácidos grasos" - - - - -

a favor de la: SOCIETE D'ETUDES CHIMIQUES POUR L'INDUSTRIE ET L'AGRICULTURE, de nacionalidad francesa, domiciliada en: 11, Avenue Friedland, PARIS (Francia).

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de nitrilos de ácidos grasos.

El procedimiento habitualmente empleado para la preparación de los nitrilos consiste en deshidratar una mezcla de ácidos grasos y de amoníaco por calentamiento ante un catalizador, generalmente el aluminio activado, a una temperatura aproximada de 350 a 400 grados centígrados, según la reacción:



En los diversos procedimientos conocidos la mezcla ga-

201912.75



seosa reaccionante atraviesa un catalizador fijo, calentado a temperatura conveniente.

La invención consiste en aplicar para la preparación de nitrilos de ácidos grasos, según la reacción indicada, la técnica bien conocida de los sólidos fluidificados. Según esta técnica, el catalizador es puesto, en forma de un polvo muy fino en suspensión en una corriente gaseosa. La mezcla gaseosa reaccionante circula a gran velocidad, y las finas partículas de catalizador son mantenidas en suspensión en la corriente gaseosa y permanecen en agitación continua, asegurando de esta manera un perfecto contacto de los cuerpos en reacción con el catalizador.

Se sabe que las técnicas de fluidificación permiten obtener de un modo general velocidades de reacción más elevadas, una mayor uniformidad de temperatura en los aparatos de reacción y una marcha continua de las instalaciones.

El procedimiento objeto de la patente presenta con relación a los procedimientos anteriormente conocidos, las mismas ventajas, y además ciertas ventajas especiales, algunas de las cuales no eran de prever.

a) Velocidad de reacción y rendimiento de la catalisis más elevados. El tiempo de contacto necesario para obtener una transformación cuantitativa es aproximadamente diez veces menor que en los procedimientos conocidos. Este mejoramiento puede atribuirse principalmente tanto al empleo de partículas muy finas de gran superficie reaccional, difíciles de ponerse en actividad en un catalizador fijo, como a la agitación muy enérgica de los gases reaccionantes y del catalizador.

b) Uniformidad de la temperatura. La uniformidad de la

201912

7 FEB



- 3 -

temperatura en la zona de reacción permite obtener unos resultados especiales con el nuevo procedimiento. En efecto, las reacciones parásitas, y en particular los procesos de cracking debidos a recalentamientos locales y que conducen, en los procedimientos corrientes, a una pérdida de ácidos grasos y por consiguiente a una disminución del rendimiento, no pueden existir. Por otra parte, la hidrólisis por el vapor de agua de los nitrilos producidos, reacción parásita particularmente importante por debajo de 350 grados centígrados, no se puede producir por el hecho, a la vez, de la uniformidad de la temperatura en la zona de reacción y de la gran rapidez de circulación del gas.

c) Marcha continua de la instalación. La marcha continua permite realizar una regulación automática y permanente de la circulación del catalizador y del funcionamiento de los aparatos, y obtener una catalisis uniforme en condiciones prácticamente constantes, con regeneración continua del catalizador.

Vamos a describir, a título no limitativo, un ejemplo de ejecución del procedimiento, refiriéndonos al dibujo esquemático adjunto, que representa un dispositivo con un solo lecho de fluido de un tipo análogo a los ya conocidos.

En el dibujo, 1 representa la cámara de reacción en la cual la mezcla gaseosa que se ha de tratar se introduce por un conducto 2. El catalizador entra a la parte alta por un conducto 3. La mezcla gaseosa contenedora del nitrilo formado sale de la cámara de reacción por un conducto 4.

El ácido graso que se ha de tratar es recogido en estado líquido en un depósito 5, y pasa a un evaporizador 6. Los vapores producidos son arrastrados por una corriente de

201912

-7-



- 4 -

amoníaco que llega por 7, a través de un precalentador 8, en la cámara de reacción 1. La homogeneidad de la distribución de la mezcla gaseosa a través del lecho del catalizador está asegurada por cualquier medio usual conocido.

5 La mezcla gaseosa resultante de la reacción y que sale por 4 pasa a un dispositivo 9 que tiene por finalidad detener las finas partículas de catalizador arrastradas y devolverlas al lecho de catalisis. La mezcla gaseosa atraviesa a continuación un condensador 10, luego un decantador 11 del cual  
10 sale, por una tubería lateral 12, el nitrilo correspondiente al ácido graso, y por la base en 13 el agua producida por la reacción. En la parte alta del decantador el amoníaco no combinado se escapa por un conducto 14, y puede ser devuelto al ciclo mediante una bomba 15.

15 El catalizador agotado, previamente sorbido por una débil corriente de vapor de agua o de gas caliente introducida por 16, es extraído por un tubo 17 y enviado por un conducto vertical 18 a una cámara de regeneración 19. El arrastre es producido por una corriente gaseosa a temperatura adecuada, conducida por una tubería 20.  
20

El catalizador regenerado en la cámara 19 es extraído por el conducto vertical 3, y desciende por gravedad a la cámara de reacción 1.

Para que el catalizador sólido sea mantenido en estado  
25 completamente fluidificado en buenas condiciones de eficacia es necesario que sea utilizado bajo forma de finas partículas con preferencia de diámetro inferior a  $300\mu$ , por ejemplo bajo forma de polvo que pase por los tamices de entre 65 y 200 mallas (dimensiones de las partículas comprendidas entre

201912

- 5 -



208 y 74<sup>μ</sup>), siendo aún posible la utilización de partículas todavía más finas, sin inconveniente importante.

Se puede también disponer el catalizador según dos o más lechos fluidificados a alturas intermedias en la cámara de reacción.

La altura del lecho de catalizador en la cámara de reacción depende de la velocidad de la corriente gaseosa, y ha de asegurar un tiempo de contacto suficiente entre el catalizador y la mezcla gaseosa reaccionante (vapores de ácidos grasos, amoniaco) para realizar una transformación completa del ácido graso en nitrilo. Por ejemplo, para límites de velocidades lineales de 6 a 30 centímetros por segundo la altura del lecho del catalizador puede variar de 0'30 metros a 1'50 metros; siendo el tiempo de contacto mucho menor que en los procedimientos conocidos, la altura del lecho del catalizador es considerablemente reducido.

Según la naturaleza de la primera materia tratada, la temperatura en la zona de reacción, que se mantiene constante a pocos grados de diferencia, se escoge entre 300 y 550 grados centígrados, de modo que se obtenga una velocidad de reacción elevada y una velocidad muy reducida del cracking de los vapores orgánicos.

Del mismo modo se escoge la temperatura de regeneración del catalizador entre 400 y 650 grados centígrados, según las condiciones.

La cantidad de catalizador necesaria para una transformación cuantitativa de los vapores de ácido graso en nitrilo puede ser del orden de 0'5 partes a 10 partes de catalizador por una parte de ácido graso, según las condiciones



de la operación, la actividad del catalizador y otros factores.

#### EJEMPLO 1

En un caso particular de puesta en práctica, no limitativo, se ha escogido para la temperatura de la zona de reacción 370 grados centígrados, y para la de la zona de regeneración 540 grados centígrados. La velocidad lineal de la corriente gaseosa (referida a la cámara vacía) es de 6 a 15 centímetros por segundo en el interior de la cámara de reacción. La altura del lecho de catalizador se escoge de tal modo que asegure un tiempo de contacto de 5 a 20 segundos entre los vapores de ácido graso y de amoniaco por una parte, y el catalizador por otra parte. El catalizador utilizado es de alúmina activada, bajo forma de polvo que pase por tamices de entre 65 y 200 mallas (dimensiones de las partículas de 208 a 74  $\mu$ ). La cantidad de amoniaco utilizado es superior en un 10 por 100 a la cantidad necesaria para efectuar la reacción. En estas condiciones, la transformación de ácido graso en nitrilo es prácticamente cuantitativa, y el rendimiento horario del catalizador se sitúa entre los valores de 0'5 y 1 kilogramo de ácido graso transformado por kilogramo de catalizador y por hora.

#### EJEMPLO 2

En otro caso particular de puesta en práctica del procedimiento, se opera en presencia de bastante grande exceso de amoniaco, por ejemplo en las condiciones siguientes, que



no tienen el menor carácter limitativo; el catalizador utilizado es alúmina activada, en forma de polvo que pase por tamices de entre 100 y 300 mallas (dimensiones de las partículas de 50 a 150 $\mu$ ). Sobre la alúmina calentada a 365 grados centígrados y en estado flúido, se hacen pasar vapores de ácido palmítico a razón de 1'2 moléculas de ácido graso/hora/litro de catalizador; en mezcla con de 2 a 3 veces la cantidad teórica de amoniaco.

En estas condiciones, el rendimiento en nitrilo es de 97 por 100 con relación a la cantidad de nitrilo que se podría teóricamente obtener a partir de la cantidad de ácido graso utilizada.

Si se preparan los nitrilos, no ya en presencia de alúmina fluidificada según el procedimiento objeto de la invención, sino en presencia del mismo catalizador en lecho fijo como se opera corrientemente según los procedimientos conocidos, la cantidad de ácido palmítico que se trate —en las mismas condiciones de temperatura y de exceso de amoniaco que en el ejemplo de aplicación aquí descrito— no es más que 0'5 moléculas de ácido graso/hora/litro de catalizador si se desea obtener el mismo rendimiento en nitrilo.

### E J E M P L O 3

En otro caso particular de puesta en práctica del procedimiento descrito, a título de ejemplo no limitativo, se preparan los nitrilos a partir de estearina simple presión comercial.



La estearina es evaporizada en un recipiente calentado de 390 a 420 grados centígrados, y se hacen pasar los vapores de estearina mezclados con los de amoniaco por la alúmina activada cuyas dimensiones de granos estén comprendidas entre 50 y 150  $\mu$  (que pasen por tamices de entre 100 y 300 mallas). La alúmina está fluidificada y recalentada a 380 grados centígrados. Los consumos de ácido graso y amoniaco utilizados:

Consumo de ácido graso ..... 1'1 moléculas de ácido/hora/litro de catalizador

Consumo de amoniaco ..... 2'75 moléculas de  $\text{NH}_3$ /hora/litro de catalizador

10 aseguran una fluidez regular de la alúmina.

El nitrilo obtenido se lava con agua caliente, y luego se seca bajo vacío a 80 - 90 grados centígrados. A partir de 100 partes de estearina, se obtienen 89 partes de nitrilo, siendo el rendimiento en nitrilo del 96 por 100 calculado con 15 relación a la cantidad de nitrilo que se podría teóricamente obtener a partir de la cantidad de estearina utilizada.

#### N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explotación exclusiva de;

20 1.- Un procedimiento para la preparación de nitrilos de ácidos grasos, caracterizado por el hecho de hacer pasar una mezcla de gas amoniaco y vapores de ácidos grasos por una zona de reacción que contenga un catalizador fluidificado, a una temperatura de reacción escogida entre 300 y 550 grados cen- 25 tigrados, mantenida prácticamente constante, recogiendo el nitrilo del ácido graso en estado de vapor a la salida de la zona.

201912



- 9 -

de reacción.

2.- Un procedimiento para la preparación de nitrilos de ácidos grasos tal como se ha especificado en 1, caracterizado por el hecho de que el paso por la zona de reacción de la mezcla de gas amoniacal y vapores de ácido graso, por una parte, y del catalizador fluidificado, por otra parte, se realiza de una manera continua.

3.- Un procedimiento para la preparación de nitrilos de ácidos grasos tal como se ha especificado en 1, caracterizado por el hecho de que el catalizador agotado y sorbido es sometido, de una manera continua, a una regeneración por contacto con el aire a una temperatura escogida entre 400 y 650 grados centígrados, siendo devuelto el catalizador regenerado y puesto en estado fluidificado a la zona de reacción.

4.- Un procedimiento para la preparación de nitrilos de ácidos grasos tal como se ha especificado en 1, caracterizado por el hecho de regular la velocidad de la corriente gaseosa en la zona de reacción de manera que el catalizador se mantenga en estado fluidificado.

5.- La propiedad y la explotación exclusiva del objeto de la patente, sean cuales fueren las circunstancias que concurren con su esencialidad definida en las anteriores reivindicaciones, cual objeto es:

"Un procedimiento para la preparación de nitrilos de los ácidos grasos".

Consta

---

201912

- 10 -

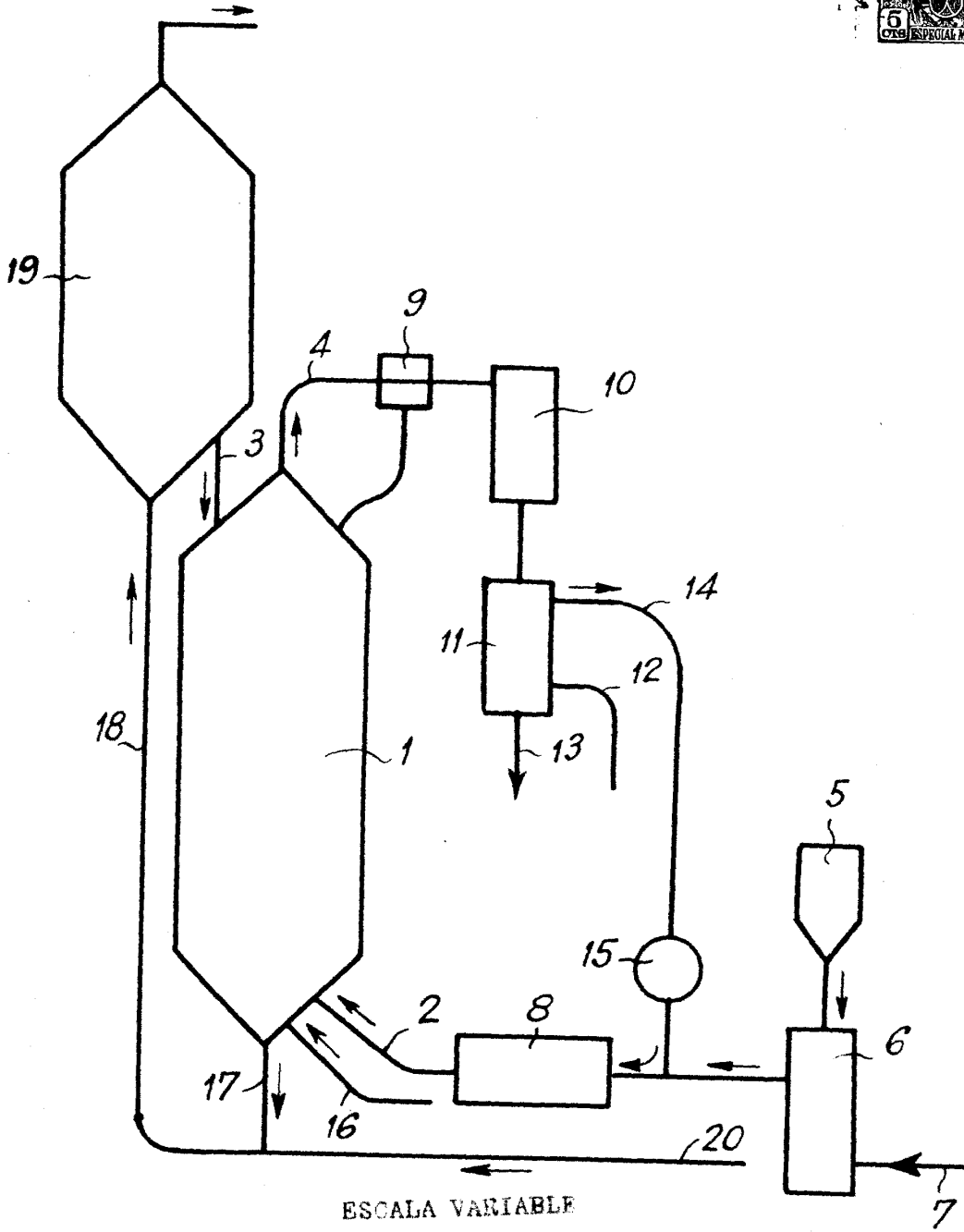


Consta la presente memoria de diez hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 7 de Febrero de 1952.

P. p. de la: SOCIETE D'ETUDES CHIMIQUES POUR L'INDUSTRIE  
ET L'AGRICULTURE,

201912



ESCALA VARIABLE

Barcelona

17 FEB 1952

*[Handwritten signature]*