



229343

229343

P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN CONTINUA DE BENZONI-
TRILO", a favor de la razón social suiza CIBA, Sociéte Ano-
nyme, residente en BASILEA (Suiza).

- / -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de la presente invención es un procedimiento para la preparación continua de benzonitrilo que se caracteriza porque se oxida catalíticamente con aire y en la fase gaseosa hidrocarburos aromáticos que dan anhídrido ftálico al ser oxidados, de preferencia naftalina, según métodos en sí conocidos, y porque luego se transforma catalíticamente, con amoníaco y en la fase gaseosa los productos de oxidación obtenidos, sin enfriamiento ni aislamiento en benzonitrilo.

El procedimiento según la invención, presenta la ventaja de que el benzonitrilo puede ser obtenido en un procedi-



229343

miento continuo, con buenos rendimientos, a base de la naftalina fácilmente accesible. Este resultado es logrado según la invención transponiendo en la fase gaseosa y en catalizadores apropiados los productos de oxidación de la naftalina, obtenibles en la primera fase de procedimiento, con amoníaco. En lugar de naftalina pueden utilizarse, asimismo, o-xileno, o hidrocarburos aromáticos análogos que con la oxidación dan anhídrido ftálico.

5.

10.

15.

Como catalizador de oxidación resulta notablemente apropiado el pentóxido de vanadio en una substancia vehículo apropiada, como gel de sílice, o alúmina. Pero también pueden emplearse otros óxidos de metales pesados, como son usuales para la oxidación de la naftalina. El catalizador de oxidación puede modificarse, asimismo, con materias adicionales que disminuyan la violencia de la reacción y el riesgo de la combustión total, como P_2O_5 , $KHSO_4$ o K_2SO_4 .

20.

Como catalizadores para la transformación de los productos de oxidación en benzonitrilo son apropiados los catalizadores usuales para tales reacciones de deshidratación, como óxido de aluminio. El gel de sílice da, por regla general, rendimientos, con mucho, mejores que el óxido de aluminio, debiendo por consiguiente ser preferido.

25.

La puesta en práctica del procedimiento tiene lugar, calentando previamente a temperaturas de hasta $350^{\circ}C$ una mezcla gaseosa de aire y naftalina en la proporción en peso de 20:1 - 50:1, preferentemente 24:1, y conduciéndola con velocidades volumétricas de 500 - 4000, preferentemente de 1000 volúmenes por volumen de catalizador y hora, sobre un catalizador de oxidación apropiado, calentado a $300 - 500^{\circ}C$, preferentemente a $350^{\circ}C$. Después de terminada la oxidación, se intro-

30.



229343

- duce en los productos reaccionales calientes y gaseosos, a lo menos 1 mol, preferentemente 2 - 3 moles, de amoníaco por mol de naftalina. Esta mezcla gaseosa entonces es conducida con velocidades volumétricas de 100 - 1000, preferentemente de 500 volúmenes por volumen de catalizador y hora, sobre un catalizador calentado a temperaturas comprendidas entre 360° y 500°C, preferentemente a 390 - 420°C, apto para disociar H₂O y CO₂, preferentemente gel de sílice. Los productos reaccionales obtenidos son enfriados. De la rápida corriente de aire, el benzonitrilo es segregado según métodos apropiados y entonces purificado. El rendimiento en benzonitrilo es de 65 - 75% del teórico, referido a la naftalina empleada.

EJEMPLO 1.

- Una corriente de aire cargada con 50 mg de naftalina por litro, con una velocidad de 200 litros por hora, es previamente calentada a 250°C y soplada encima de 200 cc de un catalizador que consiste en 10% de V₂O₅, 25% de K₂SO₄ y 65% de gel de sílice como sustancia vehículo. El tubo reaccional que contiene el catalizador es mantenido en un baño salino a una temperatura de 350°C. Después de su salida de la primera zona de catalizador se introduce en la corriente gaseosa 5,2 litros de amoníaco por hora, correspondientes a 3 moles de NH₃ por mol de naftalina. Esta mezcla gaseosa caliente es conducida sobre 400 cc de gel de sílice de poros anchos con un peso a granel de aproximadamente 0.4, calentando a 390 - 420°C. La mezcla gaseosa que va saliendo es conducida a través de un refrigerante eficaz, en el cual son condensados la mayor parte del benzonitrilo formado, así como el agua formada durante la reacción y reducidas cantidades de carbonato amónico. Estos productos reaccionales son reunidos en un recipiente co-



229343

5. lector. Para segregar sin restos el benzonitrilo de la rápida corriente gaseosa, ésta es conducida, después de su salida del refrigerante, a una torre de absorción que está cargada con gel de sílice. El benzonitrilo que en la misma se va segregando puede ser obtenido mediante destilación con vapor de agua. El rendimiento en benzonitrilo es el 70% de teórico, referido a la cantidad de naftalina empleada.

10. El empleo de naftalina pura no es necesario; se obtiene los mismos buenos resultados, si se parte de la naftalina técnica. En estos casos está indicado incorporar en el tubo reaccional, inmediatamente después de la fase de oxidación, una substancia que adsorbe los óxidos del azufre, como carbonato sódico en piedra pómez.

EJEMPLO 2.

15. La oxidación de la naftalina tiene lugar como en el ejemplo 1. En la corriente gaseosa que sale de la primera zona de catalizador, se introduce 8.1 litros de amoníaco en forma de gas por hora, correspondientes a aproximadamente 4.6 moles de NH_3 por mol de naftalina. Esta mezcla gaseosa es conducida sobre 600 cc de alúmina activa calentada a $390-420^\circ\text{C}$. La obtención y purificación del benzonitrilo es llevada a cabo del modo indicado en el ejemplo 1. El rendimiento es de aproximadamente 25% del teórico, referido a la naftalina empleada.

EJEMPLO 3.

25. En una corriente de aire con una velocidad de 240 litros por hora, se gasifica cada hora 4 g de o-xileno. Esta mezcla gaseosa es calentada a 450°C y conducida sobre 60 cc de un catalizador de oxidación que consiste en pentóxido de vanadio sobre piedra pómez que contiene aproximadamente 12% de V_2O_5 . El tubo reaccional que contiene el catalizador es

30.

229343



mantenido mediante una masa salina fundida que lo rodea, a una temperatura de 470°C. En la corriente gaseosa caliente que sale de la primera zona de catalizador son introducidos cada hora 6,4 litros de amoníaco gaseoso, es decir, 6,25 moles de NH₃ por mol de xileno evaporado. Esta mezcla gaseosa caliente, entonces es conducida sobre 480 cc de gel de sílice con un peso a granel de alrededor de 0.5, calentando a 410°C. La mezcla gaseosa saliente es conducida a través de un refrigerante eficaz en el que la mayor parte del benzonitrilo formado así como agua, formada durante la reacción, y reducidas cantidades de carbonato amónico, son condensadas. La elaboración ulterior tiene lugar del modo descrito en el ejemplo 1. El rendimiento en benzonitrilo es el 35% del teórico, referido a o-xileno gasificado.

- 5.
- 10.
15. La invención en su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, desarrollarse con los medios y aparatos más convenientes en cada caso, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.
- 20.



N O T A

229343

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridades suizas números 20.713 y 33.263, del 9 de Junio de 1955 y del 15 de Mayo de 1956 respectivamente.

5. 1. Procedimiento para la preparación continua de benzonitrilo, caracterizado porque se oxida catalíticamente con aire, y en la fase gaseosa, hidrocarburos aromáticos que dan anhídrido ftálico al oxidarse, según métodos en sí conocidos, y porque los productos de oxidación obtenidos son transformados catalíticamente con amoniaco y en la fase gaseosa a continuación, sin enfriamiento ni aislamiento en benzonitrilo.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se conduce los productos de oxidación con amoniaco, a temperaturas comprendidas entre 360 y 500°C, sobre gel de sílice.
15. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la naftalina es oxidada catalíticamente con aire y en la fase gaseosa, según métodos en sí conocidos y porque a continuación a ello, los productos de oxidación son conducidos sin enfriamiento ni aislamiento con amoniaco, en la fase gaseosa y a temperaturas comprendidas entre 360 y 500°C, preferentemente a 390 - 420°C, sobre gel de sílice.
20. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se conduce los productos de oxidación con amoniaco sobre el así llamado gel de sílice de poros anchos con un peso a granel de debajo de 0.5.
- 25.



223343

5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque particularmente cuando se emplea naftalina técnica como material de partida, se encuentra en el tubo reaccional inmediatamente después de la fase de oxidación una substancia que adsorbe los óxidos del azufre, como carbonato sódico sobre piedra pómez.

6. Procedimiento para la preparación continua de benzonitrilo.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de siete hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Barcelona para Madrid, a 8 de Junio de 1956

CIBA, Sociéte Anonyme

p.a.