



17

276581 276581

MEMORIA DESCRIPTIVA  
de una Patente de Invención a nombre de:  
KNAPSACK-GRIESHEIM AKTIENGESELLSCHAFT, de  
nacionalidad alemana, domiciliada en KNAPSACK  
bei Köln (Alemania); por "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE NITRILOS NO SATURADOS".

0--0--0--0--0--0--0--0--0

5 El presente invento se refiere a un procedimiento para la fabricación de nitrilos no saturados a partir de olefinas por reacción catalítica con amoníaco y oxígeno en la fase gaseosa. El presente invento concierne en particular a la fabricación de nitrilo del ácido acrílico a partir de propileno, y de nitrilo del ácido metacrílico a partir de isobutileno.

10 La reacción oxidante de olefinas con amoniaco a nitrilos es ya conocida desde hace algún tiempo. También se han encontrado ya catalizadores técnicamente útiles, los cuales dan buenos rendimientos, altos porcentajes de transformación y son de capacidad elevada. Así, según la solicitud de patente española 272.788, se creó un catalizador que contiene óxido de hierro, óxido de bismuto y óxido de



molibdeno, y que puede emplearse ventajosamente en un lecho fluidizado ó de remolino.

15 Sin embargo, el inconveniente de estos catalizadores estriba en su elevado precio, estipulado principalmente por el contenido de óxido de bismuto. Así, la parte del coste del óxido de bismuto en un catalizador de la clase citada es como de dos tercios del coste de los componentes oxidantes activos. Además, en el trato con sales  
20 de bismuto, hay que tener presente sus propiedades fisiológicas.

Por las razones apuntadas, la preparación y recuperación de esta clase de catalizadores tienen que responder a altas exigencias. Con el ventajoso método de trabajo en el lecho de remolino, por ejemplo, existe siempre un cierto desgaste por roce. Estas porciones en  
25 forma de polvo tienen que separarse, y al bismuto que contienen hay que recuperarlo lo más cuantitativamente posible por intermedio de una disgregación, para lo cual se necesita ácido y aparatos adicionales.

Se ha descubierto ahora que los catalizadores exentos de  
30 bismuto, de composición adecuada, pueden suministrar también altos rendimientos, altos porcentajes de transformación y son de capacidad elevada. Estos eficientes catalizadores son combinaciones de óxidos de los elementos de transición con óxido de molibdeno. Estos catalizadores contienen, además, un material de soporte, de preferencia ácido  
35 silícico. Como elementos de transición se emplean, en particular, los elementos del primer período de transición, tales como Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu y Zn, habiéndose acreditado especialmente los elementos del grupo del hierro Fe, Co y Ni, así como también V, Cr y Mn. En los catalizadores sugeridos por el invento, estos metales existen  
40 en forma de sus óxidos juntamente con óxido de molibdeno, individualmente o en combinación. De preferencia se usan catalizadores que se componen de óxido de hierro y/u óxido de níquel y óxido de molibdeno,

276581



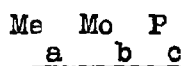
45 y, en caso dado, de otro óxido más de un metal de transición sobre un material de soporte. No obstante, el ámbito del procedimiento sugerido por el invento no está limitado a los catalizadores que contienen hierro o níquel.

Un componente más que pueden tener los catalizadores es el pentóxido de fósforo.

50 Los óxidos están precipitados sobre un material de soporte de preferencia sobre ácido silícico. Sin embargo, pueden emplearse también otros materiales inertes, tales como piedra pómez molida, escoria esponjosa, kieselgur, óxido de aluminio o alúmina. El contenido de sustancia de soporte es relativamente alto y por lo tanto se consigue una resistencia suficiente para la aplicación en un lecho de remolino.

55 El procedimiento sugerido por el invento ofrece la singular ventaja de que se puede desistir en gran parte de la recuperación del catalizador usado en el curso de procedimiento o desprendido en forma de polvo de un lecho de remolino, pues los catalizadores de contacto en que se basa el procedimiento sugerido por el invento, por ejemplo un catalizador de óxido de hierro-óxido de níquel-óxido de mo libdeno de aplicación particularmente ventajosa, son de un precio mucho más barato que los que contienen bismuto.

65 La composición de la mezcla de óxidos activa puede variar dentro de amplios límites. Si suprimiendo el componente de oxígeno se representa esta composición por la fórmula general



70 en la que a, b y c son el número respectivo de átomos, pueden ascender entonces a = 1 hasta 20, b = 1 hasta 10, c = 0 hasta 3, en tanto que Me representa uno o varios metales del primer período de transi-



ción del sistema periódico de los elementos, de preferencia hierro y/o níquel, si bien el respectivo metal no pasa ahí de un valor de  $a = 10$ .

75 Los componentes activos pueden aplicarse sobre el material de soporte de cualquier forma conocida, por ejemplo por concentración de soluciones de las correspondientes sales con una solución coloidal o suspensión de dicho material de soporte. Como sales de metal se emplean, por ejemplo, los correspondientes nitratos, eventualmente en solución nítrica, o las sales amónicas. En lugar de molibdato amónico 80 puede emplearse también óxido de molibdeno, ácido molíbdico, o bien ácido fosfonolíbico. El pentóxido de fosforo suele agregarse generalmente en forma de ácido fosfórico concentrado. El ácido silícico se introduce en la solución en forma coloidal, o bien gel de sílice como 85 material de soporte en trozos de un diámetro aproximadamente desde 2 a 4 mm. La masa catalizadora se sinteriza finalmente a temperaturas de unos 300° hasta 800°C de preferencia a unos 450° hasta 700°C. La cantidad de material de soporte, referida al catalizador terminado, asciende a 30 hasta 95 % en peso, de preferencia 50 hasta 80 % en peso.

90 La gran actividad de los nuevos catalizadores se pone de manifiesto en las temperaturas de trabajo más bajas en comparación con procedimientos ya conocidos. En el procedimiento sugerido por el invento se trabaja entre 300° y 465°C, de preferencia entre 350° y 450°C.

95 Los catalizadores se emplean principalmente en estado movido, en forma de un lecho fluidizado ó de remolino y en granos de un tamaño desde 0,01 hasta 1,0 mm de preferencia desde 0,05 hasta 0,5 mm de diámetro. No obstante se puede trabajar también en el lecho sólido.

Según el procedimiento sugerido por el invento se consiguen altos rendimientos y elevados porcentajes de transformación unidos a

276581



100 una gran capacidad de contacto, lo cual no se podía lograr hasta ahora más que con los costosos catalizadores que contienen bismuto, según solicitud de patente española 272.788. Si para definir la capacidad de contacto se designa como capacidad de volumen la expresión:

105 
$$\frac{\text{Cantidad formada de nitrilo en g}}{\text{Litros catalizador . tiempo en horas}} = \frac{\text{g}}{\text{litros. hora}} \text{ Nitrilo}$$

y como capacidad de los componentes, la expresión

$$\frac{\text{Cantidad formada de nitrilo en kg}}{\text{Componente activo en kg. tiempo en horas}} = \frac{\text{kg}}{\text{kg. h}} \text{ Nitrilo}$$

110 las capacidades de volumen ascienden según el procedimiento sugerido por el invento a 70 hasta 120  $\frac{\text{g}}{\text{l. h}}$  de nitrilo del ácido acrílico,

y la capacidad del componente, a 0,5 hasta 1,3  $\frac{\text{kg}}{\text{kg MoO}_3 . \text{h}}$

de nitrilo del ácido acrílico trabajando a presión normal. Estas capacidades corresponden a un buen aprovechamiento del catalizador, en particular del óxido de molibdeno que contiene el mismo.

115 La alta actividad del catalizador vá acompañada de una gran selectividad, la cual se traduce en altos rendimientos y elevados porcentajes de transformación, no descritos hasta ahora para los catalizadores exentos de bismuto. Así, con el empleo de propileno, los rendimientos en productos aprovechables y utilizables, o sea en nitrilo del  
120 ácido acrílico, acetonitrilo y ácido cianhídrico, señalados en lo sucesivo como nitrilos totales, ascienden, referidos al propileno empleado, a más del 80 % y, referidos al amoniaco empleado, a más del 90 %. Los rendimientos están definidos ahí de la siguiente manera:

Rendimiento, referido a propileno,

125 
$$\text{en \%} = \frac{\text{Moles carbono en nitrilos formados.}}{\text{Moles de propileno transformado.}} \cdot 100$$



276581

17 AD

Rendimiento referido a moniacó,

$$\text{en \%} = \frac{\text{Moles nitrógeno en nitrilos formados}}{\text{Moles de amoniaco transformado}} \cdot 100$$

130

Como transformación se designa, como de costumbre, la relación de los moles transformados de propileno, o bien de amoniaco, a moles introducidos de propileno, o bien de amoniaco, expresada en tantos por ciento.

135

Según el procedimiento sugerido por el invento, las transformaciones pueden ascender, de acuerdo con los buenos rendimientos, a más del 90 %. La singular ventaja de este método de trabajo estriba por consiguiente, en que se puede desistir de un retorno de las partes de propileno y de amoniaco que no han reaccionado. Por ejemplo, del gas que se desprende del recipiente de reacción se puede separar corrientemente nitrilo del ácido acrílico, acetonitrilo y ácido cianhídrico por un lavado con ácido sulfúrico diluido, en cuyo caso se neutraliza el amoniaco. El gas de escape lavado se puede desechar. Tan solo contiene todavía pequeñas cantidades de propileno. La presión a la que se realiza la reacción no es particularmente decisiva. Influye la misma un poco en las capacidades del catalizador. Si se quieren aumentar estas últimas por encima de los valores señalados más arriba, puede trabajarse entonces con una ligera sobrepresión. Sin embargo, la principal ventaja del procedimiento sugerido por el invento consiste en que a presión normal se pueden conseguir ya unas capacidades del catalizador extraordinariamente grandes. De ordinario se trabaja entre 0,3 y 10 atm. abs., de preferencia entre 1 y 3 atm. abs.

145

150

155

El tiempo de permanencia de la mezcla gaseosa en el recipiente de reacción puede oscilar dentro de ciertos límites, aún cuando con un método de trabajo en el lecho de remolino no es aquella ninguna variable independiente. Se ha evidenciado más bien como ventajoso el que



en el procedimiento sugerido por el invento, dicho lecho sea movido por la mezcla gaseosa que penetra rápidamente, de preferencia con tal intensidad que se llegue al límite de salida del catalizador.

160 Para cada diámetro de grano, este límite de salida existe en una determinada velocidad de circulación de la mezcla gaseosa. Para mayor aclaración hay que decir que se puede graduar ahora una velocidad del gas a la que se llega, y se sobrepasa, al límite de salida para una parte del catalizador, mientras que para la otra parte no se alcanza todavía dicho límite. Se descubrió que trabajando con estas con  
165 diciones, en el límite de salida se pueden alcanzar ya muy buenos rendimientos y capacidades del catalizador, ya que entonces es muy bueno el intercambio de calor y de materia en el lecho de remolino. Por otra parte se evacua relativamente poca sustancia catalizadora, y el desgaste por roce es menor que a velocidades del gas comparativamente mayores todavía, en las que el catalizador está sometido por completo a un  
170 transporte neumático por el recipiente de reacción.

Así pues, si para conservar el estado de remolino particularmente ventajoso para la realización del procedimiento se necesita una determinada velocidad de circulación del gas, se puede variar el tiempo  
175 po de permanencia únicamente mediante una variación de la altura del lecho de remolino o por la correspondiente dilución de la mezcla reactante con gases inertes. Tomando en consideración estas condiciones se puede variar en todo momento el tiempo de permanencia. Se ajustaron tiempos de permanencia entre 0,2 y 50 segundos, de preferencia 0,5 y  
180 20 segundos.

La composición de la mezcla gaseosa que se emplea para alimentar el recipiente de reacción puede variar dentro de amplios límites. La relación de amoniaco a hidrocarburo olefínico oscila convenientemente entre 1,0 y 1,5 para suprimir la formación de aldenidos no saturados.



185

La relación de oxígeno a hidrocarburo olefínico oscila preferentemente entre 1,5 y 2,5 pudiendose introducir aquí el oxígeno en forma de aire.

190

Ha resultado también conveniente agregar a la mezcla reaccionante gases inertes, tales como nitrógeno, hidrocarburos saturados, vapor de agua o anhídrido carbónico, en donde el método que emplea vapor de agua y/o anhídrido carbónico ha dado resultados particularmente satisfactorios.

195

En detalle, el procedimiento para la fabricación de nitrilos no saturados a partir de olefinas por reacción con oxígeno y amoniaco en catalizadores según el presente invento, consiste en tratar el hidrocarburo olefínico, de preferencia con una cantidad molar de oxígeno 1,5 hasta 2,5 veces mayor por ejemplo en forma de aire, así como con amoniaco, de preferencia con la cantidad molar aproximadamente 1,0 hasta 1,5 veces mayor, a temperaturas entre unos 300° y 465°C y con presiones entre unas 0,3 y 10 atm. abs en presencia de un catalizador compuesto de una mezcla de óxidos, de los elementos de la composición general  $Me_a Mo_b P_c$ , en donde a, b, c representan el número pertinente de átomos y pueden ser a = 1 hasta 20, b = 1 hasta 10 y c = 0 hasta 3, mientras que Me representa uno o varios metales del primer período de transición del sistema periódico de los elementos en particular vanadio, cromo, manganeso, hierro, cobalto y/o níquel, en donde sin embargo el metal respectivo no puede pasar de un valor de a = 10.

200

205

210

El catalizador va aplicado de preferencia sobre una sustancia de soporte, pudiendo emplearse para este fin el ácido silícico, y en caso dado también otros materiales inertes, tales como piedra pómez molida, escoria esponjosa, kieselgur, óxido de aluminio, alúmina o cosa parecida, o mezclas de estas sustancias. La



215 cantidad de este último asciende aproximadamente al 30 hasta 95 % en peso, de preferencia 50 hasta 80 % en peso, referido al catalizador terminado, el cual se aplica en tamaños de grano aproximadamente de 0,01 hasta 1,0mm, de preferencia entre unos 0,05 y 0,5 mm.

220 Según el invento durante la reacción se trabaja principalmente a presión normal o ligera sobrepresión hasta unas 5 atm. abs. y temperaturas entre unos 350° y 450°C. El tiempo de permanencia de la mezcla gaseosa de olefina-aire-amoniaco sobre el catalizador oscila entre unos 0,2 y 50 segundos, de preferencia entre unos 0,5 y 20 segundos. Una parte del aire o del oxígeno puede introducirse también con carácter secundario en la zona de reacción. La relación de volúmen de hidrocarburo olefínico; amoniaco: aire es, por ejemplo, aproximadamente 1: 1 : 7,5 hasta 1 : 1 : 12.

230 En el procedimiento según el invento se trabaja de preferencia en presencia de gases inertes o bien de diluentes, por ejemplo tales como vapor de agua, anhídrido carbónico, nitrógeno o hidrocarburos saturados. Por mol de hidrocarburo olefínico se han agregado a la mezcla reaccionante como diluyente, por ejemplo unos 0 a 20 moles de agua en forma de vapor de agua.

235 Según el invento se trabaja de preferencia en el reactor de lecho fluidizado o de remolino. Trabajando en el lecho de remolino se mantiene una velocidad de circulación, la cual se halla en proximidad del límite de salida del catalizador.

Para la fabricación de nitrilo del ácido acrílico se introduce propileno y, para la de nitrilo del ácido metacrílico, isobutileno.

240 Para la realización del procedimiento sugerido por el invento no es necesario emplear un determinado tipo de reactor. Sin embargo se han acreditado principalmente dos formas de realización que se



describen seguidamente a base de los dibujos.

245 La forma de realización según la figura 1 consiste en un recipiente de reacción con retorno interior del catalizador evacuado del lecho de remolino. La mezcla de partida pasa por el conducto de entrada 17 por intermedio del fondo filtrante 2 para llegar al tubo de reacción 3, en el que la sustancia catalizadora 4, en estado  
250 suelto, llega aproximadamente hasta el límite de altura 5. El gas pone en remolino al catalizador y le arrastra consigo hasta el recipiente estabilizador 6 que, frente al tubo de reacción 3, tiene sección transversal libre ensanchada aproximadamente en la relación 1:5 endonde se reduce la velocidad del gas y no se alcanza la velocidad  
255 de salida, prácticamente para todos los tamaños de grano, por lo que el catalizador vuelve a caer en el tubo de reacción 3. Las pequeñas cantidades del catalizador que ha quedado sin retornar, principalmente en forma de polvo, se precipitan en el ciclón 7 y a través del tubo vertical 8 retornen al citado tubo de reacción 3. El extremo inferior del tubo vertical 8 está protegido por la copa 9  
260 para impedir que el gas suministrado por el conducto 17 pase a través de 8 desde abajo. El gas abandona el ciclón 7 por el conducto de escape 10.

265 El tubo de reacción 3 es conservado en la temperatura de reacción deseada, y el recipiente estabilizador 6 y el conducto 10 para el gas de escape se mantienen a unos 300°C. A todo lo largo del tubo 3 se han distribuido tubuladuras 11 para termoelementos, para la medida de presión así como para la introducción de más cantidades de gas. Para la derivación del calor de la reacción exotérmica se han previsto cambiadores de calor 12, los cuales pueden ser cargados  
270 de un transmisor de calor mediante la bomba 16 a través del conducto de circulación 13. Con ayuda de este mismo sistema circulatorio se puede poner también en marcha la reacción por calentamiento. El ca-



lor se evacua del circuito por medio del refrigerador 14 y, la  
aportación del calor se hace a través del calentador 15, los cuales  
pueden aplicarse a elección.

En la forma de realización según la figura 2, el cataliza-  
dor retorna por el exterior, La mezcla de partida pasa a través del  
conducto de alimentación 17 existente en la parte estrecha 2 y pene-  
tra en el tubo de reacción 3, donde pone en remolino al catalizador  
4 que, en estado suelto llega aproximadamente hasta el límite de al-  
tura 5, y lo transporta parcialmente hasta el separador 6. Desde este  
separador 6 de tipo ciclón, el catalizador desciende por el tubo ver-  
tical 7. En este tubo 7 el catalizador llega aproximadamente hasta el  
límite de altura 8. La corriente gaseosa que entra por el lugar 2 y  
pasa balbuciente por el catalizador, se encarga de que este último  
retorne desde el tubo vertical 7 hasta el tubo de reacción 3 por in-  
termedio del arco comunicante 9. Desde el separador 6 el gas entra  
en el ciclón 10, donde quedan retenidas las últimas partes constitu-  
yentes del catalizador y retornan al circuito a través del tubo ver-  
tical 11 que, dentro del tubo vertical 7 citado en primer lugar, pe-  
netra por 19 y se sumerge en el catalizador. Los gases de escape  
salen por el conducto 18.

En el tubo de reacción 3 se han colocado tubuladuras 12  
para termoelementos, mediciones de presión y para la introducción  
de más cantidades de gas. Con el concurso del circuito transmisor  
de calor 13 con bomba 20 se puede evacuar calor del tubo de reacción  
3 a través de los elementos de intercambio térmico 14, o bien poner  
en marcha la reacción por calentamiento. La refrigeración del trans-  
misor de calor puede llevarse a cabo por el refrigerador 15 y, el  
calentamiento, mediante el calentador 16.

276581



EJEMPLO 1:

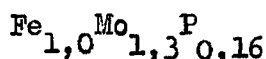
Un catalizador de óxido de hierro-óxido de molibdeno se prepara de la siguiente manera:

305 365 g de nitrato de hierro (III)  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$  y 208 g de paramolibdato amónico  $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$  se disuelven en agua y se mezclan con 2700 g de una solución acuosa al 14 % de ácido silícico coloidal. Después de la adición de  $10 \text{ cm}^3$  de ácido fosfórico al 85 % se concentra la mezcla por evaporación hasta que se vuelve pastosa. La masa se seca primero durante 16 horas a  $150^\circ\text{C}$  y, a continuación 310 se la calcina durante 16 horas a  $550^\circ\text{C}$ . El contacto calcinado se muele y se le criba en el tamaño de grano deseado.

El catalizador preparado de esta manera tiene la siguiente composición:

315 11,45 % en peso  $\text{Fe}_2\text{O}_3$   
26,9 % en peso  $\text{MoO}_3$   
1,65 % en peso  $\text{P}_2\text{O}_5$   
60,0 % en peso  $\text{SiO}_2$

La relación de los componentes activos responde a la fórmula



320 EJEMPLO 2:

Un catalizador de óxido de hierro-óxido de níquel-óxido de molibdeno se prepara de la siguiente manera:

325 730 g de nitrato de hierro (III)  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$  y 317,5 g de paramolibdato amónico  $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$  y 262 g de nitrato de níquel  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  se disuelven en agua y se les mezclan con 5260 g de una solución acuosa al 14 % de ácido silícico coloidal. Después de la adición de  $20 \text{ cm}^3$  de ácido fosfórico al 85 % se concentra la suspensión por evaporación hasta que se obtiene una consistencia pastosa.

276581



330

La masa catalizadora se seca durante 16 horas a 150°C y, a continuación se la calcina durante 16 horas a 550°C. Seguidamente se muele el catalizador y se le criba en el tamaño de grano deseado.

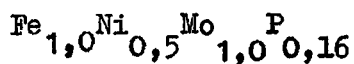
El catalizador terminado tiene aproximadamente la siguiente composición:

335

- 11,7 % en peso  $Fe_2O_3$
- 5,5 % en peso NiO
- 21,1 % en peso  $MoO_3$
- 1,7 % en peso  $P_2O_5$
- 60,0 % en peso  $SiO_2$

y la composición de sus componentes activos responde a la fórmula

340



EJEMPLO 3:

345

Del catalizador descrito en el ejemplo 1 se cribó un tamaño de grano de 0,1 a 0,2 mm. El peso específico aparente era de 0,665 g/cm<sup>3</sup>. 1,10 litros de este catalizador se echaron en un reactor de lecho de remolino según la Figura 1, cuyo tubo de reacción tenía unos 5 m de longitud y una sección transversal libre de unos 15 cm<sup>2</sup>.

El recipiente de reacción fué mantenido a 425°C, y a través de un premezclador se introdujeron las siguientes cantidades de gas:

350

- 1100 l/h de aire
- 140 l/h de propileno
- 140 l/h de amoniaco
- 680 l/h de vapor de agua

(los volúmenes se midieron a 25°C y 760 Torr).

276581



355

La velocidad de circulación de la mezcla gaseosa ascendió en el tubo de reacción a unos 90 cm/seg y, el tiempo de permanencia fué de unos 5,5 seg. Estos valores valen para el tubo vacío, o sea que no son más que los valores aparentes.

360

Para la determinación del tanto por ciento de transformación y del rendimiento se procedió a enfriar el gas de escape de forma en sí conocida, a lavarlo con ácido sulfúrico 2 n acuoso, y los productos disueltos, o sea el ácido cianhídrico, acetonitrilo y nitrilo del ácido acrílico se separaron juntamente de la solución sulfúrica por destilación. Por retitulación del ácido sulfúrico se determinó el contenido de amoniaco no transformado. Por métodos analíticos corrientes se examinó el gas de escape del lavado con ácido sulfúrico para ver los constituyentes que contenía.

365

Se obtuvieron 181 g/h de un destilado bruto con los siguientes constituyentes principales:

370

- 61,3 % en peso de nitrilo del ácido acrílico
- 1,6 % en peso de acetonitrilo
- 26,3 % en peso de ácido cianhídrico
- 10,6 % en peso de agua

375

En el gas residual había 45 g de anhídrido carbónico y 27 g de óxido carbónico.

La transformación, referida al propileno empleado, fué del 59,5% y, referida al amoniaco empleado del 72%.

Los rendimientos, referidos al propileno transformado o al amoniaco transformado, fueron:



27078



En el gas residual existían 41 g de anhídrido carbónico y 25 g de óxido carbónico.

La transformación, referida al propileno empleado, fué del 71,5% y, referida al amoniaco empleado del 86%.

410

Los rendimientos, referidos al propileno transformado, o al amoniaco transformado, fueron

	<u>ref. a Propileno</u>	<u>ref. a Amoniaco</u>
Nitrilo del ácido acrílico	66,1	55,3
Acetonitrilo	4,8	6,0
415 Acido cianhídrico	14,1	35,5
<b>Total</b>	<b>85,0</b>	<b>96,8</b>

Calculado para el nitrilo del ácido acrílico formado, las capacidades del catalizador ascendieron a:

Capacidad de volumen	102	g/l . h
420 Capacidades de componentes	0,93	kg/kg MoO <sub>3</sub> . h
	3,55	kg/kg NiO . h

                    N O T A                    

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

425 1.- Procedimiento para la fabricación de nitrilos no saturados, caracterizado porque al hidrocarburo olefínico se le trata con una cantidad molar de preferencia 1,5 a 2,5 veces mayor, de oxígeno, por ejemplo en forma de aire, así como con amoniaco, de preferencia una cantidad molar aproximadamente 1,0 a 1,5 veces mayor, a temperaturas entre 300° y 465° C y presiones entre unas

276581



7 ABR

430

0,3 y 10 atm.abs. en presencia de un catalizador, compuesto de una mezcla de óxidos de los elementos de la composición general  $Me_a Mo_b P_c$ , en donde a, b, y c significan el pertinente números de átomos y, pueden ser a = 1 a 20, b = 1 a 10 y c = 0 a 3, mientras que Me representa uno o varios metales del primer período de transición del sistema periódico de los elementos, en particular vanadio, cromo, manganeso, hierro, cobalto y/o níquel, aún cuando el metal respectivo no puede ahí pasar de un valor de a = 10.

435

440

2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque el catalizador es aplicado sobre una sustancia de soporte.

445

3.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque como material de soporte se emplea ácido silícico y en caso dado, también otros materiales inertes, tales como piedra pómez molida, escoria esponjosa, kieselgur, óxido de aluminio, alúmina o cosa parecida, o mezclas de estas sustancias.

450

4.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque la cantidad de material de soporte es, aproximadamente, del 30 al 95 % en peso, de preferencia del 50 al 80% en peso, referido al catalizador terminado.

455

5.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque el catalizador se emplea en tamaños de grano de unos 0,01 a 1,0 mm de preferencia de unos 0,05 a 0,5 mm.

6.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque se trabaja a presión normal o con ligera sobrepresión hasta unas 5 atm.abs y a temperaturas entre unos 350° y 450° C.

7.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque el tiempo de permanencia de la mezcla gaseosa de olefina-aire-amoniaco sobre el catalizador, oscila entre



460 unos 0,2 y 50 segundos, de preferencia, entre unos 0,5 a 20 segundos.

8.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque una parte del aire, o bien del oxígeno, se suministra con caracter secundario a la zona de reacción.

465 9.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque la relación de volúmen de hidrocarburo olefínico: amoniaco: aire es aproximadamente 1 : 1 : 7,5 hasta 1 : 1 : 12.

470 10.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque se trabaja en presencia de gases inertes, o bien, de diluentes, por ejemplo tales como vapor de agua, anhídrido carbónico, nitrógeno o hidrocarburos saturados.

475 11.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque por mol de hidrocarburo olefínico se agregan como diluyente a la mezcla reaccionante, aproximadamente 0 a 20 moles de agua en forma de vapor de agua.

12.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque se trabaja de preferencia en el reactor de lecho fluidizado o de remolino.

480 13.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque trabajando en el lecho de remolino, se mantiene una velocidad de circulación que queda en proximidad del límite de salida del catalizador.

485 14.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque para la fabricación de nitrilo del ácido acrílico se emplea propileno.

276581



15.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque para la fabricación de nitrilo del ácido metacrílico se emplea isobutileno.

490

16.- PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE NITRILOS NO SATURADOS.

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva que consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola cara y de sus correspondientes dibujos.

Madrid, 17 ABR. 1962

CARLOS FERNANDEZ CANDELA  
P. P.

276581

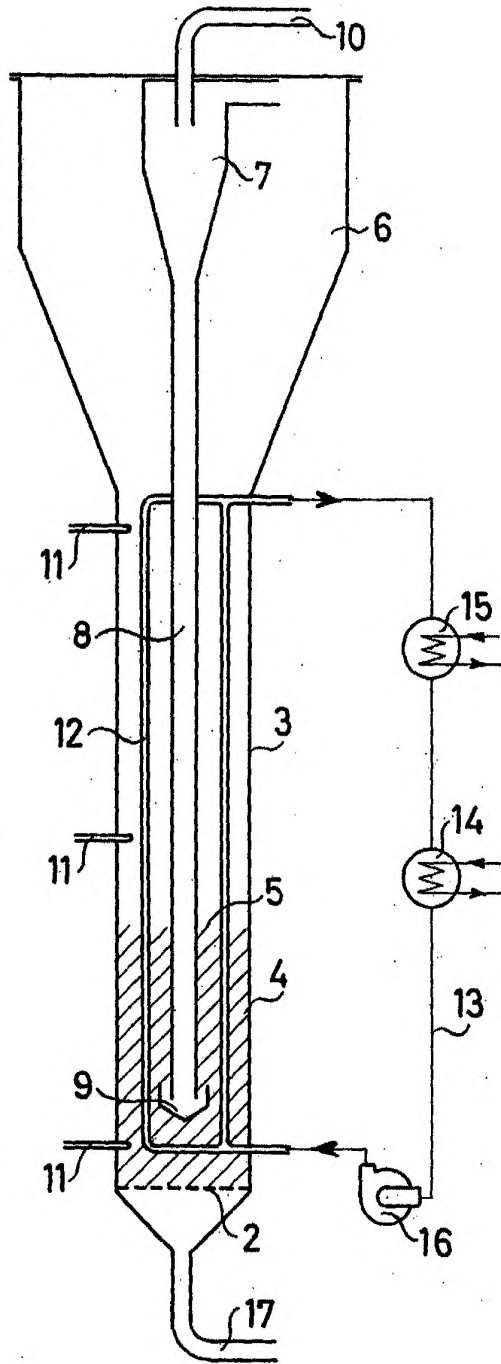


Fig. 1

Escala variable

Madrid, 17 de Abril de 1962.

CARLOS FERNANDEZ GARCIA

C. P.

276581

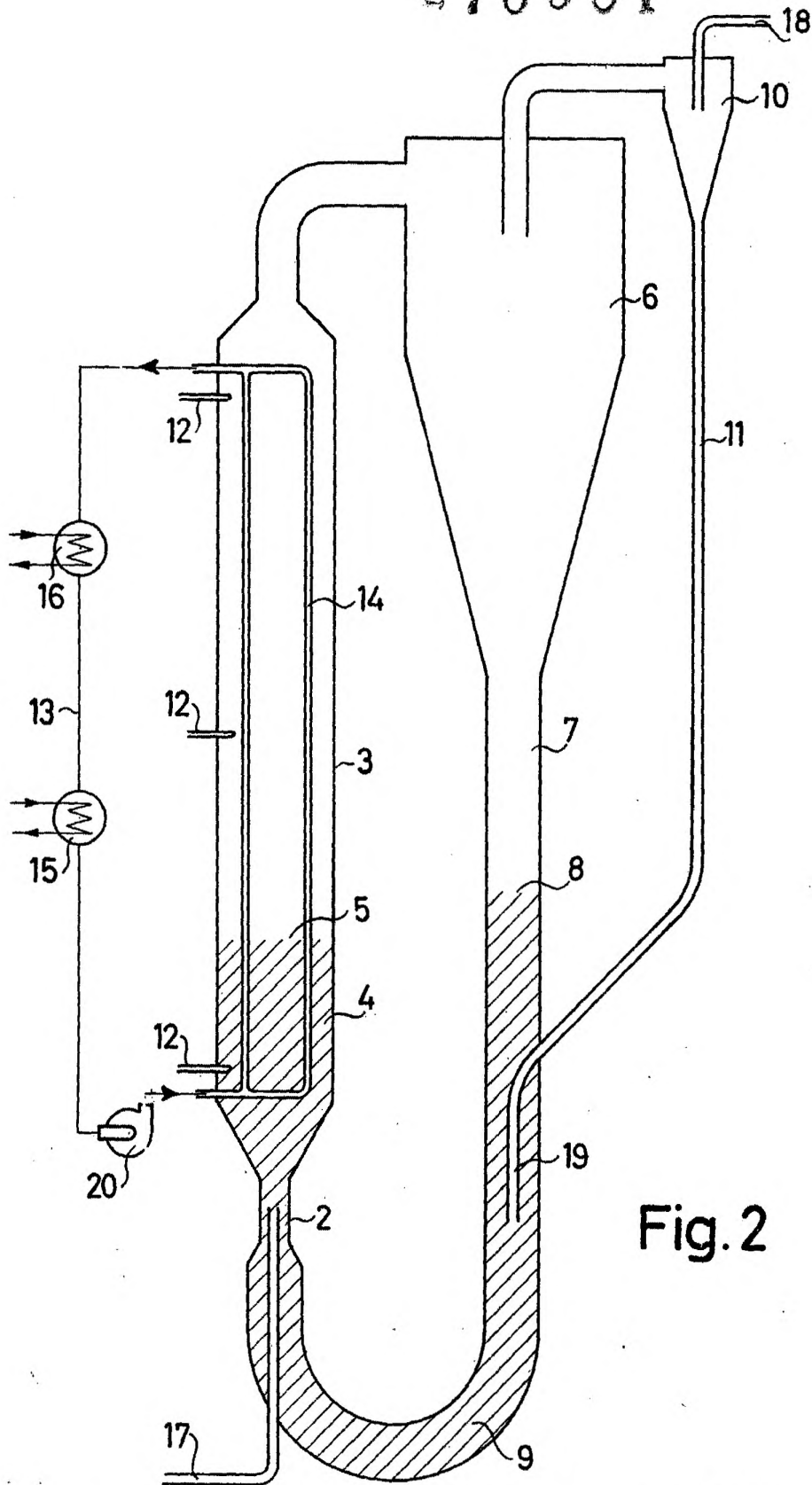


Fig. 2

Escala variable

Madrid, 17 de Abril de 1962.

CARLOS FERNANDEZ BANDELAS  
P. P.