

339228



134

C07C 51/255

PATENTE DE INVENCION

que por veinte años, para España y sus posesiones, se solicita a favor de la firma CHEMIEBAU DR. A. ZIEREN GMBH & Co.KG, entidad alemana, residente en KOLN (ALEMANIA), por: "MEJORA INTRODUCIDA EN EL PROCEDIMIENTO PARA LA OXIDACION EN ESTADO VAPORIZADO CON HIDROCARBUROS AROMATICOS".-

Memoria descriptiva

Cuando se conduce una mezcla de aire e hidrocarburos aromáticos vaporizados a través de un catalizador de oxidación, se obtiene en condiciones de reacción y con materias primas iniciales adecuadas valiosos productos; como por ejemplo, anhídrido ftálico o anhídrido maleico. Es conocido realizar tales oxidaciones en contactos tubulares o contactos de rejillas.

La presente invención se refiere a una mejora introducida en el procedimiento mediante contactos de rejillas. Entre las sendas rejillas, la mezcla de reacción debe ser refrigerada. Es corriente refrigerar o indirectamente con cambiadores térmicos o mezclar con el caliente flujo de gas aire y agua o incluso hidrocarburos y refrigerar así directamente. El desarrollo relativamente fuerte de calor y el estrecho margen de temperatura en que puede obtenerse un buen volumen de producción, exigen un gran



15 número de rejillas, contrario a otras oxidaciones catalíticas, -  
como por ejemplo, en la producción de  $SO_3$ .

La refrigeración directa con aire da por resultado un  
volumen de gas innecesariamente grande, resultando nocivo el vo-  
lumen de producción debido a las elevadas pérdidas de gases de -  
20 escape. La refrigeración directa por agua ocasiona dificultades  
del producto  
en la condensación de la oxidación.

La refrigeración directa fué realizada hasta el presen-  
te de tal manera, que el calor fué transferido a un elemento in-  
termedio y aprovechado para otros fines. Para el precalentamien-  
25 to del flujo de gas que entra en el contacto de rejillas, fué --  
propuesto un intercambio térmico con los gases que salen del con-  
tacto. Esto tiene, sin embargo, el inconveniente de que no se pue-  
de precalentar a la temperatura suficiente, porque, en interés de  
un buen volumen de producción deben mantenerse en las últimas re-  
30 jillas temperaturas bajas. Según el estado de la técnica conoci-  
do hasta el presente, se consideraba necesario limitar el aumen-  
to de la temperatura en cada rejilla a  $25^\circ$  hasta  $35^\circ$ , de modo que  
no existía deseo de aprovechar el calor disponible entre las re-  
jillas para el precalentamiento del gas que entra en el aparato  
35 de contacto.

Se ha encontrado ahora, que en las primeras rejillas -  
puede admitirse, mientras que no se reaccionara más de 50 % ---  
aproximadamente, aumentos de temperatura de  $50^\circ$  hasta  $60^\circ$ , sin -  
perjudicar el volumen de producción. De este modo resultaba posi-  
40 ble precalentar el gas de entrada con cambiadores térmicos situa-  
dos entre las primeras rejillas. En estos cambiadores térmicos -ge-  
neralmente basta cada vez un cambiador detrás de la primera has-  
ta cuarta rejilla- el gas que se ha de oxidar es precalentado has-  
ta la temperatura de puesta en marcha del catalizador. Esta debe  
45 alcanzar en los conocidos catalizadores que contienen vanadio --  
 $350^\circ$  aproximadamente. Entre las rejillas de contacto que se ha--



llen a continuación, el calor es transferido, por ejemplo, de modo conocido sobre difilo o aprovechado para otros fines. Según invención, se obtiene de esta manera un precalentamiento muy bueno con cambiadores térmicos relativamente pequeños. Era sorprendente que el conocido aumento máximo de temperatura de 35° en una rejilla pueda ser rebasado sin efecto perjudicial sobre el volumen de producción. Puesto que el precalentamiento del gas no se efectúa por el cambiador final de gas, es posible una reducción de la temperatura en las últimas rejillas a 355 hasta 365°, por lo que se obtiene un mejor volumen de producción comparado con los conocidos procedimientos, en que el gas de entrada es precalentado en el cambiador final hasta 350°. En cambio, el gas catalizado debe tener la temperatura de, al menos, 370°, mejor 380°, porque no resulte demasiado grande la superficie de intercambio térmico.

No es de importancia para la invención, si el gas de entrada fuera recalentado ya o no de otro modo antes de la entrada en los cambiadores térmicos. Esencial es el calentamiento en estos cambiadores entre las primeras rejillas hasta la temperatura para la puesta en marcha.

EJEMPLO: En la oxidación de o-xilol en anhídrido ftálico es precalentado aire hasta 148°, cargado con 40 gr de o-xilol por cada  $\text{Nm}^3$  y calentado más, por intercambio térmico con los gases que salen de la primera hasta cuarta rejilla de un aparato de contacto de rejilla, hasta 350°. Para las primeras 4 rejillas se determinan con sus cambiadores las siguientes temperaturas:

	Entrada °C	Salida °C	Gas en bruto	
			Entrada °C	Salida °C
75 1ª Rejilla cambiador térmico	350° 400	400 350	146	198
2ª Rejilla cambiador térmico	350 400	400 350	198	250
80 3ª Rejilla cambiador térmico	350 400	400 350	250	301
4ª Rejilla Cambiador térmico	350 400	400 350	301	350

339228

- 4 -



85 Siguen a continuación 7 rejillas en que se mantiene más reducido el aumento de temperatura de una rejilla a otra, como -- resulta de la siguiente tabla:

	Entrada	Salida	Aumento de temperatura
	°C	°C	°C
5ª rejilla	350	396	46
6ª rejilla	350	394	44
90 7ª rejilla	350	388	38
8ª rejilla	350	384	34
9ª rejilla	350	380	30
10ª rejilla	350	376	26
11ª rejilla	350	372	22
95 12ª rejilla	350	370	20
13ª rejilla	350	368	18
14ª rejilla	350	365	15

100 Después de la 14ª rejilla está finalizada la oxidación. El gas es refrigerado previamente de modo conocido en una caldera de vapor y llevado luego a separadores, de los cuales se obtiene el anhídrido ftálico.

105 Descrita suficientemente la naturaleza y alcance de la presente invención, se hace constar que en la misma, podrán ser variables los materiales, dimensiones y en general aquellos otros detalles accesorios o secundarios que no alteren, cambien ni modifiquen la esencialidad propuesta.

Los términos en que queda redactada esta memoria son ciertos y fiel reflejo del objeto descrito, debiéndose tomar en un sentido más amplio y nunca en forma limitativa.

#### 110 REIVINDICACIONES

Se reivindica como de la propia y nueva invención, la propiedad y explotación exclusiva de:

1ª.-Mejora introducida en el procedimiento para la oxidación en estado vaporizado con hidrocarburos aromáticos, en un contacto de



115 rejillas en que el gas de reacción es refrigerado entre las rejillas por intercambio térmico, caracterizada porque el gas que entra en el aparato de contacto es precalentado en los cambiadores térmicos entre las primeras rejillas hasta la temperatura de la  
120 las primeras rejillas de 50º hasta 60º, siendo las primeras rejillas aquellas en que el gas no ha reaccionado todavía hasta el 50%.

— 2ª.-Mejora introducida en el procedimiento para la oxidación en estado vaporizado con hidrocarburos aromáticos, según reivindicación 1ª, caracterizada porque el aumento de temperatura en las siguientes rejillas se reduce de rejilla a rejilla, teniendo en las  
125 últimas rejillas sólo 5º hasta 15º.

3ª.-"MEJORA INTRODUCIDA EN EL PROCEDIMIENTO PARA LA OXIDACIÓN EN ESTADO VAPORIZADO CON HIDROCARBUROS AROMÁTICOS".-

Consta la presente memoria descriptiva de cinco hojas numeradas y mecanografiadas por una sólapara.

MADRID, 13 DE ABRIL DE 1.967.-

RODOLFO DE LA TORRE ROSELLÓ

P. P.

Emilio García Arceaga