

342509 30 JUN 1966



342509

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: THE STANDARD OIL COMPANY.

RESIDENCIA: Midland Building, CLEVELAND 15.

..... Ohío, Estados Unidos.....

ENUNCIADO: "UN APARATO DE REACCION".

Prioridad: Patente Estadounidense n.º 566,878 del 21-7-1966.

342509

30 JUN 1967



1 El invento se refiere a la prevención de la descom-
posición del catalizador en la parte superior de un apa-
rato de reacción de catalizador sólido fluidificado y se
refiere más particularmente, a un aparato previsto que
5 evita substancialmente la descomposición y la acumulación
de catalizador encima de la entrada del ciclón en la par-
te superior de un aparato de reacción de catalizador só-
lido fluidificado.

10 Los aparatos de reacción por catalizador sólido flui-
dificado en los cuales un componente reactivo gaseoso es-
tá en contacto con un catalizador sólido fluidificado y
particularmente en los aparatos de reacción por amoxida-
ción sólida y por oxidación, utilizan comúnmente uno o
varios separadores del tipo ciclón de una ó más etapas.

15 Dichos ciclones, la tubería, el conjunto de los con-
ductos, y los elementos de soporte, presentan una gran
superficie sobre la cual se pueden acumular partículas
finas de catalizador o catalizador sólido en fase dilui-
da. Las superficies planas, horizontales, que existen en
20 la proximidad del aparato de reacción, están particular-
mente propensas a acumular cantidades importantes de ca-
talizador. El catalizador que se acumula en estas super-
ficies y particularmente el catalizador estancado o inmo-
vilizado, tiende a estar reducido químicamente debido al
25 contacto prolongado con los gases efluentes y esto tiene
varias consecuencias indeseables. El calor producido por
la reducción del catalizador y/o la reoxidación del cata-
lizador reducido, hace que el catalizador esté dañado
por pérdida de superficie, la cual es una característica
30 física importante del catalizador y hace también que su-

342509



1 fra daño de otras maneras. En algunos casos, las partícu
las finas de catalizador que se acumulan en la parte su-
perior del aparato de reacción, se funden y se aglomeran
5 en partículas de mucho mayor tamaño e incluso en grandes
trozos. Cuando el catalizador se funde, a menudo se vuel
ve pegajoso, haciendo que más catalizador en fase dilui-
da, situado en su proximidad se pegue a la superficie
fundida pegajosa y, contribuya al mismo efecto. Si este
proceso continua, la región entera del ciclón situada en
10 la parte superior o cabeza del aparato de reacción, pue-
de estar cargada de catalizador reducido y fundido. A ve
ces las vibraciones mecánicas hacen que unos trozos gran
des y pequeños del catalizador fundido situado en la ca-
beza del aparato de reacción, se separen y caigan dentro
15 de la capa de catalizador en fase densa del aparato de
reacción propiamente dicho. La presencia de dichas gran-
des piezas de catalizador en el aparato de reacción, dis-
torsiona frecuentemente el recorrido de la circulación
del flujo de gas y del catalizador, produciendo una falta
20 de eficacia en la conversión y en casos extremos, pro-
duciendo daños en la parte restante del catalizador.

El presente invento elimina los problemas indicados
más arriba.

25 El dibujo adjunto muestra, como ilustración del pre-
sente invento, la parte superior de un aparato de reac-
ción vertical, substancialmente cilíndrico, con capa de
catalizador fluidificado, construido de acero o de otro
metal apropiado, equipado con un ciclón de tres etapas,
teniendo cada etapa un ramal sumergido y una tubería de
30 efluente que conduce hacia fuera del aparato de reacción,

342509

30 JUN



1 a partir de la tercera etapa del ciclón. La concha del
aparato de reacción está equipada con una abertura y una
tubería destinada a un gas inerte de purificación y un
plano horizontal con una zona abierta está dispuesto jus-
5 tamente por encima de la bocina del ciclón de la primera
etapa. La zona abierta del plano horizontal, puede estar
situada en cualquier lugar, pero tiene que estar preferen-
temente algo alejada de la zona del ciclón.

10 El presente procedimiento incluye la instalación de
una placa horizontal de configuración plana a una cierta
altura dentro del aparato de reacción en la parte superior
o cerca de la parte superior de la bocina o de las bocinas
de la etapa primaria del ciclón. Este plano horizontal se
15 extiende esencialmente sobre la sección transversal abier-
ta entera del aparato de reacción y está sujeta estrecha-
mente alrededor de los ramales sumergidos, de los cuerpos
del ciclón y de las otras partes interiores. Otro aspec-
to de dicho invento incluye la previsión de un pequeño
porcentaje de superficie abierta en el plano horizontal,
20 preferentemente alejada de uno cualquiera de los ciclones,
de la tubería asociada, del conjunto de tuberías y de los
elementos de soporte. La posición exacta de dicha zona
abierta del plano horizontal, no es crítica, toda vez que
el volumen de gas encerrado en la cabeza del aparato de
25 reacción, esté en comunicación libre con el chorro de gas
principal del aparato de reacción.

30 Además un gas inerte de purificación está introduci-
do continuamente en la región situada por encima del
plano horizontal a un ritmo tal, que la velocidad lineal
media del gas de purificación, que pasa a través de la



1 zona abierta del plano horizontal dentro del aparato de
reacción propiamente dicho, sea del orden de 3 a 300 cms.
por segundo. La zona abierta del plano horizontal cubre
aproximadamente de 0,1 a 10% de la superficie transver-
5 sal total del aparato de reacción. En cualquier caso tie
ne que ser por lo menos lo bastante amplia para permitir
a la presión que existe entre el volúmen principal del
aparato de reacción y el volúmen por encima del plano ho
rizontal, igualar un cambio de presión del volúmen del
10 aparato de reacción principal sin producir una presión
diferencial durante el periodo de igualación que sea ma
yor de 350 g./cm².

Se ha descubierto que la utilización del presente
invento, evita el depósito, el estancamiento, la reduc-
15 ción y la fusión usuales del catalizador en la región del
aparato de reacción, situada por encima de las bocinas
del ciclón primario. De esta forma se eliminan los daños
costosos que sufre el catalizador y la puesta fuera de
servicio final del aparato de reacción, debido a la cai-
20 da de trozos de catalizador fundido en la fase densa de
la capa de catalizador fluidificado.

Aunque el invento que se trata pueda aplicarse con
ventajas a todos los aparatos de reacción de oxidación
por catalizador de hidrocarburo fluidificado, que inclu-
25 yen ciclones internos en la proximidad de la parte supe
rior, se aplica particularmente con ventajas a los apara
tos de reacción utilizados para la oxidación de las mez
clas de olefino-amoniaco de nitrilos no saturados (tales
como propileno-amoniaco en acrilonitrilo o isobutileno-
30 amoniaco en metacrilonitrilo), la oxidación de olefinos

342509



1 en aldeídos y de ácidos (tales como propileno en acrolei
na y de ácido acrílico o isobutileno en metacroleina y
ácido metacrílico) y la deshidrogenación oxidante de ole
finos en diolefinos (tales como buteno-1 en butadieno).
5 Se obtienen unas ventajas particularmente extraordina-
rias cuando el invento está puesto en práctica con cata-
lizadores que incluyen el elemento antimonio (tal como
el óxido de antimonio en combinación con uno o más ele-
mentos procedentes del grupo uranio, hierro, manganeso,
10 estaño, bismuto, cerio, torio, molibdeno, tungsteno, va-
nadio, telurio, selenio, etc.) y en particular los cata-
lizadores mencionados en las patentes USA núms. 3.200.084,
3.200.081, 3.198.750, 3.197.419 y 3.244.642.

15 En un modo preferido de realización, el invento es-
tá puesto en práctica de la manera siguiente:

(1) Un plano horizontal de placa de acero o de car
bón de 3,2 o 12,7 mm., está dispuesto encima de la sec-
ción transversal abierta del aparato de reacción a una
cierta altura sobre la parte superior de las bocinas del
20 ciclón primario. Está sujeto alrededor de los ramales su-
mergidos, de los cuerpos de los ciclones y de las demás
piezas internas, de tal forma que existe un espacio de
separación suficiente entre el plano y los elementos in-
ternos en cuestión, para que se pueda realizar la expan-
sión térmica y la contracción.

25 (2) Se han realizado otros agujeros en el plano
horizontal para que la zona abierta total (suma de los
espacios alrededor de los elementos y de los agujeros
adicionales), esté incluida entre 0,5 y 5% de la super-
ficie de la sección transversal del aparato de reacción.
30

342509



1 (3) Se ha previsto hacer entrar gas inerte proceden
te de un generador de gas inerte, dentro de la cabeza del
aparato de reacción por encima del plano horizontal, a un
ritmo tal, que la velocidad líneal media del gas inerte
5 que pasa a través de las zonas abiertas en el plano hori-
zontal, esté incluida entre los límites de 3 y 30 cms.
por segundo (calculados a la temperatura y a la presión
del aparato de reacción).

E J E M P L O

10 (A) En una reacción de control que se situa fuera
del alcance del presente invento, se ha preparado acrílo
nitrilo a partir de una mezcla de propileno, de aire y de
amoníaco en presencia de un catalizador de óxido de anti-
monio óxido-urano. El aparato de reacción era un tubo ci-
15 líntrico construido de acero con un diámetro de 300 cms.
y una altura de 15 metros aproximadamente. La profundidad
de la capa del catalizador, era de 6,6 metros bajo condi-
ciones estáticas y el catalizador era un catalizador sólido
fluidificado combinado de óxido de antimonio óxido-ura-
20 nio sobre un soporte de silicio que está descrito más con-
cretamente en la patente USA 3.198.750. El aparato de
reacción contenía unas placas horizontales perforadas de
bandejas de tamices, espaciadas a intervalos de 60 cms.
teniendo cada una de las bandejas de tamiz una superficie
25 abierta de 30% aproximadamente, con agujeros de 18 mm.
de diámetro, como se describe más concretamente en la pa-
tente USA núm. 3.230.246. La alimentación consistía en
propileno: aire: amoníaco en relación molar de 1: 10,5 -
11,5: 1,15 respectivamente. La temperatura de reacción
30 era de 493-504° C y se alcanzó una presión inicial de

342509



1 aproximadamente 1.120 - 1.260 g./cm² en la parte superior
del aparato de reacción. La parte superior del aparato de
reacción era equipada con un dispositivo mult ciclones
como se ve en el dibujo, con excepción de la placa hori-
5 zontal.

El ritmo de alimentación correspondía a una veloci-
dad líneal superficial de 45 cms. por segundo. La veloci-
dad líneal superficial del gas, está definida de la mane-
ra siguiente:

10 volúmen de gas de alimentación en cm³ por segundo
 superficie transversal del aparato de reacción en cm²
y se expresa en cms. por segundo.

La reacción se inició y se consiguió una conversión
total de 90-95% de propileno.

15 Una conversión inicial por cada etapa de propileno
en acrilonitrilo de 66-68%, ha sido obtenida. La reacción
se llevo a cabo continuamente durante aproximadamente
tres meses. Inicialmente se obtuvo una pérdida normal de
catalizador de aproximadamente 45 Kgs. por día en el efluen-
20 te y éste se repuso continuamente. Al finalizarse el pe-
riodo de funcionamiento de tres meses, las pérdidas apa-
rentes de catalizador, eran de 90,6-226,5 Kgs. por día
con un máximo de 45 Kgs. por día saliendo en el efluente.

25 La conversión por cada etapa de propileno en acril-
onitrilo, se rebajó también en la gama de 60-63% en este
momento y se produjeron temperaturas por encima de 541°
C en la parte superior del aparato de reacción. El fun-
cionamiento se dió por terminado y se encontró que la
30 región situada en la proximidad de los ciclones y parti-
cularmente sobre las superficies horizontales, era comple



342509

1 tamente llena de catalizador fundido y reducido y que va
rias toneladas de catalizador fundido y reducido, estaba
dañado fuera de uso y depositado en la región del ciclón.

5 (B) El procedimiento del presente invento está
ilustrado con una repetición del experimento (A) con la
excepción de que la placa horizontal y los tubos de en-
trada de gas inerte representados en el dibujo, se han
utilizado con nitrógeno como gas inerte a una velocidad
lineal de aproximadamente 15 cms. por segundo. En este
10 experimento no se perdió en el efluente más de 53 Kgs. de
catalizador por cada día, se consiguió una conversión nor-
mal por cada etapa de 66-68 % de propileno en acrilonitri-
lo, no se produjo ningún incremento grande de temperatu-
ra en la parte superior del aparato de reacción y no se
15 observó ningún depósito de catalizador reducido fundido
en la región del ciclón del aparato de reacción después
de más de tres meses de funcionamiento continuo.

En resumen la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

20 REIVINDICACIONES

1. Un aparato de reacción sólida fluidificada, verti-
cal, substancialmente cilíndrica, caracterizado porque
está equipado con

25 a) por lo menos un ciclón con una bocina de entrada
y la tubería asociada, el conjunto de tubos y los elemen-
tos de soporte cerca de la parte superior de dicho apar-
to de reacción;

30 b) una placa horizontal de configuración plana que
tiene una cierta superficie abierta, estando situada di-
cha placa inmediatamente por encima de la bocina de en-

342509

14



1 . trada del ciclón y extendiéndose substancialmente por encima de la superficie entera transversal del aparato de reacción; y

5 c) un orificio de entrada de gas situado en la parte superior del aparato de reacción en la región por encima de dicha placa horizontal.

10 2. El aparato según la reivindicación 1, caracterizado porque la zona abierta en (b) tiene aproximadamente de 0,1 a 10% de la superficie transversal del aparato de reacción en la proximidad de la placa horizontal.

3. El aparato según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el ciclón es un ciclón de varias etapas.

15 4. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita : "UN APARATO DE REACCION".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de diez páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

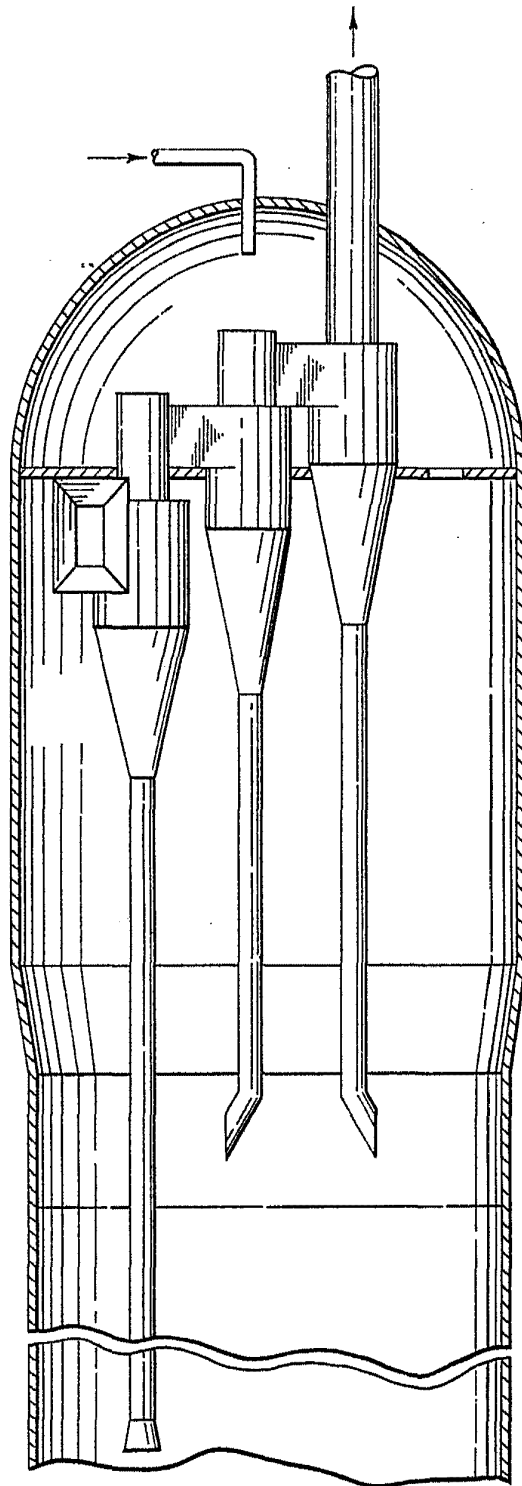
20 Madrid, 30 de Junio de 1.967

BERNARDO UNGRIA
P.P.

25

30

342509



ESCALA VARIABLE
MADRID, 30 DE Junio DE 1962
BERNARDO UNGRIA
P. E.