

Int. Cl.: C07B



402706

402706

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C
CLASE _____
SUBCLASE _____

402796

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: TEXACO DEVELOPMENT CORPORATION

RESIDENCIA: 135 East 42nd Street, NEW YORK,

N.Y. 10017, U.S.A.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA HIDROGENACION

CATALITICA DE UNA MONO-NITROPARAFINA SE

CUNDARIA".

Prioridad: Patente estadounidense n.º 145.873 del 21.5.71

402706

13



1 Esta invención se refiere a la producción de amina
nas y más especialmente a la producción de alquil(secunda-
rio)aminas primarias conteniendo de 6 a 25 átomos de carbo-
no, a partir de mono-nitroparafinas secundarias.

5 Las aminas primarias han sido preparadas nitran-
do inicialmente las parafinas con ácido nítrico o dióxido
de nitrógeno y posteriormente reduciendo la nitroparafina
en presencia de un catalizador de hidrogenación. Los cata-
lizadores de hidrogenación conocidos comprenden miembros
10 del Grupo Ib, solos o en combinación con metales y compues-
tos del Grupo VIb, como óxido de cobre y Grupo VIII, tales
como cobalto, níquel, platino, paladio y rodio y su empleo
ha sido sugerido en la reducción de los compuestos nitrados
orgánicos a las correspondientes aminas.

15 En la hidrogenación de nitroparafinas a aminas
primarias, se han empleado temperaturas bajas comprendidas
entre 100 y 450°F (38 y 232°C) y preferiblemente entre 200
y 400°F (93 y 204°C). La reducción sobre un catalizador de
20 hidrogenación a aminas primarias es una reacción exotérmi-
ca, de manera que la formación de aminas secundarias aumen-
ta a una velocidad sustancial a temperaturas superiores a
450°F (232°C). Para convertir selectivamente en aminas pri-
marias, se ha encontrado que es esencial el empleo de tempe-
raturas bajas y la reacción exotérmica ha sido controlada
25 operando de forma casi isoterma en medios orgánicos relati-
vamente diluidos, tales como n-parafinas. Aunque las opera-
ciones casi isotérmicas, es decir, operaciones dentro de un
intervalo estrecho de temperaturas del orden de 50°F (28°C)
y menos, dentro del intervalo antes citado, supera hasta cier-
30 to punto la tendencia a formar alquil(secundario)aminas se-

402706

13



1 cundarias y aumenta algo la selectividad de la reacción a
aminas primarias, estas condiciones interfieren con la con-
versión máxima de la nitroparafina a amina primaria.

5 En sentido amplio, esta invención considera un
procedimiento para la hidrogenación catalítica de una mono-
nitroparafina secundaria, en el que el hidrógeno y la nitro
parafina pasan a través de un lecho de catalizador de hidro-
genación, en condiciones efectivas para convertir dicha ni-
troparafina en una alquil(secundario)amina primaria, en el
10 cual la mejora consiste en hacer pasar dicha nitroparafina
a través del citado lecho de catalizador a una temperatura
media de conversión comprendida entre 200° y 450°F (93° y
232°C) y mantener una diferencia de 100°F (55°C) como míni-
mo entre la temperatura máxima de conversión en dicho lecho
15 y la temperatura de entrada al citado lecho.

Más específicamente, la diferencia (ΔT) entre la
temperatura máxima de conversión y la temperatura de conver-
sión a la entrada es como mínimo de 100°F (55°C) y hasta de
400°F (220°C) y preferiblemente ΔT es de 150 a 300°F (83 a
20 165°C). Esta diferencia, ΔT , es efectivamente mantenida ope-
rando a unas temperaturas de entrada desde 100 hasta 400°F
(38 hasta 204°C), preferiblemente desde 150 hasta 250°F (65
hasta 121°C) y hasta una temperatura máxima de conversión
de 500°F (260°C). Las temperaturas superiores a 500°F (260°C)
25 influyen adversamente en el proceso en el sentido de que el
nitrógeno es perdido con mucha probabilidad en forma de
NH₃ procedente del craqueo del grupo amino. Cuando la tempe-
ratura de entrada considerada es, por ejemplo, 100°F (38°C),
se emplea un ΔT de 200°F (110°C) como mínimo, con objeto de
30 obtener una temperatura media de conversión de 200°F (93°C).

402706



1 La temperatura de entrada indicada se alcanza introduciendo
la alimentación de nitroparafina a una temperatura compren-
dida entre 100 y 400°F (38 y 204°C) en el lecho de catali-
zador. La temperatura media de conversión, definida aquí
5 como la temperatura media en °F (°C) de la temperatura de
conversión a la entrada y la temperatura de conversión má-
xima, comprendida entre 200° y 450°F (93 y 232°C) y un ΔT
de 100°F (55°C) como mínimo y de 400°F (222°C) como máximo,
puedan conseguirse por varios caminos. Por ejemplo, el reac-
10 tor puede estar constituido por una multiplicidad de tubos
de catalizador de pequeño diámetro sumergidos en un medio
fluido, comprendidos los gases y los líquidos, que pueden
transferir el calor a la zona o desde la zona de conversión.
Un reactor de diámetro grande puede contener elementos ta-
15 les como serpentines que permitan la adición o extracción
de calor en la medida necesaria o bien el reactor puede es-
tar constituido por una multiplicidad de secciones con zo-
nas de transferencia de calor entre cada sección. Cualquie-
ra de los reactores mencionados permite el control de la tem-
20 peratura media de conversión, del ΔT y de la temperatura
máxima de conversión. Las temperaturas de salida del reac-
tor nunca superan a la temperatura máxima de conversión y
generalmente son inferiores a la misma.

25 Esta invención considera un procedimiento continuo
para la producción de alquil(secundario)aminas primarias por
reacción con hidrógeno de las mono-nitroparafinas de 6 a 25
átomos de carbono. Las mono-nitroparafinas consideradas en
este procedimiento constituyen nitro-n-parafinas secundarias
en las que el grupo nitro está colocado al azar a lo largo
30 de la cadena de carbonos sobre un átomo distinto del átomo de



402706

1 carbono terminal. Las mono-nitroparafinas ilustrativas pueden ser 2- o 3-nitrohexano, 2-, 3- o 4-nitroheptano, 2-, 3- o 4-nitrooctano, 2-, 3-, 4- o 5-nitrodecano, 2-, 3-, 4-, 5- o 6-nitroundecano, 2-, 3-, 4-, 5- o 6-nitrododecano, 2-, 3-,
5 4-, 5-, 6- o 7-nitrotridecano, 2-, 3-, 4-, 5-, 6 o 7-nitrotetradecano, 2-, 3-, 4-, 5-, 6-, 7-, 8- o 9-nitrooctadecano y mezclas de los mismos, por ejemplo mezclas de nitroparafinas C_{10} - C_{14} . Estas mono-nitroparafinas se obtienen por contacto de un hidrocarburo parafínico C_6 - C_{25} , preferiblemente un hidrocarburo de cadena lineal, en fase líquida, con un agente de nitración en fase de vapor, ilustrado por dióxido de nitrógeno o ácido nítrico, a una temperatura comprendida aproximadamente entre 250 y 500°F (121 y 260°C) y a presiones de 1 a 20 atmósferas.

15 La reacción de nitración ilustrativa brevemente indicada en lo que antecede se deja transcurrir generalmente hasta que se ha convertido alrededor del 5 al 50 % de la parafina, dando un producto nitrado crudo que contiene alrededor de 5 a 45 % de mono-nitroparafina y de 95 a 50 % de parafina que no ha reaccionado, junto con cantidades menores de cetonas, alcoholes, ácidos carboxílicos y compuestos polifuncionales C_6 - C_{25} . Preferiblemente, se realiza la nitración hasta el 10-25 % en peso de nitroparafina. La mono-nitroparafina así preparada, si se desea, puede ser separada
20 y recuperada del producto crudo, por ejemplo por destilación y posteriormente hidrogenada a la amina correspondiente, realizándose convenientemente la reacción en presencia de un diluyente hidrocarbonado parafínico C_6 - C_{25} . Alternativamente, el material crudo que contiene hasta alrededor del 25 %
25 30 en peso de nitroparafina puede ser directamente hidrogenado,



1 estando constituido el medio de reaccion por la parafina
que no ha reaccionado. El producto nitrado crudo tambien pue
de recibir un lavado alcalino, por ejemplo con bicarbonato
5 sódico, hidróxido amónico, hidróxido sódico o hidróxido po-
tásico, para separar los subproductos ácidos después de la
nitración y antes de la hidrogenación. Cuando el material
de alimentación nitroparafínico está sustancialmente exento
de subproductos o contaminantes ácidos, puede omitirse la
neutralización. Independientemente de que se realice o no
10 el tratamiento alcalino, la alimentación introducida en el
lecho de catalizador comprende de 5 a 25 % en peso de nitro-
parafina en un diluyente hidrocarbonado parafínico C₆-C₂₅.

La corriente de nitroparafina es introducida a una
temperatura de entrada comprendida entre 100° y 400°F (38°
15 y 204°C) en un lecho de catalizador de hidrogenación, junto
con hidrógeno, en condiciones tales que por lo menos el 80 %
en peso y preferiblemente por lo menos el 90 % del peso de
la nitroparafina es selectivamente convertido en por lo me-
nos un 90 % en peso de amina primaria. Las condiciones de
20 conversión en el reactor que contiene el catalizador de hi-
drogenación, además de la temperatura de entrada al reactor,
la temperatura máxima y el ΔT , comprenden una velocidad es-
pacial horaria del líquido comprendida entre 0,5 y 20 volú-
menes líquidos de nitroparafina por volumen de catalizador
25 y por hora y especialmente una velocidad espacial compren-
dida entre 1,0 y 4,0 v/v/h. La selectividad del proceso de
conversión en amina primaria depende de la relación entre la
temperatura media de conversión, el ΔT y la velocidad espa-
cial antes citada. En general, a temperaturas medias bajas
30 y a un valor constante de ΔT , se emplean velocidades espa-

402706



1 ciales pequeñas para mantener un alto grado de conversión
junto con una gran selectividad. Análogamente, a temperatu-
ras medias progresivamente más altas, se emplean correspon-
dientemente valores más elevados del ΔT . Además, la conver-
5 sión se realiza a relaciones molares de hidrógeno a nitropa-
rafina comprendidas aproximadamente entre 2,4:1 y 7,0:1 y
preferiblemente entre 3:1 y 4:1, bajo presiones de hidróge-
no comprendidas entre 200 y 1500 psig (14 y 105 kg/cm² mano-
métricos).

10 El procedimiento antes descrito puede ser llevado
a cabo en presencia de los catalizadores de hidrogenación
convencionales y conocidos, que, a título de ejemplo, están
constituídos por elementos de los Grupos Ib, VIb, VIIb y
15 VIII del Sistema Periódico. Son ilustrativos de los elemen-
tos del Grupo Ib el cobre, empleado solo o en combinación con
un elemento del Grupo VIb, tal como cromito de cobre. Como
elementos del Grupo VIb, podemos mencionar el cromo, el mo-
libdeno y el wolframio y sus combinaciones y como elemento
20 del Grupo VIIb, el renio. Los elementos del Grupo VIII son
platino, paladio, rodio, rutenio, níquel y cobalto. Estos
elementos pueden encontrarse en forma metálica o como com-
puesto de los mismos. Como es sabido, todos los elementos
también pueden estar soportados sobre bases tales como síli-
25 ce, kieselguhr o alúmina. Los catalizadores preferidos son
los catalizadores con soporte que comprenden elementos del
Grupo VIIb y VIII tales como renio, platino, paladio, rodio
y rutenio, en los que el metal se encuentra en una propor-
ción de 0,5 a 2,0 % en peso. Un catalizador especialmente
30 preferido es el paladio sobre un soporte de carbón.

402706



1

5

10

15

20

25

30

Para recuperar la amina pueden emplearse procedimientos de recuperación convencionales, por ejemplo destilación del producto hidrogenado por fraccionamiento paso a paso. Alternativamente, la amina puede ser convertida primero y recuperada como sal de amina, por reacción con un ácido inorgánico seguido de nuevo tratamiento de la sal de amina con un álcali y después recuperación de la amina primaria por destilación. Las aminas producidas de acuerdo con este proceso pueden ser empleadas como agentes de desmoldeo, estabilizantes de las emulsiones frente a los ciclos de congelación y descongelación, agentes dispersantes de pigmentos, catalizadores de poliuretano y agentes contra la formación de aglomerados y polvo. Su uso también está indicado como inhibidores de la corrosión, agentes de control de las bacterias dañinas, dispersantes de lodos y como detergentes y anticongelantes en las gasolinas.

Con objeto de ilustrar con más detalle la naturaleza de esta invención y la forma de ponerla en práctica, presentamos los siguientes ejemplos. En estos ejemplos se indica la mejor forma de realización de nuestra invención.

EJEMPLO 1

En los siguientes experimentos, un reactor de hidrogenación con un diámetro interno de 1" (25 mm) se carga con 61 g de un catalizador de níquel convencional comercial, formando un lecho de 8" (20 cm) de profundidad. Se introduce un material de alimentación C₁₀-C₁₄, constituido por 14,5 % en peso de mono-nitroparafina, 82 % en peso de n-parafina, 1,5 % en peso de cetona y 2 % en peso de alcoholes, nitritos, nitratos y parafinas difuncionales, saturado con amoniaco a

402706



1 50-75 psig (3,5-5,2 kg/cm² manométricos), a una velocidad
 de 67 g/hora, para efectuar la reducción de la nitroparafina
 contenida en el material de alimentación a la correspon
 diente amina. En el lecho de catalizador se introduce hidró-
 5 geno a una presión de 550-600 psig (38,5-42 kg/cm² manomé-
 tricos) a una velocidad de 1-2 pies cúbicos standard por ho-
 ra (0,028-0,056 m³/h). Se realizaron cuatro experiencias em-
 pleando unas temperaturas de entrada que oscilaron entre
 360° y 214°F (182° y 101°C), temperaturas máximas de 380 a
 10 223°F (193° a 106°C), temperaturas medias de 370° a 219°F
 (188° a 104°C) y unos valores de ΔT de 20 (11°) y 9°F
 (5°C). La Tabla I contiene los resultados.

TABLA I

| Operación | A | B | C | D |
|-------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 15 Horas | 25 | 25 | 25 | 25 |
| Temperatura, °F (°C) | | | | |
| Entrada | 360 (182) | 310 (154) | 264 (129) | 214 (101) |
| Máxima | 380 (193) | 330 (165) | 273 (134) | 223 (106) |
| Media | 370 (188) | 320 (160) | 269 (132) | 219 (104) |
| 20 ΔT | 20 (11) | 20 (11) | 9 (5) | 9 (5) |
| Velocidad espacial horaria | 1,8 | 1,8 | 1,8 | 1,8 |
| mg NH ₂ /g | 7,8 | 7,4 | 5,1 | 4,0 |
| mg NH/g | 1,1 | 0,5 | <0,5 | <0,5 |
| 25 Conversión | 91 | 76 | 50 | 36 |
| Selectividad | 78 | 88 | 93 | 100 |

30 Como puede observarse en la Tabla I, el efluente
 de la Operación A contenía 7,8 mg NH₂/g y 1,1 mg NH/g, co-
 rrespondiente a una conversión de 91 % de la nitroparafina
 en amina, con una selectividad del 78 % a amina primaria.

402706



1 Disminuyendo la temperatura media progresivamente en las
Operaciones B, C y D, se reduce progresivamente la conver-
sión a 76, 50 y 36 %, mientras que aumenta la selectividad
a amina primaria hasta 88, 93 y 100 %. En cada operación,
5 el valor del ΔT indica que la conversión es realizada en
condiciones casi isotérmicas y ninguna de las operaciones
consigue un grado de conversión del 80 % en peso como mí-
mo y una selectividad simultánea del 90 % en peso como mí-
nimo a amina primaria.

10

EJEMPLO 2

15

20

25

30

Un reactor de hidrogenación con un diámetro in-
terno de unas 2,5" (6,3 cm) se carga con 2088 g (1760 cc)
del catalizador de níquel empleado en el Ejemplo 1, consti-
tuido por 50 % en peso de níquel y 2 % en peso de circonio
sobre kieselguhr, para formar un lecho con una profundidad
de 36" (91,4 cm). En el reactor se introduce un material de
alimentación C_{10} - C_{14} , constituido por 15,3 % en peso de ni-
troparafina, 81 % en peso de n-parafina, 1,5 % en peso de
cetona y 2 % en peso de alcoholes, nitritos, nitratos y pa-
rafina difuncional, a una velocidad espacial horaria del
líquido de 2,2, junto con hidrógeno a un caudal de 10 a 12
pies³/hora (0,28 a 0,34 m³/h) y una presión de hidrógeno de
550 a 600 psig (38,5 a 42 kg/cm² manométricos). El material
de alimentación es introducido en el reactor a una tempera-
tura de entrada de 220°F (104°C), la temperatura máxima del
lecho es de 390°F (199°C), siendo la temperatura media de
305°F (152°C) y un ΔT de 170°F (95°C). El efluente del
reactor contiene 10,3 mg NH_2/g y 0,26 mg NH/g , indicando
así que el 93 % de la nitroparafina se ha convertido en ami-
nas, con una selectividad a alquil(secundario)amina primaria

402706



1 del 95 %. Como puede verse, el efecto beneficioso de un ΔT de 170°F (95°C) proporciona una gran selectividad y alto grado de conversión de la mono-nitroparafina al alquil(secundario)amina primaria.

5 EJEMPLO 3

Un reactor de hidrogenación con un diámetro interno de 2,5" (6,3 cm) aproximadamente, se carga con 755 g del catalizador empleado en el Ejemplo 2, para formar un lecho de 30" (76,2 cm) de profundidad. Se introduce un material de alimentación C₁₀-C₁₄, constituido por 14,1 % en peso de nitroparafina, 82 % en peso de n-parafina, 1,5 % en peso de cetona y 2 % en peso de alcoholes, nitritos, nitratos y parafina difuncional, a una velocidad espacial horaria del líquido de 3,1 y a unas temperaturas de entrada comprendidas entre 317° y 345°F (158° y 173,5°C) y a una temperatura máxima de 362°F (183°C). La temperatura media durante la operación fué de 355°F (179°C) y el ΔT variaba entre 17° y 45°F (9,5 y 25°C). El hidrógeno fué introducido a un caudal de 10 a 12 pies³/hora (0,28 a 0,34 m³/h) y se mantuvo una presión de hidrógeno de 550-600 psig (38,5-42 kg/cm² manométricos). Después de 340 horas de funcionamiento, el efluente orgánico del reactor contenía 6,5 mg NH₂/g y 0,8 mg NH/g, indicando así que el 77 % de la nitroparafina se había convertido en aminas, con una selectividad a alquil(secundario)amina primaria del 80 %. Comparando el Ejemplo 3 con el Ejemplo 2, se observa el beneficioso efecto de mantener un ΔT de 100°F (55°C) como mínimo y, dado el caso, de 170°F (95°C).

25 EJEMPLO 4

30 Un reactor de hidrogenación con un diámetro inter-



13

402706

1 no de alrededor de 2,5" (6,3 cm) se carga con 676 g (1700 cc)
 de un catalizador constituido por 1 % en peso de paladio
 sobre carbón, para formar un lecho de 18" (45,7 cm) de pro-
 fundidad. Se introduce en el reactor un material de aliment-
 5 tación C₁₀-C₁₄, constituido por alrededor de 14,2 % en pe-
 so de nitroparafina en alrededor de 83 % en peso de n-para-
 fina, a una velocidad espacial horaria del líquido de 1,5,
 junto con 9,1 pies³/hora (0,25 m³/h) de hidrógeno, a una
 presión de hidrógeno de 550-600 psig (38,5-42 kg/cm² manomé-
 10 tricos). En una serie de operaciones denominadas E a J, se
 varió la temperatura de entrada, la temperatura máxima, la
 temperatura media y el ΔT. La Tabla II contiene los resul-
 tados.

TABLA II

| Operación | E | F | G | H | I | J |
|-----------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Horas | 1300 | 1225 | 1325 | 1200 | 1250 | 1275 |
| <u>Temperatura, °F (°C)</u> | | | | | | |
| Entrada | 470 (77) | 200 (93) | 185 (85) | 200 (93) | 240 (115) | 240 (115) |
| Máxima | 325 (163) | 320 (160) | 370 (188) | 370 (188) | 365 (185) | 410 (210) |
| Media | 257 (125) | 260 (127) | 277 (136) | 285 (141) | 302 (150) | 325 (163) |
| ΔT | 155 (86) | 120 (67) | 185 (103) | 170 (95) | 125 (70) | 170 (95) |
| mg NH ₂ /g | 9,6 | 9,4 | 10,4 | 10,2 | 10,5 | 10,3 |
| mg NH/g | 0,20 | 0,24 | 0,28 | 0,28 | 0,33 | 0,48 |
| Conversión | 91 | 89 | 100 | 96 | 100 | 100 |
| Selectividad | 98 | 98 | 97 | 97 | 97 | 95 |

En las operaciones E a J se observa la ventaja de
 operar con un ΔT grande, que proporciona una elevada conver-
 30 sión y un alto grado de selectividad a alquil(secundario)ami

402706



1 nas primarias.

EJEMPLO 5

5 Un reactor de hidrogenación con un diámetro inter-
no alrededor de 2,5" (6,3 cm) se carga con 680 g (1580 cc)
de un catalizador constituido por 1 % en peso de paladio en
carbón, para formar un lecho con una profundidad de 19"
(48,3 cm). Se introduce un material de alimentación consti-
tuido por 12,7 % en peso de nitroparafina C₁₀-C₁₄, 83,8 %
en peso de n-parafina C₁₀-C₁₄ y cantidades menores de ceto-
10 nas, alcoholes, nitritos, nitratos y parafina difuncional,
a una velocidad de 1770 g/h, correspondiente a una veloci-
dad espacial horaria del líquido de 1,3. La temperatura de
entrada al reactor es de 280°F (138°) y la temperatura máxi-
ma dentro del lecho se registró a 400°F (204°C). Se intro-
15 dujo nitrógeno a un caudal de 10-12 pies³/hora (0,28-0,34 m³/h)
y a una presión de 550-600 psig (38,5-42 kg/cm² manométricos).
Después de 160 horas en funcionamiento, el efluente orgáni-
co del reactor contenía 8,9 mg NH₂/g y 0,77 mg NH/g, indican-
do con ello que el 100 % de la nitroparafina se había conver-
20 tido en aminas, con una selectividad del 93 % a alquil(secun-
dario)amina primaria. La temperatura media de esta operación
fue de 340°F (171°C) y el ΔT fue de 120°F (67°C).

EJEMPLO 6

25 El reactor de hidrogenación del Ejemplo anterior
se carga con 1022 g de un catalizador de 1 % de paladio en
carbón, para formar un lecho con una profundidad de 28"
(71,1 cm). El material de alimentación de nitroparafina
C₁₀-C₁₄ del Ejemplo 5 se introduce en el reactor a una tempe-
ratura de entrada de 235°F (113°C) y a una velocidad espacial
30 horaria del líquido de 1,4. La temperatura máxima dentro del

402706



1 lecho es 404°F (207°C), correspondiente a un ΔT de 169°F
(94°C) y una temperatura media alrededor de 320°F (160°C).
El hidrógeno se introduce a un caudal de 10-12 pies³/hora
5 (0,28-0,34 m³/h) y a una presión de 550-600 psig (38,5-42
kg/cm² manométricos). Después de 70 horas en funcionamien-
to, el efluente orgánico del reactor contiene 10,4 mg
NH₂/g y menos de 0,4 mg NH/g indicando así que el 100 % de
la nitroparafina se ha convertido en aminas, con una selec-
tividad a alquil(secundario)amina primaria superior al 96 %.

10 En resumen, la Patente de Invención que se solici-
ta deberá recaer sobre las siguientes:

15
20
25
30

A series of horizontal dashes arranged in a descending staircase pattern from left to right, indicating a list of items. The dashes are positioned at approximately the 15, 20, 25, and 30 line levels. A solid horizontal line is drawn at the bottom of the page, below the 30 line level.

402706



REIVINDICACIONES

1

1. Un procedimiento para la hidrogenación catalítica de una mono-nitroparafina secundaria, en el que se hace pasar hidrógeno y nitroparafina a través de un lecho de catalizador de hidrogenación, en condiciones efectivas para convertir dicha nitroparafina en una alquil(secundario)amina primaria, caracterizado porque dicha nitroparafina se hace pasar al través del citado lecho de catalizador a una temperatura media de conversión comprendida entre 200° y 450°F (93° y 232°C) y por mantener una diferencia de temperaturas ΔT de 100°F (55°C) como mínimo entre la temperatura máxima de conversión en el citado lecho y la temperatura de entrada a dicho lecho.

5

10

15

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque dicha temperatura de entrada es de 100° a 400°F (38° a 204°C) y dicha temperatura máxima de conversión es de 500°F (260°C).

20

3. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque la citada temperatura de entrada es de 150° a 250°F (66° a 121°C).

25

4. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque dicha nitroparafina se hace pasar a través del citado lecho de catalizador a una velocidad espacial horaria del líquido de 0,5 a 20.

5. Un procedimiento según la Reivindicación 4, caracterizado porque la citada velocidad espacial horaria del líquido es de 1,0 a 4,0.

30

6. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el ΔT está comprendido entre 100° y 400°F (55° y 222°C).



402706



1 7. Un procedimiento según la Reivindicación 6, caracterizado porque el ΔT está comprendido entre 150° y $300^{\circ}F$ (83° y $167^{\circ}C$).

5 8. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la relación molar de hidrógeno a nitroparafina es de 2,4:1 a 7,0:1.

9. Un procedimiento según la Reivindicación 8, caracterizado porque la relación molar de hidrógeno a nitroparafina es de 3:1 a 4:1.

10 10. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque dicha nitroparafina contiene de 6 a 25 átomos de carbono.

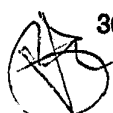
15 11. Un procedimiento según la Reivindicación 10, caracterizado porque dicha nitroparafina contiene de 10 a 14 átomos de carbono.

12. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque dicha nitroparafina comprende una mezcla de nitroparafinas $C_{10}-C_{14}$.

20 13. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque dicha nitroparafina se hace pasar a través del citado lecho de catalizador en mezcla con un hidrocarburo parafínico C_6-C_{25} y porque dicha nitroparafina constituye de 5 a 25 % del peso de dicha mezcla.

25 14. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque la presión de hidrógeno es de 200 a 1500 psig (14 a 105 kg/cm^2 manométricos).

30 15. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 14, caracterizado porque dicho catalizador comprende un elemento de los Grupos Ib, VIb, VIIb u VIII del Sistema Periódico.



402706



1

16. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque dicho catalizador comprende cobre o cromito de cobre.

5

17. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque dicho catalizador comprende platino, paladio, rodio, rutenio, níquel, cobalto o un compuesto de los mismos, solos o sobre un soporte.

10

18. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque dicho catalizador es paladio sobre un soporte de carbón.

15

19. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA HIDROGENACION CATALITICA DE UNA MONO-NITROPARAFINA SECUNDARIA".

20

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva, que consta de diecisiete páginas mecanografiadas.

Madrid, 13 de mayo de 1.972

BERNARDO UNGRIA

P.P.

25

30