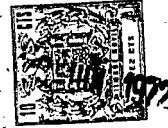


403740



PATENTE DE INVENCION

403740

EC 58-Sp.

SECCION TECNICA

CLASIFICACION I. P. C

CLASE \_\_\_\_\_

SUBCLASE \_\_\_\_\_

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE CATALIZADORES DE HIERRO  
PARA LA SINTESIS DEL ACRILONITRILO.

*Solicitante* ERDOLCHEMIE Gesellschaft mit beschränkter Haftung,  
entidad alemana, residente en Köln, República Federa  
l Alemana.

Int. Cl.: B01J

5. La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de catalizadores para la síntesis de acrilonitrilo a partir de propileno, amoníaco y oxígeno o bien aire, que se obtiene mediante aplicación de soluciones de sales de hierro sobre cataliza



403740

dores soportados de molibdato de bismuto/fósforo.

5. Un procedimiento para la obtención de un catalizador de molibdato de bismuto/fósforo modificado con hierro se describe en la publicación de solicitud de patente alemana 2.044.830. Según este procedimiento, se moltura muy finamente, en un molino de bolas, un catalizador de acrilonitrilo compuesto de molibdato de bismuto/fósforo y gel de sílice y se mezcla con soluciones de molibdato amónico, nitrato de hierro, ácido fosfórico, así como sol de sílice. Las soluciones de sal de sustancia activa y sol de sílice se adicionan en una secuencia exactamente determinada en un complicado procedimiento, al catalizador de molibdato de bismuto/fósforo a elaborar,
10. que entonces se granula por secado por aspersion y se calcina.
- 15.

Según la publicación de la solicitud de patente alemana 2.044.830, página 3, 2º párrafo, no era de esperar que al agregar, por ejemplo, hierro en forma de sales solubles al catalizador consumido y ulterior mezclado, secado por aspersion y calcinado, se formase un catalizador utilizable para el procedimiento según la presente invención.

20.

Se ha descubierto ahora que se puede obtener un catalizador conteniendo hierro, para la síntesis de acrilonitrilo por reacción de propileno con amoniaco y oxígeno molecular o bien aire, en un catalizador soportado conteniendo bismuto, molibdeno, hierro y fósforo, si un catalizador de molibdato de bismuto/fósforo, sobre gel de sílice, se impregna con una solu

25.

30.



403740

ción acuosa de sales de hierro y a continuación se seca y se calcina, durante 0,3 a 7 horas, a 500 a 750°C, conteniendo los catalizadores terminados 6 a 26 % en peso de bismuto, 2 a 20 % en peso de molibdeno, 0,5 a 10 % en peso de hierro y, en caso dado, 0,1 a 1 % en peso de fósforo y ascendiendo la superficie específica de los catalizadores a 4 - 50 m<sup>2</sup>/g.

- 5.

Se da preferencia a los catalizadores cuyo contenido en metales de efecto catalítico se encuentra en los siguientes límites:

10.

Bismuto	15 - 26 % en peso
Molibdeno	10 - 20 % en peso
Hierro	0,5 - 10 % en peso
Fósforo	0,1 - 1,0% en peso

15.

Especial preferencia tienen los catalizadores en la composición:

Bismuto	20 - 24 % en peso
Molibdeno	12 - 18 % en peso
Hierro	1 - 4 % en peso
Fósforo	0,3 - 0,6% en peso

20.

Los catalizadores obtenidos según el procedimiento de la presente invención se obtienen empleando catalizadores utilizados o sin utilizar de molibdato de bismuto/fósforo, tal y como se describen en la patente US 2.904.580 (denominado a continuación "catalizador libre de hierro"). Estos catalizadores que contienen por ejemplo, aproximadamente un 50 % en peso de molibdato de bismuto/fósforo y un 50 % en peso de gel de sílice, tienen, debido a su obtención por secado por aspersión, forma esférica

25.

30.

- 4 -  
403740



y unas superficies específicas de 40 a 70 m<sup>2</sup>/g.

- Los catalizadores libres de hierro se impregnan, según el procedimiento de la presente invención, con una solución acuosa de una sal de hierro, preferentemente nitrato de hierro. Este tratamiento se puede realizar bajo adición de ácidos fosfóricos y/o de una solución acuosa de ácido mineral fácilmente volátil y/o de un ácido carboxílico, que se descompone al calentar.
- 5.
10. Preferentemente, se emplean para ellos soluciones acuosas de ácido nítrico, ácido clorhídrico o mezclas de ambos, o ácidos carboxílicos alifáticos, tales como, por ejemplo, ácidos dicarboxílicos y ácidos policarboxílicos con un máximo de 3 átomos de carbono por grupo carboxilo, por ejemplo, ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido maléico, ácido fumárico, ácido aconítico; ácidos oxí- e hidroxicarboxílicos con un máximo de 3 átomos de carbono por grupo carboxilo, por ejemplo,
15. ácido glicólico, ácido hidroxipropiónico, ácido glioxílico, ácido pirúvico, ácido glicérico, ácido málico, ácido oxaloacético, ácido mesoxálico, ácido tartárico, ácido cítrico, ácido acetoadicarboxílico, ácido sacarico, ácido trihidroxiglutarico, ácido mícico; ácidos
20. amino y nitrocarboxílicos con un máximo de 3 átomos de carbono por grupo carboxilo, por ejemplo, ácido asparágico, ácido glutámico, glicina, ácido hidroxiglutámico, ácido nitrilotriacético.
25. Tiene especial preferencia un tratamiento según el presente procedimiento con una solución -
- 30.



403740

acuosa de una sal de hierro bajo adición de ácido nítrico y/o ácido oxálico.

5. La solución acuosa de sal de hierro se pulveriza ventajosamente sobre el catalizador libre de hierro, que se encuentra en un tambor rotativo de granulación.

10. Como se ha de lograr una repartición igualada del hierro pulverizado se necesita un volumen mínimo de líquido que asciende, según la porosidad y el tamaño de las gotas de pulverización, a 150 a 500 cc por kg del catalizador libre de hierro, secado. Ha demostrado ser especialmente ventajoso el procedimiento siguiente:

15. El catalizador, libre de hierro, se pulveriza en el tambor de granulación con, por ejemplo, un 30 % de su peso de solución de nitrato de hierro de manera que se forma una pasta húmeda. En esta pasta se introduce, bajo agitación continua, tanto catalizador ya secado, pero sin calcinar, de manera que se forme una mezcla fluída que no se pegue, que se seca conjuntamente y después de extraer la cantidad de reciclado para el siguiente granulado, se calcina.

20. Mayores superficies específicas de, por ejemplo, 20 a 50 m<sup>2</sup>/g, que se logran calcinando a temperaturas de 450 a 600°C, son ventajosas cuando el catalizador de hierro se ha de emplear con tiempos de residencia cortos de por ejemplo 1 a 6 segundos. Por el contrario es mas ventajoso reducir la superficie específica de tales catalizadores, que se emplean con tiempos de residencia de 6 a 15 segundos,

25.

30.



403740

mediante el empleo de temperaturas de calcinación entre 600° y 750°C a 5 a 20 m<sup>2</sup>/g. La superficie específica de los catalizadores de hierro empleados según la presente invención se encuentra preferentemente entre 5 y 30 m<sup>2</sup>/g.

5.

Los catalizadores de hierro así obtenidos contienen el hierro en una repartición muy igualada, tienen una superficie muy lisa y una elevada resistencia a la abrasión, por ejemplo, un 1 a 2 % determinado según el método de comprobación descrito en DOS 2.044.830, página 6.

10.

Los catalizadores según la presente invención se pueden emplear para la síntesis industrial de acrilonitrilo por reacción de propileno con amoníaco y oxígeno molecular o bien aire a temperatura mas elevada y presión normal o mas elevada. Los catalizadores se pueden emplear en lechos fluidificados o fijos, siendo su aplicación preferente en lechos fluidificados. Aquí se emplean, según el tiempo de residencia, granulometrias entre 10 y 1000  $\mu$ , preferentemente entre 10 y 120  $\mu$ . El empleo para la obtención de acrilonitrilo de propileno, amoníaco y oxígeno se puede realizar a temperaturas entre 400 y 500°C, preferentemente 440 a 490°C y presiones entre 1 y 4 atmósferas absolutas aproximadamente, preferentemente entre

15.

20.

25.

unas 1,5 y unas 2,5 atmósferas absolutas.

Existe una clara relación entre las temperaturas de reacción, tiempos de residencia y concentraciones de O<sub>2</sub> en los gases de reacción que se ha de observar esmeradamente para lograr resultados -

30.

403740



- óptimos. De esta manera se pueden adaptar los catalizadores, mediante condiciones de obtención adecuadas, ampliamente a las condiciones de empleo fijadas. Por ejemplo, un catalizador de hierro calcinado a -
5. 440 - 460°C de temperatura de reacción, 1 - 3 segundos de tiempo de residencia y 1 - 2 vol-% de O<sub>2</sub> en el gas de reacción, aporta unos resultados muy buenos. Un catalizador de hierro calcinado durante 1 - 2
10. horas a 650 - 700°C a 460 - 480°C de temperatura de reacción y 6 - 12 segundos de tiempo de residencia así como, por ejemplo, 0,1 - 0,4 vol-% de O<sub>2</sub> en el gas de reacción, aporta especialmente resultados óptimos. Por lo general, los tiempos de residencia -
15. ascienden a 1 - 15 segundos, preferentemente 8 - 12 segundos.

Para el procedimiento se emplean mezclas con proporciones molares entre aire:propileno:amoníaco de 9,0:10.5:1:0,9-1,1; la mezcla de vapor de agua y otros gases diluyentes con el gas no es necesaria.

20. Los rendimientos logrados con ayuda de los catalizadores según la presente invención en, por ejemplo, acrilonitrilo, ascienden hasta un 75 %, referido al propileno empleado. Era sorprendente que tales rendimientos extremadamente altos se pudiesen lograr con
25. los catalizadores de la presente invención, obtenidos por simple impregnación de los catalizadores de molibdato de bismuto/fósforo, ya que según la publicación de la solicitud de patente alemana 2.044.830, no era de esperar un catalizador de tal utilidad obtenido
30. de esta manera.



403740

- El procedimiento de la presente invención ha vencido los prejuicios existentes y es de considerable importancia económica, por ejemplo, para la realización industrial de la síntesis de acrilonitrilo. Los catalizadores según la presente invención tienen un campo de aplicación extraordinariamente amplio. El hecho de que, mediante selección adecuada de las condiciones de obtención y de aplicación, se pueda emplear en todas las formas de realización imaginables de reactores de acrilonitrilo, es de una importancia económica muy grande.
- 5.
- 10.

EJEMPLO 1 a)

- Según el procedimiento dado a continuación se preparan preferentemente los catalizadores de la presente invención.
- 15.

- 1000 g de un catalizador de molibdato de bismuto/fósforo, que se obtuvo según el ejemplo 1 de la patente US 2.904.580 y que contiene 22 - 24 % en peso de bismuto, 12 - 14 % en peso de molibdeno así como 0,3 % en peso de fósforo y que había sido empleado durante 20 meses en un reactor para síntesis, a escala industrial, de acrilonitrilo, se impregnan por pulverización en un tambor de granulación provisto de un rastrillo fijo, con una solución finamente pulverizada de 217 g de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \times 9 \text{H}_2\text{O}$  y 7,4 g de  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_2$  en 165 cc de agua. Después de haber sido pulverizada la solución, se amasa la pasta húmeda aún durante 5 a 10 minutos en el tambor granulador, después se agregan 420 g de un catalizador secado ya recubierto de hierro de una preparación anterior. Después de pocos
- 20.
- 25.
- 30.



403740

- minutos se ha transformado todo el contenido del tambor en un polvo "secado" que se puede extraer sin dificultad fuera del tambor, Se seca durante 8 - 10 horas a 120°C y después se calcina parcialmente y parcialmente se recicla para la siguiente impregnación al tambor de granulación. El catalizador terminado contiene aproximadamente un 23 % en peso de bismuto, un 13 % en peso de molibdeno, un 3 % en peso de hierro y un 0,5 % en peso de fósforo. Al calcinar los catalizadores de hierro, se realizó en todos los casos un calentamiento, en el plazo de unos 30 - 45 minutos desde por debajo de 100°C a la temperatura de calcinación, manteniéndose entonces así durante el tiempo indicado en la tabla 1, después se enfriaron, en el plazo de unos 15 minutos, a alrededor de 100 a 150°C por debajo de la temperatura de calcinación y finalmente se siguieron enfriando con rapidez arbitraria.
- 5.
- 10.
- 15.
- EJEMPLO 1 b)
20. 1000 g de un catalizador de molibdato de bismuto/fósforo, que se había obtenido según el ejemplo 1 de la patente US 2.904.580 y que contenía un 22 - 24 % en peso de bismuto, un 12 - 14 % en peso de molibdeno, así como un 0,3 % en peso de fósforo, y que se había empleado durante 20 meses en un reactor para la síntesis industrial de acrilonitrilo, se pulveriza según el ejemplo 1 a) con una solución finamente pulverizada de 217 g de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \times 9 \text{H}_2\text{O}$  y 7,4 g de  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  en 165 cc de agua. La pasta húmeda
- 25.
30. se amasa como en el ejemplo 1 a) durante 5 - 10 minú

403740



tos en un tambor granulador y después (sin la adición de catalizador ya secado) se seca durante 8 a 10 horas a 120° y a continuación se calcina como en el ejemplo 1 a).

5. Los rendimientos en acrilonitrilo logrados con este catalizador son prácticamente idénticos a los logrados con los catalizadores según el ejemplo 1 a).

EJEMPLO 2

10. Según el siguiente procedimiento se ensayan los catalizadores de la presente invención.

Se introducen de 200 a 720 cc de catalizador en un reactor de lecho fluidificado de 40 mm de diámetro. A 440 a 490°C, se introduce, desde abajo, una mezcla previamente calentada de aire, propileno y amoníaco y la presión en la cabeza del reactor se mantiene opcionalmente entre 0,3 y 0,9 atmósferas de sobrepresión.

15. El tiempo de residencia se ajusta mediante selección adecuada de la cantidad de carga, cantidad de catalizador y presión del reactor. El tubo reactor está rodeado exteriormente de un lecho fluidificado de arena para el calentamiento y evacuación del calor. Estos gases de reacción, que se evacúan, se conducen a través de

20. HCl 0,1N frío donde son absorbidos todos los productos hidrosolubles y donde se determinan, en esta solución, por cromatografía de gases. El contenido en O<sub>2</sub> deseado en el gas de reacción se ajusta mediante selección adecuada de la proporción aire-propileno y se vigila continuamente durante el ensayo.
- 25.

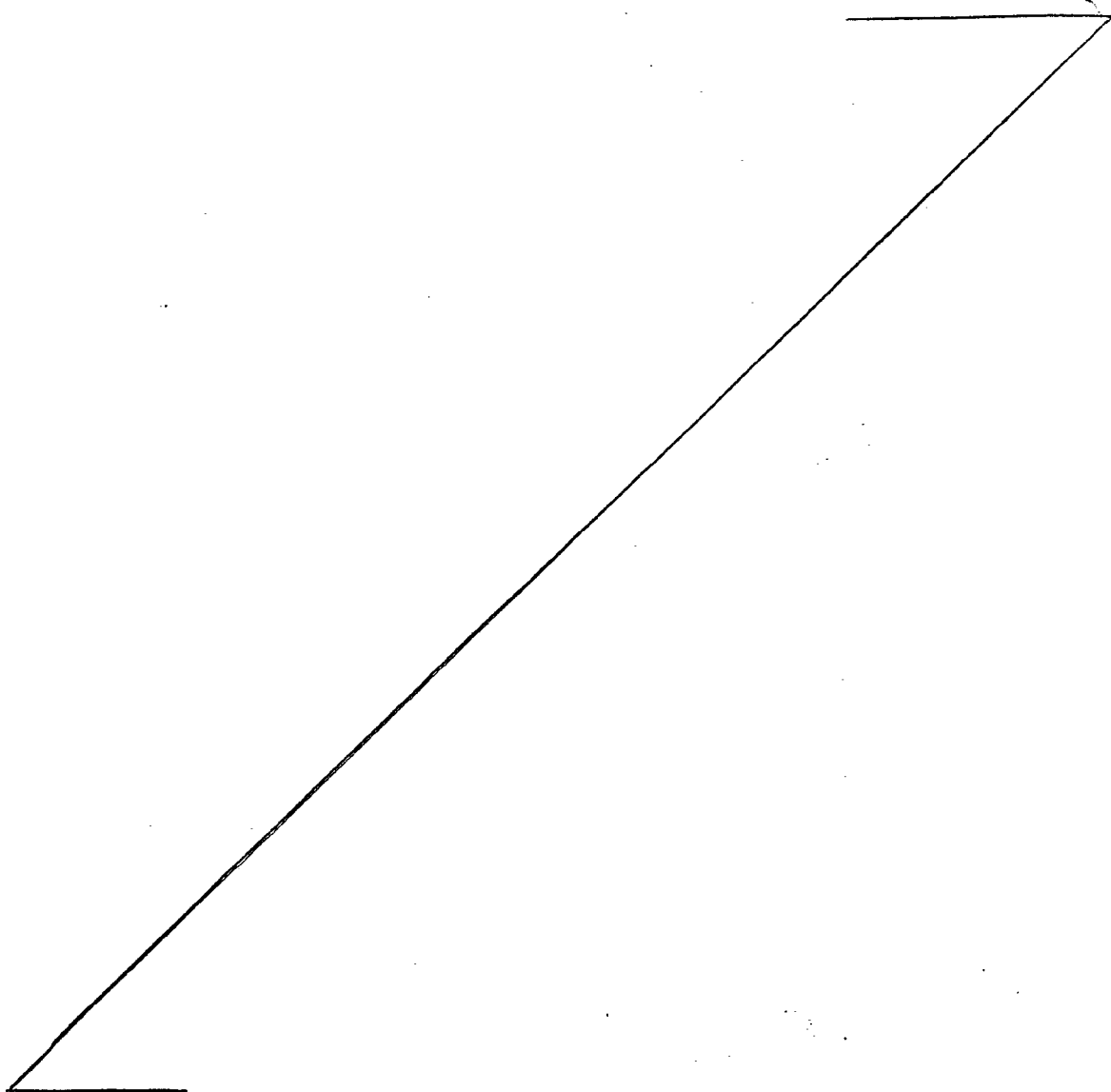


403740

EJEMPLO 3 20

Según el ejemplo 1 se elaboran los catalizadores de molibdato de bismuto/fósforo mencionados en la tabla 1 que, en parte ya han sido utilizados, en parte están en estado fresco, mediante adición de hierro. Los catalizadores de hierro que así se forman se especifican en la tabla 1.

Los catalizadores de hierro mencionados en la tabla 1 se someten a las condiciones de ensayo mencionadas en la tabla 2. El rendimiento en acrilonitrilo figura en la tabla.



403740

T A B L A 1

Catalizadores a elaborar			
Ejemplo No	Estado	Superficie especifica	Rendimiento
3	20 meses	44	56
4	"	"	"
5	"	"	"
6	"	"	"
7	"	"	"
8	"	"	"
9	"	"	"
10	"	"	"
11	"	"	"
12	"	"	"
13	"	"	"
14	"	"	"
15	"	"	"
16	fresco	63	61
17	"	"	"
18	"	"	"
19	fresco	73	54
20	fresco	60	59

O B T E N C I O N

403740

Catalizadores elaborados					
Bl %	Composición			Calcinado h/°C	Superficie especifica
	Mo %	Fe %	P %		
23	13	0,5	0,3	4/500	38
23	13	0,5	0,3	4/500	38
23	13	0,5	0,3	4/500	38
23	13	0,5	0,3	1/700	38
23	13	2,0	0,5	4/500	34
23	13	2,0	0,5	4/500	34
23	13	2,0	0,5	2/600	18
23	13	2,0	0,5	1/700	9
23	13	2,5	0,5	1,5/700	6
23	13	2,5	0,5	1,2/700	8
23	13	2,5	0,3	1,5/700	6
23	13	2,5	0,3	1,5/700	6
23	13	3,5	0,5	1,5/700	6
24	14	3,0	0,5	2,0/700	7
24	14	3,0	0,5	2,0/700	7
24	14	3,0	0,5	2,0/700	7
15	10	1,5	0,3	2,0/700	9
25	20	5,0	0,6	2,0/700	8

403740



T A B L A 1

Catalizadores a elaborar				
Ejemplo Nº	Estado	Superficie específica	Rendimiento	B1 %
3 4 5 6	20 meses	44	56	23 23 23 23
7 8 9 10	" "	"	"	23 23 23 23
11 12 13 14	" "	"	"	23 23 23 23
15	" "	"	"	23
16 17 18	fresco	63	61	24 24 24
19	fresco	73	54	15
20	fresco	60	59	25



OBTENCION

403740

mienta	Composición				Catalizadores elaborados	
	Bi %	Mo %	Fe %	P %	Calcinado h/°C	Superficie específica
6	23	13	0,5	0,3	4/500	38 38 38 8
	23	13	0,5	0,3	4/500	
	23	13	0,5	0,3	4/500	
	23	13	0,5	0,3	1/700	
	23	13	2,0	0,5	4/500	34 34 18 9
	23	13	2,0	0,5	4/500	
	23	13	2,0	0,5	2/600	
	23	13	2,0	0,5	1/700	
	23	13	2,5	0,5	1,5/700	6 8 6 6
	23	13	2,5	0,5	1,2/700	
	23	13	2,5	0,3	1,5/700	
	23	13	2,5	0,3	1,5/700	
	23	13	3,5	0,5	1,5/700	6
	24	14	3,0	0,5	2,0/700	7 7 7
	24	14	3,0	0,5	2,0/700	
	24	14	3,0	0,5	2,0/700	
	15	10	1,5	0,3	2,0/700	9
	25	20	5,0	0,6	2,0/700	8

403740

403740

T A B L A 2 - Comprobación de los catalizadores obtenidos según la tabla 1

Ejemplo N <sup>o</sup>	Condiciones de comprobación					Rendimiento en acril nitrilo %
	°C	atm.	tiempo de resi- dencia seg.	proporción molecular aire : C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> : NH <sub>3</sub>	O <sub>2</sub> en el gas de reacción %	
3	430	0,4	8	11 1:1,2	1,2	61
4	470	0,4	2	11 1:1,2	1,2	60,5
5	460	0,4	5	11 1:1,2	0,15	64
6	460	0,4	8	10 1:1,1	0,15	67
7	420	0,4	7	11 1:1	0,20	62
8	440	0,4	4	11 1:1	0,15	63,5
9	450	0,4	5	10 1:1,1	0,15	68
10	460	0,4	8	9,5:1:1,1	0,15	72
11	465	0,4	8	10,4:1:1,2	0,10	74,6
12	440	0,4	3	11 1:1,2	0,13	67
13	465	0,4	8	10,4:1:1,2	0,10	73,4
14	450	0,4	2	11 1:1,2	1,0	69
15	465	0,4	8	10,3:1:1,2	0,10	73,8
16	465	0,4	8	10,4:1:1,2	0,10	75,0
17	450	0,4	6	10,9:1:1,2	0,60	72,2
18	440	0,4	4	11 1:1,2	0,90	71,7
19	465	0,4	8	10,3:1:1,1	0,10	69,1
20	465	0,4	8	10,3:1:1,2	0,10	70,8

403740



T A B L A 2 - Comprobación de los catalizadores obtenidos según 1.

Ejemplo Nº	Condiciones de comprobación				O <sub>2</sub> en re
	°C	atm.	tiempo de resi- dencia seg.	proporción molecular aire : C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> : NH <sub>3</sub>	
3	430	0,4	8	11 :1:1,2	(
4	470	0,4	2	11 :1:1,2	(
5	460	0,4	5	11 :1:1,2	(
6	460	0,4	8	10 :1:1,1	(
7	420	0,4	7	11 :1:1	(
8	440	0,4	4	11 :1:1	(
9	450	0,4	5	10 :1:1,1	(
10	460	0,4	8	9,5:1:1,1	(
11	465	0,4	8	10,4:1:1,2	(
12	440	0,4	3	11 :1:1,2	(
13	465	0,4	8	10,4:1:1,2	(
14	450	0,4	2	11 :1:1,2	(
15	465	0,4	8	10,3:1:1,2	(
16	465	0,4	8	10,4:1:1,2	(
17	450	0,4	6	10,9:1:1,2	(
18	440	0,4	4	11 :1:1,2	(
19	465	0,4	8	10,3:1:1,1	(
20	465	0,4	8	10,3:1:1,2	(



403740

tenidos según la tabla 1

ular 3	O <sub>2</sub> en el gas de reacción %	Rendimiento en acril nitrilo %
	1,2	61
	1,2	60,5
	0,15	64
	0,15	67
	0,20	62
	0,15	63,5
	0,15	68
	0,15	72
	0,10	74,6
	0,13	67
	0,10	73,4
	1,0	69
	0,10	73,8
	0,10	75,0
	0,60	72,2
	0,90	71,7
	0,10	69,1
	0,10	70,8



403740

EJEMPLO 21

- 1000 g de un catalizador de bismuto-molibdato de fósforo, que se obtuvo según el ejemplo 1 de la patente US 2.904.580 y que contiene aproximadamente un 23 % en peso de bismuto, un 13 % en peso de molibdeno y un 0,3 % en peso de fósforo y que se había empleado durante 20 meses en un reactor para la síntesis industrial de acrilonitrilo, se pulverizan, según el procedimiento descrito en el ejemplo 1, con una solución de 217 g de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \times 9 \text{H}_2\text{O}$ , 100 cc de  $\text{HNO}_2$  al 35 % y 80 cc de agua y se sigue elaborando como allí se ha indicado. A continuación se calcina durante 1,5 horas a 700°C. Un ensayo bajo las condiciones del ejemplo 10, da un 72,7 % de acrilonitrilo.

15. EJEMPLO 22

- 1000 g de un catalizador de bismuto-molibdato de fósforo que se había obtenido según el ejemplo 1 de la patente US 2.904.580 y que contiene aproximadamente un 23 % en peso de bismuto, un 13 % en peso de molibdeno y un 0,3 % en peso de fósforo y que había sido empleado durante 20 meses en un reactor para la síntesis industrial de acrilonitrilo, se pulverizan, según el procedimiento descrito en el ejemplo 1, con una solución de 217 g de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \times 9 \text{H}_2\text{O}$ , 7,4 g de  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  y 80 g de ácido oxálico en 120 cc de agua y se sigue elaborando como allí se ha indicado. A continuación se calcina durante 1,5 horas a 690°C. Los ensayos bajo las condiciones del ejemplo 8 dieron un 66,3 % de acrilonitrilo del ejemplo 10 un 73,1 % de acrilonitrilo y del ejemplo 18 un 69,4 % de acrilonitrilo.

403740



N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en la República Federal Alemana, con el número P 21 28 903.2
5. de 11 de junio de 1971, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO
10. DE OBTENCION DE CATALIZADORES DE HIERRO PARA LA SINTESIS DEL ACRILONITRILLO, caracterizándose por lo siguiente:
15. 1ª.- Procedimiento de obtención de catalizadores de hierro , para la síntesis del acrilonitrilo, mediante reacción de propileno con amoniaco y oxígeno molecular, o bien aire, en presencia de un catalizador soportado, a base de bismuto, molibdeno, hierro y fósforo, conteniendo los catalizadores terminados 6
20. a 26 % en peso de bismuto, 2 a 20 % en peso de molibdeno, 0,5 a 10 % en peso de hierro y, en caso dado, 0,1 a 1
25. % en peso de fósforo y ascendiendo la superficie específica de los catalizadores a 4 - 50 m<sup>2</sup>/g; caracterizado porque se impregna un catalizador de molibdeno de bismuto/fósforo, sobre gel de sílice, con una solución acuosa de sales de hierro y, a continuación,
- 30.



se seca y se calcina durante, 0,3 a 7 horas, a 500 a 750°C.

5. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el catalizador se calcina durante 1 a 2 horas a 650 - 700°C.

10. 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque a la solución acuosa de una sal de hierro, para la impregnación del catalizador de molibdato de bismuto/fósforo, se agrega ácido nítrico y/o ácido oxálico.

4ª.- Procedimiento de obtención de catalizadores de hierro para la síntesis del acrilonitrilo, - tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de dieciseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

10 JUN. 1972

ERDOLCHEMIE Gesellschaft mit  
beschränkter Haftung.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET

p p Firmado: J. Suarez Diaz

*Jesús Suárez*

*[Handwritten mark]*