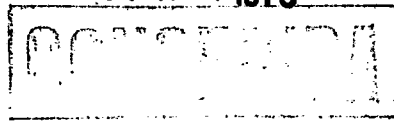


17 ABR. 1978

ES

11	NUMERO
21	458.266
22	FECHA DE PRESENTACION
	28-4-1977

A 1



PATENTE DE INVENCION

P.- 65.692
K 241 SPA

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	17723/76		30-4-76		Gran Bretaña

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			B01J		

64	TITULO DE LA INVENCION
	"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN CATALIZADOR"

71	SOLICITANTE (S)
	SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ B.V.

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	Carel van Bylandtlaan 30, La Haya, Holanda

72	INVENTOR (ES)
	Cornelis Wilhelmus Johannes DE GOEDEREN y Theo Gerard SPEK

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ

TGG.

La presente invención se refiere a un nuevo catalizador que comprende ácido fosfórico impregnado en un soporte de gel de sílice poroso, y a un procedimiento para prepararlo. Además se refiere al uso de dichos catalizadores, en particular a la producción de alcanoles, tales como alcohol etílico o isopropílico, por hidratación de las olefinas correspondientes en presencia de tal catalizador.

Por la memoria descriptiva de la patente del Reino Unido 1.371.905 y 1.306.141 se conoce el uso de un gel de sílice, tal como "Davison calidad 57", impregnado de ácido fosfórico, como catalizador para la preparación de alcoholes por hidratación de olefinas.

Se ha hallado ahora que algunas propiedades importantes de los catalizadores en cuestión, particularmente la resistencia al agua y la resistencia al aplastamiento a granel, de las partículas de catalizador, se pueden mejorar mucho si el gel de sílice poroso usado como material de soporte para el ácido fosfórico se prepara por un método especial.

La presente invención proporciona un catalizador que comprende ácido fosfórico soportado sobre partículas de gel de sílice poroso, que puede contener opcionalmente pequeñas cantidades de una carga, teniendo las partículas de gel de sílice tanto alta resistencia al agua como gran resistencia al aplastamiento a granel, y un volumen de poros de al menos 0,6 ml/g, habiendo sido obtenidas dichas partículas por las siguientes etapas sucesivas.

- a) preparar un hidrosol de sílice mezclando una solución acuosa de un silicato de metal alcalino con una solución acuosa de un ácido,

- (b) convertir el hidrosol a forma de gotitas, y
(c) dejar que las gotitas gelifiquen en un líquido que sea
inmiscible con el agua,

5 tras lo cual las partículas de hidrogel que salen de dicho
líquido han sido separadas y liberadas de agua y compues-
tos de metal alcalino.

Según un método particularmente preferido, la
eliminación del agua y compuestos de metal alcalino de di-
chas partículas de hidrogel se ha efectuado por una secuen-
cia especial de etapas consecutivas, como se han descrito
10 por sí mismas en la solicitud de patente española nº
442.322, aún sin publicar, que comprende:

- (I) eliminar por evaporación al menos 25% de la canti-
dad de agua presente en las partículas de hidrogel,
15 (II) disminuir el contenido de metal alcalino de las par-
tículas de hidrogel en un medio acuoso hasta menos
que 1% en peso, calculado en base a material seco, y
(III) secar y calcinar las partículas de sílice, que pue-
den ser partículas de sílice globular.

20 El nuevo catalizador, según la invención, ha
probado que posee propiedades superiores en comparación
con las de los catalizadores descritos en la técnica ante-
rior. Esto es particularmente aplicable a la resistencia
al aplastamiento a granel, tanto antes como después del uso
25 en la hidratación de olefinas, tales como etileno, al alco-
hol correspondiente.

Las partículas de gel de sílice globular prefe-
riblemente usadas como soporte para el ácido fosfórico se
pueden obtener como sigue: lo primero se prepara un hidro-
sol de sílice mezclando una solución acuosa de un silicato
30

de metal alcalino con una solución acuosa de un ácido. Esto se puede realizar muy adecuadamente conduciendo por separado las soluciones de partida a una cámara de mezcla, donde tiene lugar la mezcla de las soluciones por agitación. Como silicato de metal alcalino y ácido, el silicato sódico y ácido sulfúrico, respectivamente, son muy adecuados. Una vez formado el hidrosol de sílice, se convierte a la forma de gotitas y se deja gelificar en un líquido que sea inmisible o sustancialmente inmisible con el agua. Esto se puede efectuar muy adecuadamente introduciendo el hidrosol, por una pequeña abertura del fondo de la cámara de mezcla, en el extremo superior de un tubo dispuesto verticalmente, lleno de aceite. La gelificación tiene lugar mientras las gotitas de hidrosol caen a través del aceite. En el fondo del tubo las partículas de hidrogel globulares se pueden recoger en una fase acuosa, tal como agua o, preferiblemente, una solución acuosa de una sal tal como Na_2SO_4 , particularmente una solución de sal que tenga sustancialmente la misma concentración de sal que la presente en las partículas de hidrogel. Luego se separan las partículas de hidrogel de la fase acuosa, p.ej. por filtración, tras lo cual se someten a la etapa de eliminación de agua. También se puede efectuar la etapa de eliminación de agua en el aceite, después de haber tenido lugar la gelificación.

En la etapa de eliminación de agua, según una realización preferida de la invención, al menos 25%, y preferiblemente al menos 50%, del agua presente en las partículas de hidrogel se elimina de ellas por evaporación, prefiriéndose más la eliminación de 60 a 90% del agua. Esta

- etapa de eliminación de agua se puede efectuar de diversas maneras. El agua se puede eliminar ventajosamente de las partículas de hidrogel poniéndolas en contacto con una corriente de gas, p.ej. una corriente de aire, ya sea o no a temperatura elevada. También se puede eliminar el agua de las partículas de hidrogel calentándolas a presión atmosférica, o a presión reducida o elevada. Otras maneras de eliminar agua de las partículas de hidrogel son ponerlas en contacto con un líquido inerte a temperatura por encima de 100°C, o ponerlas en contacto a una temperatura elevada con vapor de agua, o una corriente de gas que contenga vapor de agua. Los siguientes son ejemplos de tratamientos que se pueden aplicar muy adecuadamente para eliminar al menos 25% del agua presente en las partículas de hidrogel:
- a) calentar las partículas de hidrogel a una temperatura de aproximadamente 100°C, a presión reducida,
 - b) calentar las partículas de hidrogel a una temperatura por encima de 100°C en una corriente de aire,
 - c) calentar las partículas de hidrogel a una temperatura de aproximadamente 100°C, a presión reducida, seguido por calentamiento de las partículas a una temperatura de aproximadamente 500°C en una corriente de aire,
 - d) poner en contacto las partículas de hidrogel con un aceite hidrocarbonado, a una temperatura por encima de 100°C,
 - e) calentar las partículas de hidrogel a una temperatura por encima de 100°C, en un autoclave, a presión autónoma, y
 - f) calentar las partículas de hidrogel en una corriente de

aire y vapor de agua.

Se recomienda particularmente eliminar el agua poniendo en contacto las partículas de hidrogel con una corriente gaseosa, de tal manera que las partículas se calienten hasta una temperatura comprendida entre 55 y 180°C, y más preferiblemente entre 100 y 170°C. Se obtienen excelentes resultados usando una corriente de aire que tiene una temperatura de 100 a 300°C, especialmente de 180 a 220°C.

La temperatura a que se calientan las partículas de hidrogel tiene una influencia significativa sobre la textura, es decir, el volumen de poros y diámetro de poros, del soporte de catalizador a preparar. Por ejemplo, se pueden obtener volúmenes de poro mayores o menores (correspondientes a diámetros de poro menores o mayores) según que dicha temperatura esté en la parte inferior o superior, respectivamente, de los intervalos antes indicados. Así, cuando se desea preparar un catalizador que tenga un volumen de poros relativamente grande, ha resultado muy adecuado el calentamiento a, p.ej., aproximadamente 135°C.

Tras la etapa de tratamiento, en la que al menos 25% del agua presente en las partículas de hidrogel se elimina de ellas por evaporación, el contenido de metal alcalino en las partículas de hidrogel se disminuye, en un medio acuoso, hasta menos que 1% en peso, calculado en base a material seco. Esta eliminación de metal alcalino se puede efectuar muy adecuadamente tratando las partículas de hidrogel con una solución acuosa de una sal amónica, p.ej. el nitrato o sulfato, hidróxido amónico, o un ácido inorgánico u orgánico, por ejemplo ácido clorhídrico, sul-

fúrico, nítrico o acético. Subsiguientemente se puede aplicar un lavado con agua, si es necesario. El tratamiento con una solución acuosa de NH_4NO_3 ha dado excelentes resultados. Adecuadamente, el tratamiento se efectúa por percolación de la solución acuosa en cuestión a través de las partículas de hidrogel.

Aunque las operaciones para eliminar al menos parte del agua y para reducir el contenido de metal alcalino se efectúan más preferiblemente en el orden consecutivo antes descrito, no se excluye una secuencia inversa de operaciones.

Finalmente, las partículas de hidrogel se secan y calcinan. El secado y calcinación de las partículas de hidrogel se pueden efectuar, p.ej., calentando las partículas durante un cierto periodo de tiempo, a una temperatura de 100-200°C y 450-550°C, respectivamente. Si se desea, la calcinación puede estar seguida por un tratamiento hidrotérmico, p.ej. un tratamiento con vapor de agua.

Si se desea, se puede incorporar una pequeña cantidad de una carga en las partículas de sílice según la invención. La incorporación de una carga puede ser atractiva por diversas razones. En primer lugar la porosidad de las partículas finales de sílice puede estar influida por esta medida, con el resultado, por ejemplo, de un volumen de poros más grande. Además, para ciertas aplicaciones de las partículas de sílice, la presencia de, p.ej., una carga de alúmina en ellas puede ser atractiva. También se puede disminuir el coste de preparación de las partículas de sílice incorporando en ellas una carga barata. La incorporación de la carga en las partículas de sílice se pue

de efectuar muy adecuadamente añadiendo la carga a la solución acuosa del silicato de metal alcalino y/o a la solución acuosa del ácido a partir del que se prepara el hidrosol por mezcla. Son ejemplos de cargas adecuadas el caolín, la montmorillonita, bentonita, cargas de sílice precipitada, alúminas, zeolitas, y sílice-alúminas amorfas precipitadas.

Respecto a la cantidad de carga que se puede incorporar en las partículas de sílice según la invención, se ha hallado que la presencia de una carga en las partículas de sílice reduce la resistencia al aplastamiento a granel de las partículas, efecto que es más pronunciado a medida que el contenido de carga en las partículas es mayor. Sin embargo, dado que el método sol-gel proporciona por lo general partículas de sílice globular con una resistencia al aplastamiento a granel muy grande, una pequeña disminución no tiene importancia, y se pueden preparar fácilmente partículas de sílice globular que contiene carga, que poseen la alta resistencia al aplastamiento a granel buscada (véase más adelante), siempre que la cantidad de carga incorporada en ellas no ascienda a más de 25% en peso de la cantidad de sílice presente en el hidrosol del que se preparan las partículas de sílice. La incorporación de mayores cantidades de carga en las partículas de sílice implica el riesgo de que se obtengan partículas de sílice con una resistencia inferior al aplastamiento a granel.

Las partículas de gel de sílice preparadas según el método antes descrito se obtienen usualmente en forma globular o en forma de gránulos de forma más o menos esferoidal, y tienen una resistencia al agua y resistencia al

aplastamiento a granel muy altas. Esto es también válido para el catalizador de la invención, que comprende ácido fosfórico soportado sobre dichas partículas de sílice. El volumen de poros de la sílice, que debe ser al menos

5 0,6 ml/g, no excede por lo general de 2,2 ml/g, y usualmente está comprendido entre 0,8 y 1,5 ml/g, prefiriéndose un volumen de poros comprendido entre 1,0 y 1,4.

La expresión "partículas con gran resistencia al agua" usada en esta solicitud de patente se refiere a

10 partículas que tienen una resistencia al agua de al menos 80%, preferiblemente de al menos 90%. La resistencia al agua de las partículas de sílice, por ejemplo partículas de sílice globular, se determina por un ensayo normalizado en el que 100 de las partículas de sílice globular se po-

15 nen en contacto durante 5 minutos, a temperatura ambiente, con un volumen de agua que asciende a 5 veces el volumen de las 100 partículas de sílice globular. Después se inspeccionan las partículas para determinar la cantidad de

20 partículas que muestran grietas o se han desintegrado. La resistencia al agua de las partículas de sílice globular se expresa como tanto por ciento de partículas que no han sido dañadas por el contacto con agua.

La expresión "partículas de gran resistencia al aplastamiento a granel", usada en la presente solicitud de

25 patente, se refiere a partículas que tienen una resistencia al aplastamiento a granel (RAG) de, por ejemplo, al menos 10 kg/cm^2 , preferiblemente de al menos 11 kg/cm^2 . La RAG, que es una medida de la resistencia mecánica de las

30 partículas, se define como la presión ejercida por un pistón sobre la muestra contenida en un cilindro, para la que

la cantidad de finos que pasan a través de un tamiz de 425 μm asciende a 0,5% (peso/peso) de la muestra.

5 Se ha de entender en relación con esto que existe una relación entre la resistencia al aplastamiento a granel y el volumen de poros, en el sentido de que, por regla general, una disminución del volumen de poros tiene como resultado una disminución de la RAG, y viceversa. Dado que, según la presente invención, las partículas de gel de sílice se han de impregnar con ácido fosfórico, es deseable que tengan un volumen de poros relativamente grande, 10 por ejemplo mayor que aproximadamente 1,0 ml/g, para producir catalizadores muy activos que sean adecuados para la hidratación de alquenos a alcanoles. Sin embargo, las partículas de gel de sílice que tienen los volúmenes de poro 15 más favorables solo se pueden preparar a costa de la RAG, que es menor que el máximo alcanzable. Por tanto, las cifras de RAG y volumen de poros antes mencionadas representan un compromiso respecto a las propiedades deseadas.

20 El nuevo catalizador de la invención se puede preparar mediante cualquiera de las técnicas usuales. Según un método preferido, las partículas de gel de sílice preparadas como se ha descrito antes se impregnan con ácido fosfórico. Adecuadamente, se usa un ácido fosfórico acuoso que tiene una concentración de, por ejemplo, 20 a 25 85%, preferiblemente de 55 a 75%. Se obtienen buenos resultados por inmersión del soporte de gel de sílice globular en el ácido fosfórico acuoso, p.ej. durante 0,5 a 5 horas, seguida por escurrido del exceso de ácido y secado del soporte impregnado, de la manera usual, por ejemplo por calentamiento a aproximadamente 150°C. 30

El catalizador de la presente invención se puede aplicar en diversas reacciones químicas, p.ej. en la polimerización u oligomerización de olefinas inferiores, pero especialmente en la hidratación de olefinas a los alcoholes correspondientes.

Aunque se recomienda aplicar el catalizador de la invención en la forma globular o esferoidal en que usualmente se obtiene por el método antes descrito, también puede estar presente, al menos en parte, en otra forma, p.ej. en forma de partículas menores que se pueden producir por fragmentación, ya sea antes o después de la impregnación con ácido fosfórico, de las partículas globulares inicialmente obtenidas. Además, se pueden provocar alteraciones de la forma, si se desea, en el curso de la producción de las partículas de hidrogel.

Según un aspecto particular importante de la invención, se proporciona un procedimiento para preparar un alcohol, en el cual procedimiento se ponen en contacto una olefina y agua, a temperatura y presión elevadas, en presencia de un catalizador según se ha descrito antes.

Son olefinas adecuadas aquéllas que contienen de 2 a 10 átomos de carbono, especialmente aquéllas que tienen de 2 a 5 átomos de carbono. Las más preferidas son el etileno y propileno.

Los reaccionantes se aplican generalmente en estado gaseoso. La proporción de alimentación y las condiciones de reacción pueden variar ampliamente, dependiendo, entre otras cosas, del material de partida usado. Así, el etanol se puede preparar adecuadamente usando una proporción molar agua/etileno comprendida entre 0,2:1 y 1,0:1,

preferiblemente 0,3:1 a 0,6:1, una temperatura comprendida entre 200 y 300°C, preferiblemente 220 a 270°C, y una presión de 50 a 90 atm manom. El alcohol isopropílico se puede preparar, por ejemplo, usando una proporción molar
5 agua/propileno comprendida entre 0,1:1 y 0,5:1, una temperatura de 140 a 250°C, y una presión de 15 a 50 atm manom. La velocidad espacial de gas de la mezcla de alimentación puede estar comprendida, p.ej., entre 5 y 100 min⁻¹, preferiblemente de 8 a 35 min⁻¹, y en particular de 15 a 35 min⁻¹.

10 Un procedimiento para preparar etanol por hidratación de etileno, usando como catalizador una tierra de diatomeas, ha sido descrito, por ejemplo, por C.R. Nelson y M.L. Courter en Chem. Engng. Progr. 50 (1954), págs. 526 a 531.

15 EJEMPLO I

(a) Preparación de soporte de gel de sílice

Una solución acuosa de vidrio soluble sódico, que comprendía 12% en peso de SiO₂ y tenía una proporción
20 molar Na₂O/SiO₂ de 0,3, se mezcló continuamente en una cámara de mezclado con una solución acuosa de ácido sulfúrico 1,2 N, en una proporción en volumen entre solución de ácido/solución de vidrio soluble igual a 0,75. Tras un tiempo de permanencia de unos pocos segundos en la cámara
25 de mezcla, el hidrosol se expulsó continuamente de la cámara de mezcla a través de una abertura del fondo de la misma, a un tubo dispuesto verticalmente, con una longitud de 1,8 m, lleno de un aceite parafínico de 25°C ("ONDINA 33", vendido por SHELL). El chorro de hidrosol se convirtió así
30 a la forma de gotitas, y las gotitas de hidrogel, que tenían

un diámetro medio de 6 mm, se dejaron atravesar el aceite por gravedad. Durante la caída por el tubo tuvo lugar la gelificación. Las partículas de hidrogel globular fueron recogidas en el fondo del tubo en una solución acuosa de Na_2SO_4 0,25 M, a 25°C, y se separaron por filtración. El contenido de agua en estas partículas de hidrogel globulares se determinó en un ensayo normalizado, en el que una muestra se calentó en tres horas desde la temperatura ambiente hasta 600°C, y luego se mantuvo a 600°C durante una hora. El contenido de agua en las partículas de hidrogel resultó ser 90% en peso.

Las partículas de hidrogel de sílice se secaron durante 0,5 horas en una corriente de aire que tenía una velocidad de 2240 l N/h y una temperatura de 200°C, dejando que la temperatura de las partículas de hidrogel se elevase hasta 135°C. Tras este tratamiento, el contenido de agua en las partículas de hidrogel ascendió a 14% en peso. Subsiguientemente se percoló una solución acuosa de nitrato amónico 0,1 M a través de las partículas de hidrogel, que luego se lavaron con agua, se secaron durante 2 horas a 100°C y se calcinaron durante 3 horas a 500°C. Así se consiguió una reducción del contenido de sodio a aproximadamente 0,02% en peso. Las partículas de sílice globular obtenidas mostraron una resistencia al agua de 98%. Tenían un tamaño medio de partícula de 3,5 mm, un volumen de poro de 1,19 ml/g, y una resistencia al aplastamiento a granel de 11,2 kg/cm².

El "volumen de poros" se define aquí como el volumen específico de poros, determinado mediante un método de titulación con agua en el que se ha medido la cantidad

de agua captada por una muestra secada, bajo condiciones especificadas.

(b) Impregnación con ácido fosfórico

5 El soporte resultante, así como un soporte de gel de sílice disponible comercialmente, de tamaño y textu
ra comparables, se impregnó con ácido fosfórico acuoso al 60% por inmersión en él, seguida por escurrido del exceso de ácido y secado a 150°C. El soporte comercial, usado so
10 lo para fines de comparación, fué "Davison calidad 57", de W.R. Grace Ltd.

En la siguiente Tabla I se muestra la resistencia al aplastamiento a granel (RAG), tanto antes como des
15 pués de la impregnación con ácido fosfórico, así como el tamaño medio de partícula, volumen de poro y diámetro medio de poro del soporte de sílice.

Los resultados obtenidos muestran, entre otras cosas, la superior RAG del soporte impregnado de la inven
20 ción (muestra A), en comparación con la del soporte comercial (muestra B)

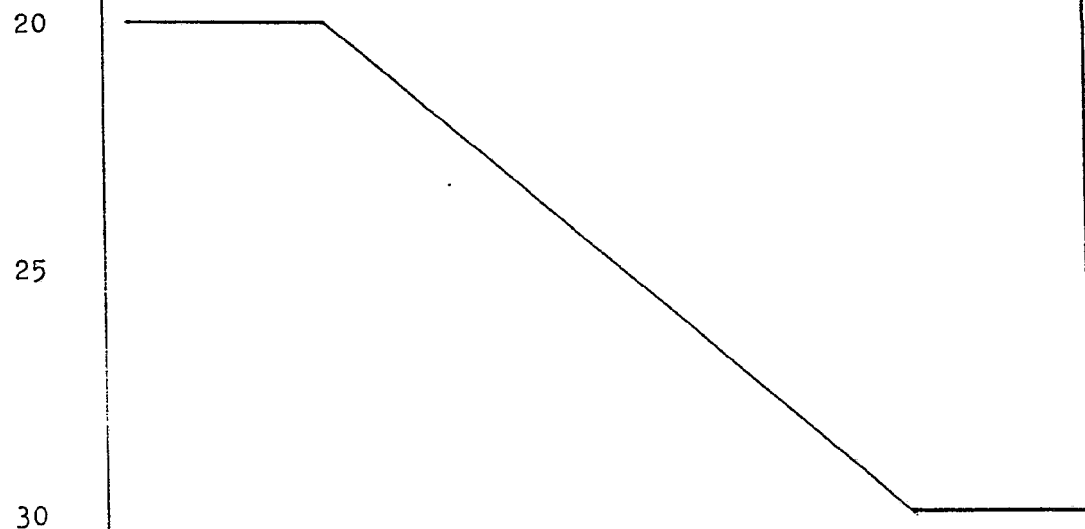


Tabla I

Soporte	R A G	
	Antes de impregnación (kg/cm ²)	Después de impregnación con H ₂ O (kg/cm ²) ⁴
A (Ejemplo I a)	11,2	15,9
B ("Davison 57") *Medido con H ₂ O	5,4	4,3

Tamaño medio de partícula (mm)	Volumen de poro* (ml/g)	Diámetro medio de poro (nm)
3,5	1,19	13,0
2,5	1,17	13,9

Tabla I

<u>Soporte</u>	<u>Tamaño medio de partícula (mm)</u>	<u>Volumen de poro[*] (ml/g)</u>	<u>Diámetro medio de poro (nm)</u>	<u>Antes de impregnación (kg/cm²)</u>
A (Ejemplo I a)	3,5	1,19	13,0	11,2
B ("Davison 57")	2,5	1,17	13,9	5,4

^{*}Medido con H₂O

Tabla I

medio ícula)	Volumen de poro ³ (ml/g)	Diámetro medio de poro (nm)	R A G	
			Antes de impregnación (kg/cm ²)	Después de impregnación con H ₃ PO ₄ (kg/cm ²) ⁴
5	1,19	13,0	11,2	15,9
5	1,17	13,9	5,4	4,3

EJEMPLO IIPreparación de etanol

5 Unas partículas de gel de sílice impregnadas con ácido fosfórico, que se habían preparado como se ha descrito en el Ejemplo I, se aplicaron como catalizadores en la preparación de etanol por hidratación de etileno, como sigue:

10 El catalizador (25 ml ó 20 g) se cargó en un tubo reactor dispuesto verticalmente, de acero inoxidable (AISI 316), que tenía un diámetro de 25 mm y una longitud de 300 mm, estando encerrado el catalizador por bolas de acero inoxidable de 2 mm de diámetro, que ocupaban un volumen de 75 ml tanto por encima como por debajo del lecho de catalizador. Las medidas de temperatura se hicieron
15 mediante un tubo de pirómetro que tenía un diámetro exterior de 6 mm y que estaba dispuesto en el centro del lecho de catalizador.

20 Una mezcla de etileno gaseoso y agua, en proporción molar agua/etileno de 0,56:1, se pasó continuamente a través del tubo reactor, en dirección ascendente, a una temperatura media de 270°C. La velocidad espacial fué 40 min⁻¹, que corresponde a 18,5 ml de agua líquida por hora y a 40 l N de etileno por hora, a una presión total de 60 bars.

25 Según resulta de un análisis por CGL tras un periodo de reacción de 31 horas, se forma etanol con muy alta selectividad. No se han detectado subproductos y, sobre todo, no ha tenido lugar formación de éter.

30 En la siguiente tabla 2 se dan más resultados del experimento.

Tabla 2

Soporte del catalizador	Carga de ácido (% en peso)	Velocidad de producción de etanol (g/l.h)	Contenido de etanol en el producto (% en peso)	R A G	
				Antes del uso (kg/cm ²)	Tras el uso (kg/cm ²)
A (Ejemplo I(a))	50	180	19,5	15,9	5,7
B ("Davison 57")	51	185	22,0	4,3	3,1

Tabla 2

<u>Soporte del catalizador</u>	<u>Carga de ácido (% en peso)</u>	<u>Velocidad de producción de etanol (g/l.h)</u>	<u>Contenido de etanol en el producto (% en peso)</u>
A (Ejemplo I(a))	50	180	19,5
B ("Davison 57")	51	185	22,0

1 Por la tabla 2 se ve que la RAG tras uso del ca-
talizador para producción de etanol es mucho mayor cuando
se aplica el catalizador de la invención, en comparación
5 con un catalizador preparado a partir de un soporte comer-
cial.

10

- REIVINDICACIONES -

15

Los puntos de invención propia y nueva que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Paten-
te de Invención en España, por VEINTE años, son los que se
recogen en las reivindicaciones siguientes:

20

1ª.- Procedimiento para preparar un catalizador
que comprende ácido fosfórico soportado sobre partículas
de gel de sílice poroso con un volumen de poros de al menos
0,6 ml/g y que tienen tanto gran resistencia al agua como
alta resistencia al aplastamiento a granel, caracterizado
porque a) se prepara un hidrosol de sílice mezclando una
25 solución acuosa de un silicato de metal alcalino con una
solución acuosa de un ácido, b) se convierte hidrosol de
sílice a la forma de gotitas, c) se deja que gelifiquen las
gotitas en un líquido que es inmisible con agua, d) se se-
paran las partículas de hidrogel que salen de dicho líqui-
do, e) se elimina por evaporación al menos un 25% de la can

30

07038

1 tidad de agua presente en las partículas de hidrogel, f) se
reduce el contenido de metal alcalino de las partículas de
hidrogel en un medio acuoso a menos del 1%, calculado sobre
material seco, y g) se impregnan las partículas de gel de
5 sílice resultantes con ácido fosfórico.

2a.- PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN CATALIZADOR.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 09. MAR 1978

P.A.

Fernando de Elizaburu
Por Poder.

