



ESPAÑA

7 ABR. 1976  
L. PROPIEDAD INDUSTRIAL

19 ES	11	NÚMERO	10 A1
	21	<b>402354</b>	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		<b>14 SET. 1977</b>	

**PATENTE DE INVENCION**

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NÚMERO		
P 26 41 429.9	15 de Septiembre de 1976	República Federal Alemana

47 FECHA DE PUBLICACION	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07D ; B015	

54 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA REGENERACION DE UN CATALIZADOR SOPORTE DE ACIDO BORICO SOBRE CARBON

71 SOLICITANTE (S)
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Leverkusen-Bayerwerk República Federal Alemana

72 INVENTOR (ES)
Harry Danziger, Otto Immel, Bernd-Ulrich Kaiser, Hans-Helmut Schwarz, Klaus Starke

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
Gomez-Acebo

La transposición de ciclohexanonoxima a caprolactama en fase gaseosa se efectua, entre otros, empleando catalizadores fijos de ácido bórico sobre soportes combustibles, por ejemplo, carbón activo u hollín. Tales catalizadores se pueden regenerar por oxidación con aire a temperaturas desde 400 hasta 800°C. Sin embargo, como los catalizadores a regenerar contienen residuos combustibles, el soporte del catalizador, que también es combustible, comienza frecuentemente a quemarse y, como consecuencia, se presentan encostramiento e incrustaciones.

El objeto de la presente invención es coordinar el empleo de un catalizador conteniendo ácido bórico sobre un soporte de carbón para la transposición de ciclohexanonoximas a caprolactama con su regeneración, de manera que el soporte no se rescolde durante su regeneración, el tiempo de regeneración se mantenga lo más corto posible y las necesidades de energía sean lo mas reducidas posible.

El objeto de la invención es un procedimiento para la regeneración de un catalizador de soporte, presente en forma granular, de ácido bórico sobre carbón, que se caracteriza porque una parte de por ejemplo, un 5 hasta 30 % en peso del catalizador se retira del reactor de lecho fluidificado para la transposición de ciclohexanonoxima a caprolactama con este catalizador, cuando la diferencia en el contenido de nitrógeno orgánico en el catalizador (según se define mas abajo) se encuentra entre un 0,3 y 2,0 % en peso y es sustituido por una cantidad igual de catalizador regenerado de manera que el contenido diferencial de nitrógeno orgánico se mantenga en el margen arriba mencionado; la cantidad de catalizador retirado se regenera con aire a una temperatura de 400 hasta 700° en un lecho fluidificado, y se retorna al reactor de transposición de lecho fluidificado cuando de éste último se retire una nueva cantidad de catalizador para su regeneración.

El "contenido diferencial de nitrógeno orgánico" del catalizador, en el contexto de la presente invención, es la diferencia en el contenido de nitrógeno orgánicamente ligado en % en peso que está contenido en el catalizador antes y después de la regeneración. Así, para determinar el contenido diferencial de nitrógeno orgánico se ha de determinar antes y después de la regeneración el contenido en nitrógeno, por ejemplo, según el método de Kjeldal y calcular la diferencia. El contenido en nitrógeno del catalizador aumenta durante la transposición de ciclohexanoxima a caprolactama. Según la presente invención este incremento del contenido en nitrógeno se emplea para fijar el momento en el cual es necesario regenerar el catalizador. Si el contenido en nitrógeno aumenta, entonces se sustituye una parte del catalizador por catalizador regenerado de manera que el contenido en nitrógeno del catalizador en el reactor se encuentre siempre en un 0,3 has 2 % en peso por encima del contenido de nitrógeno del catalizador regenerado.

En un aparato dado, el efecto de este procedimiento es que el catalizador se retira en intervalos regulares y es reemplazado por catalizador regenerado. Si se mantiene la regla arriba indicada para la extracción del catalizador, entonces también se mantiene constante el contenido en boro del catalizador debido a que durante la regeneración se quema aproximadamente tanto carbón como ácido bórico se volatiliza del catalizador durante la transposición. Las pérdidas de catalizador por abrasión, descarga y merma se han de reemplazar naturalmente por catalizador fresco.

La regeneración misma del catalizador está asimismo simplificada. El catalizador abandona generalmente el reactor de transposición a una temperatura de 300 hasta 350°C. La temperatura de regeneración es de 400 hasta 700°, preferentemente de 550 hasta 650°C. Se le puede por lo tanto agregar en un lecho fluidificado directamente

aire al catalizador, subiendo la temperatura por la combustión del carbón. Si la temperatura aumenta demasiado rápidamente entonces se le puede agregar adicionalmente catalizador a regenerar, si baja la temperatura se puede estrangular la alimentación de catalizador. Por lo tanto, la regeneración se puede realizar inicialmente sin alimentación exterior de energía o disipación de energía. Sólo cuando toda la cantidad de catalizador a regenerar haya sido alimentada se habrá, en caso dado, que calentar o enfriar. En la primera etapa de la regeneración se necesitan por lo general de 5 a 20 minutos, la segunda etapa 10 hasta 40 minutos, según la reactividad final del catalizador deseada.

#### Ejemplo 1

En un generador de lecho fluidificado, que se calentó con aire precalentado a  $580^{\circ}\text{C}$  se condujeron en el transcurso de 10 minutos 150 kg de 2000 kg de un catalizador de ácido bórico/hollín que se emplea en un reactor de lecho fluidificado para la transposición de ciclohexanonoxima a  $330^{\circ}\text{C}$  y que presenta un contenido diferencial de nitrógeno de un 1,0 %.

Durante este tiempo fluyen  $200 \text{ Nm}^3$  de aire al regenerador y se encargan de una velocidad del aire de unos 0,6 m/seg. durante la regeneración.

Terminada la adición se regenera aún durante veinte minutos a  $600^{\circ}\text{C}$  evacuándose ligeras cantidades de calor en exceso mediante enfriamiento.

Después de la regeneración el catalizador se introduce primeramente en un enfriador del catalizador y después se conduce al reactor de transposición. El catalizador regenerado no presentaba aglutinaciones de ninguna clase y era de gran actividad.

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.

Reivindicaciones

1.- Procedimiento para la regeneración de un catalizador soporte de ácido bórico sobre carbón, presente en forma granular, en un procedimiento para la transposición de ciclohexanonoximas a caprolactama en un reactor de lecho fluidificado en un catalizador de ácido bórico soportado sobre carbón, caracterizado porque una parte del catalizador se retira del reactor de lecho fluidificado cuando el contenido diferencial en nitrógeno orgánico en el catalizador es de un 0,3 hasta 2,0 % en peso y dicha cantidad es reemplazada por una cantidad igual de catalizador regenerado manteniéndose el contenido diferencial de nitrógeno orgánico dentro del margen entre un 0,3 y 2,0 % en peso y porque la parte de catalizador retirada se regenera con aire en un lecho fluidificado a una temperatura entre 400 y 700°C y se retorna al reactor de lecho fluidificado empleado para la transposición de ciclohexanonoxima cuando una cantidad ulterior de catalizador sea retirada para su regeneración.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la regeneración se efectúa a una temperatura entre 550°C y 650°C.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque, la cantidad de catalizador retirada asciende aproximadamente a un 3 hasta 30 % en peso, calculado sobre la cantidad total de catalizador empleado para la transposición.

4.- Procedimiento para la regeneración de un catalizador soporte de ácido bórico sobre carbón, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

La presente memoria consta de 7 hojas escritas a máquina por una sola cara.

14 SET. 1977

Madrid,

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMBO

P. P. Firmado: J. Suarez Otero

