(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 645 030**

(51) Int. Cl.:

C07C 209/36 (2006.01)
C07C 211/46 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.05.2010** **PCT/EP2010/056056**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **18.11.2010** **WO10130604**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.05.2010** **E 10715897 (4)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.07.2017** **EP 2429983**

(54) Título: **Procedimiento para la preparación de anilina**

(30) Prioridad:

14.05.2009 EP 09160263

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
01.12.2017

(73) Titular/es:

BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE

(72) Inventor/es:

KÖNIGSMANN, LUCIA;
SCHWAB, EKKEHARD;
HESSE, MICHAEL;
SCHNEIDER, CHRISTIAN;
HEIDEMANN, THOMAS;
LIEKENS, CELINE;
BICKELHAUPT, JUTTA y
THEIS, DIRK

(74) Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 645 030 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de anilina

La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de aminas aromáticas, principalmente de anilina, usando catalizadores que contienen cobre sobre soportes de SiO_2.

Ya desde hace tiempo se conocen procedimientos de preparación de aminas aromáticas como la anilina mediante hidrogenación de los nitro-compuestos correspondientes. La publicación WO 2008/034770 se refiere a un procedimiento para la preparación de aminas aromáticas en un reactor de lecho fluidizado. En este caso, la mezcla gaseosa de reacción que contiene el nitro-compuesto y el hidrógeno fluyen de abajo hacia arriba a través de un catalizador heterogéneo en forma de partículas que forman un lecho fluidizado. En el lecho fluidizado se proporcionan instalaciones internas que contienen a su vez el catalizador, en cuyo caso las instalaciones internas presentan una geometría especial. Como catalizadores pueden emplearse catalizadores tanto soportados como también no soportados, que contienen metales pesados del grupo 1 y/o de los grupos 5 a 8 del sistema periódico de los elementos (SPE), principalmente de uno o de varios de los elementos cobre, paladio, molibdeno, volframio, níquel o cobalto. Sin embargo, respecto del soporte contenido opcionalmente no se encuentran contenidas informaciones adicionales.

La publicación CN-A 1 657 162 se refiere a un catalizador de lecho fluidizado para la preparación de anilina mediante hidrogenación de nitrobenceno. El catalizador contiene SiO_2 en calidad de soporte, así como cobre, cromo, molibdeno y otro metal seleccionado de níquel, zinc, bario, vanadio, bismuto, plomo o paladio. Los metales mencionados antes se presentan en el catalizador en forma de óxido en una proporción especiada de peso. Los metales mencionados antes se introducen ya durante la preparación de SiO_2 en forma de soluciones acuosas de sal; por lo contrario, los metales no se fijan al soporte ya preparado.

Un procedimiento para la preparación de aminas aromáticas como la anilina mediante hidrogenación de los compuestos nitro-aromáticos correspondientes por medio de hidrógeno en catalizadores fijos en su sitio, en condiciones adiabáticas se encuentra descrito en la publicación EP-A 1 882 681. Como catalizadores son adecuados teóricamente todos los catalizadores que pueden emplearse para la hidrogenación en fase gaseosa de nitro-compuestos. El componente metálico de los catalizadores puede presentarse en forma de una aleación o como un óxido mixto y el catalizador puede prepararse opcionalmente usando un material inerte de soporte. Como materiales de soporte se toman en consideración, por ejemplo, óxido de aluminio (modificación α y γ), SiO_2, TiO_2, tierra roja, silicatos de sodio, potasio o litio, o grafito. Preferentemente, como metales se

Las publicaciones EP-A 1 935 871 y DE-A 10 2006 007 619 se refieren principalmente a la purificación de anilina que ha sido preparada mediante hidrogenación de nitrobenceno en presencia de catalizadores. La purificación puede efectuarse mediante procedimientos especiales de destilación o mediante extracción con una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino. Como catalizadores son adecuados, por ejemplo, los metales del subgrupo 8 del SPE y que se aplican opcionalmente sobre materiales de soporte tales como carbono u óxidos de magnesio, aluminio y/o silicio. Catalizadores adecuados son, por ejemplo, catalizadores de cobalto Raney o de níquel Raney. Además, son adecuados catalizadores heterogéneos, fijos, sobre soportes, tales como de Pd sobre óxido de aluminio o sobre soporte de carbón.

La publicación CN-A 1 634 860 se refiere a un distribuidor de gas en un reactor de lecho fluidizado, el cual se incorpora a la síntesis de anilina en un reactor de lecho fluidizado. El distribuidor de gas contiene diferentes direcciones de chorro, en cuyo caso el conducto tubular de entrada del gas principal está unido con el punto central de la cruz de un conducto tubular cruzado ramificado, mientras que un conducto de tubo anular para distribución de gas se divide en 1 a 10 círculos y se conecta al conducto tubular ramificado. En el reactor de lecho fluidizado se usan un catalizador de metal soportado con un tamaño medio de partícula de 45 a 300 µm, en cuyo caso la altura estática de llenado del catalizador es de dos a 10 veces el diámetro del reactor. El catalizador contiene cobre como componente activo principal y como soporte se usan SiO_2 o Al_2O_3.

Desde hace tiempo se conocen procedimientos (procedimiento de sol-gel) para la preparación de materiales de soporte para catalizadores, por ejemplo de dióxido de silicio (SiO_2). Un procedimiento especial de preparación de catalizadores soportados se divulga en la publicación DE-A 10 2004 006 104. En este procedimiento primero se prepara un hidrogel el cual se muele a continuación para obtener un hidrogel en forma de partículas finas, a partir de lo cual a su vez se genera una suspensión coloidal a base del hidrogel en forma de partículas finas. A continuación, la suspensión coloidal es secada por pulverización para obtener el soporte del catalizador. Sobre el soporte del catalizador se aplica al menos un metal de transición y/o al menos un compuesto de metal de transición. En teoría, todos los metales de transición son adecuados, entre otros también cobre, níquel, platino, paladio, níquel, hierro, cromo o titanio. Los catalizadores se emplean para la polimerización y/o copolimerización de olefinas; a partir de las olefinas pueden prepararse a su vez fibras, películas y/o artículos moldeados. Sin embargo, el uso de los catalizadores para la preparación de anilina en un procedimiento de hidrogenación no se describe en la publicación DE-A 10 2004 006 104.

La publicación DE 1 442 567 describe un procedimiento para la síntesis de anilina mediante la hidrogenación de nitrobenceno en presencia de un catalizador que contiene cobre, el cual ha sido soportado sobre ácido silícico. En este caso se muele el ácido silícico cuajado en un molino de discos de corindón, luego se inyecta en una torre de secado, se seca por medio de aire seco y se empapa en una solución de cobre. No se divulga la adición de una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino.

La publicación DE 1 278 411 también divulga un procedimiento para la preparación de anilina mediante hidrogenación de nitrobenceno en presencia de un catalizador que contiene cobre el cual tiene un soporte de ácido silícico. En este caso, la solución de silicato de sodio, de potasio o de litio se mezcla con una solución de cobre, se muele la masa en un molino de discos de corindón, se inyecta a una torre de secado y se seca en la torre de secado por medio de aire seco. Sin embargo, aquí no se describe la adición de una solución de hidróxido de metal alcalino.

La publicación DE 1 127 904 divulga un procedimiento de un catalizador de cobre que pueden usarse para la síntesis de nitro-compuestos aromáticos mediante la precipitación de cobre sobre un soporte de SiO_2. En este caso un hidrogel de SiO_2 se impregna con una solución de nitrato de cobre (II), se remueve, se filtra, se lava y se seca por pulverización. Aquí, igualmente, no se divulga la adición de una solución de hidróxido de metal alcalino.

El objetivo fundamental de la presente invención consiste en proporcionar un nuevo procedimiento económico para la preparación de aminas aromáticas, principalmente de anilina.

El objetivo se logra mediante un procedimiento para la preparación de aminas aromáticas mediante hidrogenación catalítica del nitro-compuesto aromático correspondiente, que se caracteriza porque a) la amina aromática es anilina y porque se emplea un catalizador que contiene cobre con un soporte que contiene SiO_2, en cuyo caso el SiO_2 ha sido preparado mediante molienda en mojado y secado subsiguiente por pulverización, y b) durante o a continuación de la molienda en mojado se adiciona una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino.

El procedimiento según la invención tiene la ventaja de que puede prepararse anilina con un alto rendimiento y/o una alta pureza química. Además, el procedimiento según la invención puede realizarse de manera muy sencilla en términos de la tecnología de los procedimientos. Se considera una ventaja adicional que mediante la molienda en mojado, la cual se realiza antes de del secado por pulverización, se prepara un soporte de catalizador que es muy estable mecánicamente. Los catalizadores empleados en el procedimiento de la invención se caracterizan por una alta resistencia a la abrasión. Una alta resistencia a la abrasión provoca a su vez un tiempo prolongado de vida útil del catalizador. Es decir que el catalizador puede emplearse por un lapso de tiempo más largo en la hidrogenación de nitrobenceno para obtener anilina, en cuyo caso la conversión y/o la selectividad para anilina se mantienen constantes durante un largo lapso de tiempo o se reducen sólo de manera insignificante.

Se prepara un catalizador particularmente resistente a la abrasión siempre que durante o a continuación de la molienda en mojado se adicione una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino. El material de soporte obtenido en este caso presenta menos fisuras que (las partículas de) el material de soporte en el cual no se efectúa una adición de solución acuosa de hidróxido de metal alcalino, sino a continuación de la molienda en mojado se realiza un paso de secado y/o de calcinación.

A continuación se describe más detalladamente el procedimiento para la preparación de anilina según la invención.

En el contexto de la presente invención, hidrogenación catalítica significa la conversión de nitrobenceno con hidrógeno en presencia de un catalizador en anilina. La hidrogenación catalítica puede realizarse en este caso de acuerdo con métodos conocidos por el experto en la materia. Por ejemplo, la presión puede ser de 1 a 50 bares, preferiblemente de 2 a 20 bares, de modo particularmente preferido de 2 a 10 bares. La temperatura de hidrogenación es, por ejemplo, de 150 a 400 °C, preferiblemente de 200 a 300 °C, de modo particularmente preferido de 270 a 300 °C.

El catalizador empleado en el procedimiento según la invención contiene como componente metálico (catalíticamente activo) cobre (catalizador que contiene cobre). Además, el catalizador se basa en un soporte que contiene dióxido de silicio (SiO_2). El SiO_2 contenido en el soporte del catalizador que contiene cobre fue preparado mediante molienda en mojado y subsiguiente secado por pulverización. En otras palabras, esto significa que al preparar el soporte del catalizador que contiene cobre se realiza un paso de molienda en mojado. A continuación del paso de molienda en mojado se efectúa un paso de secado por pulverización.

El catalizador empleado en el procedimiento según la invención puede contener cobre (la indicación siguiente de concentración se calcula como CuO) en concentraciones cualesquiera. El catalizador contiene preferentemente cobre en 15 a 40% en peso, principalmente en 25 a 35% en peso. Las indicaciones de porcentaje en peso de cobre así como de los otros metales opcionalmente presentes se refieren al peso total del catalizador, es decir incluido el material de soporte. El cobre así como los otros metales opcionalmente presentes pueden encontrarse en este caso en estados de oxidación cualesquiera, por ejemplo en el estado de oxidación 0 (cobre metálico) y/o en el estado de oxidación +I y/o +II en forma de óxidos de cobre. Lo mismo aplica para los otros metales opcionalmente presentes.

Como otros metales, el catalizador que contiene cobre puede contener al menos un metal (como elemento puro o en forma de un compuesto, por ejemplo óxido) que se selecciona del grupo principal I, del grupo principal II, del subgrupo VI y del subgrupo II del SPE. Dado el caso, también pueden estar contenidos otros metales en el catalizador que contiene cobre, los cuales son conocidos por el experto en la materia de los procedimientos de preparación de anilina, por ejemplo paladio, níquel, cobalto o platino. El catalizador que contiene cobre contiene de preferencia adicionalmente al menos un metal que se selecciona de potasio (K), sodio (Na), bario (Ba), cromo (Cr), molibdeno (Mo), paladio (Pd), zinc (Zn), volframio (W), níquel (Ni) o cobalto (Co). El catalizador que contiene cobre contiene de modo particularmente preferido adicionalmente al menos un metal que se selecciona de potasio, bario o zinc. Los metales adicionales pueden estar contenidos en el catalizador que contiene cobre en concentraciones cualesquiera; la suma del peso de los otros componentes metálicos es, no obstante, preferiblemente inferior al peso del cobre contenido en el catalizador. La suma de los metales adicionales contenidos en el catalizador que contiene cobre es preferiblemente de 1 a 10% en peso, principalmente de 1 a 5% en peso.

Los procedimientos para la preparación de catalizadores que contienen cobre son conocidos en teoría por el experto en la materia. En tal caso, el cobre y, dado el caso, los metales adicionalmente presentes por una parte pueden aplicarse sobre el soporte ya preparado. Esto significa que primero se prepara el soporte como tal, antes de que se aplique el cobre y opcionalmente al menos otro metal sobre el soporte terminado. En el contexto de la presente invención, un soporte terminado significa que las partículas individuales del catalizador ya se han formado (casi) completamente. Un soporte terminado se presenta, por lo tanto, ya después del paso de molienda en mojado y del subsiguiente paso de secado por pulverización. La aplicación de cobre y/o de otros metales se efectúa después del paso de secado y/o de calcinación de las partículas del soporte terminado.

Por otra parte, el cobre y/o los otros metales también pueden introducirse al procedimiento de preparación del catalizador durante la preparación del soporte. El catalizador que contiene cobre del procedimiento según la invención se prepara aplicando cobre y opcionalmente al menos otro metal sobre el soporte terminado que contiene SiO_2. Los métodos para aplicar metales como cobre sobre un soporte terminado son conocidos por el experto en la materia. La aplicación se efectúa de preferencia empapando el soporte con una solución que contiene cobre y opcionalmente al menos otro metal. El cobre y los otros metales pueden adicionarse, por ejemplo, como soluciones de carbonato, principalmente soluciones alcalinas de carbonato de amonio o soluciones alcalinas de nitrato. La adición puede efectuarse por porciones para cada componente metálico, o sino también puede efectuarse en un paso.

El catalizador que contiene cobre presenta de preferencia una superficie de 150 a 380 m^2/g. Además se prefiere emplear el catalizador que contiene cobre como un catalizador de lecho fluidizado (en un reactor de lecho fluidizado).

El catalizador que contiene cobre, del procedimiento según la invención, contiene un soporte, en cuyo caso el soporte contiene a su vez SiO_2, el cual ha sido preparado mediante molienda en mojado y secado subsiguiente por pulverización. Los procedimientos de molienda en mojado (moliendas en mojado) para la preparación de partículas de un tamaño determinado son conocidos en teoría por el experto en la materia. Por molienda en mojado en el contexto de la presente invención se entiende la trituración del dióxido de silicio (SiO_2) ya formado para obtener partículas de un tamaño/diámetro determinado. La trituración se efectúa moliendo en un molino adecuado para esto, por ejemplo un molino de púas o un molino de disco de impacto, principalmente un molino de esferas agitadoras. El dióxido de silicio que va a triturarse se carga previamente en este caso en un líquido. El dióxido de silicio que se encuentra en el líquido se denomina solución coloidal. La solución coloidal tiene preferentemente un contenido de sólidos de 10 a 15% en peso y un valor de pH de 5 a 10. Preferentemente es una suspensión de SiO_2, principalmente una suspensión acuosa de SiO_2.

El SiO_2 contenido en la solución coloidal durante la molienda en mojado puede prepararse según el procedimiento conocido por el experto en la materia. El SiO_2 se prepara preferiblemente según el procedimiento de sol-gel (producción de gel de sílice). El silicato de sodio, tal como Na_2SiO_3 puede reaccionar, por ejemplo, con ácido sulfúrico para obtener SiO_2. El producto de reacción puede lavarse con solución acuosa de amoníaco y/o con dióxido de carbono disuelto en agua. El material obtenido en este caso tiene forma de granos gruesos y por lo regular se introduce a continuación a un procedimiento de trituración, principalmente un procedimiento de molienda. En el contexto de la presente invención esto se efectúa como una molienda en mojado.

Las partículas de SiO_2 preparadas durante la molienda en mojado pueden tener tamaños/diámetros cualesquiera. De preferencia, por medio de la molienda en mojado se preparan partículas de SiO_2 con un diámetro (promedio) de 1 a 35 µm, principalmente de 2 a 30 µm. El SiO_2 preparado durante la molienda en mojado y el secado subsiguiente por pulverización tiene preferentemente un área superficie de 400 a 620 m^2/g.

El soporte del catalizador que contiene cobre contiene preferentemente más de 95% en peso, principalmente más de 98% en peso de SiO_2, respecto del soporte como tal sin consideración de los componentes metálicos catalíticamente activos. El soporte es preferentemente libre o libre en gran medida de aditivos y/o aglutinantes. Sin embargo, junto con el SiO_2 opcionalmente pueden estar contenidos otros aditivos, aglutinantes u otras sustancias en el soporte. Estos componentes adicionales pueden agregarse ya sea antes del paso de molienda en mojado, por ejemplo durante el procedimiento de sol-gel, durante o incluso después del paso de molienda en mojado. Dado el caso, el catalizador que

contiene cobre también puede emplearse sobre una mezcla de soportes que contienen SiO_2 así como en otros materiales soporte que son conocidos por el experto en la materia, tal como óxido de aluminio.

El SiO_2 obtenido en el paso de molienda en mojado puede usarse opcionalmente de manera directa como soporte para el catalizador que contiene cobre. Normalmente, después del paso de molienda en mojado se realiza un paso adicional de secado por pulverización y opcionalmente un paso de calcinación. El secado y/o la calcinación de SiO_2, el cual se obtiene mediante los pasos de molienda, principalmente pasos de molienda en mojado, son conocidos por el experto en la materia. En el paso de secado, mediante pulverización preferiblemente se retira el líquido que proviene de la solución coloidal. A continuación del paso de secado preferentemente se realiza un paso de calcinación. Los pasos de calcinación se realizan preferentemente a temperaturas de 150 a 300 °C, principalmente 250 a 280 °C. La duración de calcinación normalmente es de 1 a 5 horas.

En la presente invención al SiO_2 se le agrega una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino durante o después de la molienda en mojado. De preferencia se agrega una solución acuosa de hidróxido de sodio (NaOH), por ejemplo en forma de una solución al 25%. Esto se realiza preferentemente a continuación de la molienda en mojado, es decir a una suspensión coloidal que ya contiene partículas de SiO_2 del tamaño deseado, de preferencia partículas de SiO_2 con un diámetro de 1 a 35 µm. Este paso se realiza principalmente brevemente antes de un paso de secado, principalmente un paso de secado por pulverización del líquido de la suspensión coloidal. En otra forma de realización de la presente invención se mezclan entre sí al menos dos fracciones que se obtienen mediante la molienda en mojado, en cuyo caso las dos fracciones contienen partículas de SiO_2 con un diámetro (promedio) diferente. A continuación de la operación de mezclado, puede efectuarse, por ejemplo, la adición de una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino y/o el secado, o los pasos de calcinación.

En una forma de realización de la presente invención, el catalizador que contiene cobre, que ha sido descrito previamente, puede emplearse en un reactor de lecho fluidizado, en el cual se proporcionan instalaciones internas en el lecho fluidizado los cuales dividen el lecho fluidizado en una pluralidad de celdas dispuestas horizontalmente y una pluralidad de celdas dispuestas verticalmente en el reactor de lecho fluidizado. Tales reactores de lecho fluidizado se describen, por ejemplo, en la publicación WO 2008/034770. En este caso se hace pasar una mezcla de gaseosa de reacción que contiene el nitro-compuesto correspondiente y el hidrógeno de abajo hacia arriba por el catalizador que contiene cobre en el reactor de lecho fluidizado. Las paredes de las celdas son permeables al gas y tienen orificios que garantizan una tasa de intercambio del catalizador que contiene cobre en dirección vertical, en el intervalo de 1 a 100 l/hora por litro de volumen de reactor.

Los orificios en las paredes de las celdas que están dispuestas en el reactor de lecho fluidizado garantizan preferiblemente una tasa de intercambio del catalizador que contiene cobre en dirección vertical en el intervalo de 10 a 50 l/hora por litro de volumen de reactor y en dirección horizontal de 0 o en el intervalo de 10 a 50 l/hora por litro de volumen de reactor. Además se prefiere configurar las instalaciones internas como empaques de canal cruzado con placas metálicas, metal expandido o capas de tejido, permeables al gas, dobladas, dispuestas en dirección vertical en el reactor de lecho fluidizado, paralelas entre sí, con bordes doblados que forman áreas dobladas con un ángulo de inclinación diferente de 0 hacia la vertical, en cuyo caso las superficies dobladas de las placas metálicas, metal expandido o capas de tejido consecutivas tienen el mismo ángulo de inclinación, aunque con el signo opuesto y de esta manera forman celdas delimitadas en dirección vertical mediante estrechamientos entre los bordes doblados. El ángulo de inclinación de las superficies de presión hacia la vertical se encuentra en el intervalo de 10 a 80°, principalmente entre 30 y 60°.

En otra forma de realización, el catalizador se emplea en un reactor de lecho fluidizado tal como se describe, por ejemplo, en la publicación DE-A 11 48 20 o la publicación DE-A 11 33 394.

En otra forma de realización de la presente invención, el procedimiento se realiza en un reactor de lecho fluidizado en el cual se encuentra incorporado un distribuidor de gas. Tales distribuidores de gas son conocidos por el experto en la materia; se describen, por ejemplo, en la publicación CN-A 1 634 860.

Las aminas aromáticas preparadas en el procedimiento según la invención pueden someterse opcionalmente después de la hidrogenación catalítica a uno o varios pasos de purificación. De esta manera, el agua presente en la reacción puede separarse mediante destilación de la amina aromática obtenida de la mezcla de reacción; en un único paso de destilación, el contenido de agua de la amina orgánica puede disminuirse a menos de 20% en peso respecto de la mezcla de amina orgánica y agua. El calor de reacción que se libera durante la hidrogenación puede usarse para el calentamiento de la destilación descrita previamente. La columna de destilación es operada preferentemente a una presión absoluta de la parte superior por debajo de 1 bar. Además, también pueden separarse mediante destilación los compuestos que tienen un punto bajo de ebullición, los cuales se presentan eventualmente.

Dado el caso, la amina aromática (amina cruda) que se obtiene durante la hidrogenación es extraída con una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino y a continuación se separan una de otra la fase acuosa y la fase orgánica. En este caso la concentración de la solución empleada de hidróxido de metal alcalino y la temperatura durante la extracción se ajustan de manera tal que al separar la fase acuosa de la fase orgánica la fase acuosa representa la fase inferior. La extracción se realiza preferentemente a temperaturas de 30 a 50 °C.

La invención se aclara aún más por medio de los ejemplos siguientes.

Ejemplo 1: Preparación de soportes

A partir de silicatos de sodio, potasio o litio y ácido sulfúrico se prepara un hidrosol de ácido silícico mediante pulverización en gotas individuales, con un tiempo de formación de gel de 1-15 segundos. Las gotas de hidrosol adoptan en este caso una forma esférica y se alojan en el agua. A continuación se lavan. Las esferas de hidrogel obtenidas de esta manera contienen 14-20% en peso de SiO_2.

Las esferas de hidrogel se muelen luego adicionando H_2O en un molino de esferas agitadoras para obtener una suspensión coloidal que tiene un contenido de sólidos de 13% en peso. Después, la suspensión coloidal se mezcla con NaOH al 25% y a continuación se seca por pulverización. Finalmente se calcina el polvo obtenido de esta manera a 260-280°C durante 4 h. Las partículas obtenidas de esta manera tienen una forma microesferoidal con las siguientes características:

- densidad aparente 470 kg/m^3

- tamaño de partícula 10 - 300 µm

- área de superficie según BET 480 m^2/g

Ejemplo 2: Preparación de un catalizador que contiene cobre

60 g del soporte del ejemplo 1 se carga previamente en un evaporador de rotación a 120 °C de la temperatura del baño de aceite. Al soporte se agrega por porciones una mezcla de 179,02 g de solución amoniacal de carbonato de cobre, 1,74 g de nitrato de potasio y 1,4 g de nitrato de zinc. El catalizador preparado se seca y a continuación se calcina a 200-550 °C durante 135 minutos (catalizador 1).

Los datos analíticos del catalizador 1 se recopilan en la siguiente tabla 2:

Tabla 2

	Fracción de material fino (%)	Abrasión (%)	Área según BET m^2/g	Densidad aparente kg/m^3
Catalizador 1	4,3	8,8	375	790

La medición de las tasas de abrasión se efectúa en un aparato de abrasión por chorro. El ensayo de abrasión simula las tensiones mecánicas a las cuales se somete un material fluidizado (por ejemplo un catalizador) en un lecho fluidizado de gas/sólido, y proporciona una tasa de abrasión y una fracción de materiales finos que describe el comportamiento de resistencia.

El aparato de abrasión se compone de una base de boquillas (Ø de boquilla = 0,5 mm), la cual está unida con un tubo de vidrio de manera hermética al gas y el sólido. Por encima del tubo de vidrio se encuentra fijado un tubo de acero con una ampliación cónica, también hermético al gas y el sólido. La planta se conecta a una red de aire comprimido de 4 bares. Una válvula de reductora disminuye la presión antes de la planta a 2 bares de presión absoluta.

En la planta se introducen 60,0 g de catalizador. La cantidad de aire comprimido para la realización del ensayo es de 350 l/hora. La planta misma es operada en condiciones atmosféricas (1 bar, 20 °C). Mediante colisiones partícula/partícula y partícula/pared se erosionan o se trituran las partículas debido a la alta velocidad del gas en la boquilla. El sólido descargado pasa por un arco del tubo a un cartucho de papel filtro (ancho de poro de 10-15 µm) y el gas purificado fluye al sistema de aire de escape de laboratorio.

Los sólidos depositados (partículas < 20 µm) son pesados después de una hora (definidos como contenido de material fino) y después de 5 horas (definidos como abrasión).

Ejemplo 3: Preparación de anilina

El desempeño del catalizador 1 se ensaya en operación continua en un reactor de 5 l [T = 290 °C, p = 6 bares de presión absoluta, hidrógeno: 2 Nm^3/h H_2, N_2: 8 Nm^3/h, carga de catalizador 0,91 kg_{MNB}/kg_{cat} x h]. El nitrobenceno precalentado es bombeado al reactor por medio de una boquilla de dos sustancias y allí es nebulizado en el orificio de la boquilla con una parte de la corriente de hidrógeno.

Con el catalizador 1, fue lograda una conversión de 100% y una selectividad > 99,5 % durante 11 ciclos de un total de 500 horas. Después de 11 ciclos se detuvo la reacción aunque el catalizador todavía estaba activo.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de aminas aromáticas mediante hidrogenación catalítica del nitro-compuesto aromático respectivo, caracterizado porque la amina aromática es anilina y porque se emplea un catalizador que contiene cobre con un soporte que contiene SiO_2, el SiO_2 había sido preparado mediante molienda en mojado y secado subsiguiente por pulverización y se adiciona una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino durante o después de la molienda en mojado.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el catalizador, que contiene cobre, contiene cobre en 15 a 40% en peso.

3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el catalizador que contiene cobre contiene adicionalmente al menos un metal que se selecciona de potasio, sodio, bario, cromo, molibdeno, paladio, zinc, volframio, níquel o cobalto.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el catalizador que contiene cobre tiene una superficie de 150 a 380 m^2/g.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el catalizador que contiene cobre se emplea como un catalizador de lecho fluidizado.

6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque en la molienda en mojado se preparan partículas de SiO_2 con un diámetro de 1 a 35 µm.

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque en la molienda en mojado se emplea una suspensión coloidal con un contenido de sólidos de 10 a 15% en peso.

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque durante o después de la molienda en mojado se adiciona una solución acuosa de NaOH.

9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el SiO_2 preparado mediante la molienda en mojado y el secado subsiguiente por pulverización tiene una superficie de 400 a 620 m^2/g.

10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el cobre y opcionalmente al menos otro metal se aplican sobre el soporte terminado que contiene SiO_2.

11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la aplicación se efectúa empapando el soporte con una solución que contiene cobre y opcionalmente al menos otro metal.