



951

15 FEB 1965 69

196569

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de BAKER & COMPANY, INCORPORATED, entidad norteamericana, establecida en 113 Astor Street, Newark, Nueva Jersey, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA CREAR UNA ATMOSFERA CONTROLADA"

- 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 -

Este invento se refiere a un procedimiento de ofrecer una atmósfera controlada, y más especialmente a la producción de nitrógeno y mezclas de éste e hidrógeno.

El uso de atmósferas controladas es bien



1951

196569

5 conocido para una gran variedad de propósitos. Las mismas se emplean, por ejemplo, en operaciones de recocido y otros procesos metalúrgicos. Se usan para refrigerar y conservar alimentos. El nitrógeno, como tal, se emplea también en un número de procedimientos para otros fines. Pero en general el objeto principal del uso de una atmósfera controlada es impedir la oxidación, por ejemplo, de metales, que ocurriría de otro modo en presencia de aire.

10 Cuando es pequeña la cantidad de atmósfera controlada, se recurre generalmente a nitrógeno en tanques y, cuando se necesita una atmósfera reductora, también a nitrógeno en tanques. En otras operaciones en escala relativamente grande, se emplean los productos de  
15 combustión de gas, bien sea gas urbano bien gas natural, por supuesto después de separar cualesquiera componentes indeseados, tales como dióxido carbónico etc. Una fuente de atmósfera controlada altamente purificada, que es hoy tal vez la más barata y la más eficaz para su uso en gran  
20 escala, es el disociador de amoníaco que suministra, al fraccionar el amoníaco por calor, una mezcla gaseosa de 25% de nitrógeno y 75% de oxígeno.

Pero las actuales fuentes de atmósferas controladas adolecen de un número de inconvenientes.

25 Las atmósferas fuertes obtenidas de la combustión de gas urbano o natural no son puras y por tanto no pueden emplearse en muchos procedimientos. El nitrógeno y el hidrógeno en tanques son caros, y en cada



1951

196569

recipiente sólo se dispone de una cantidad de gas relativamente pequeña. Los disociadores de amoniaco son muy caros y de funcionamiento peligroso. Sólo son económicos en el uso en gran escala, y aún entonces están sujetos a un número de limitaciones. En primer lugar, la disociación del amoniaco es una reacción endotérmica y por tanto el disociador del amoniaco requiere calentamiento continuo, que resulta muy caro. En segundo lugar, el disociador suministra una mezcla de hidrógeno y nitrógeno con 75% de hidrógeno, esto es, una concentración de hidrógeno que al contacto con el aire es altamente explosiva, y que en general es muy superior a la deseada. De aquí que a veces se usa un equipo suplementario para quemar la parte no deseada de la concentración de hidrógeno, procedimiento que no solo aumenta el gasto sino que es también peligroso. Se han hecho ensayos de quemar amoniaco con una cantidad regulada de aire para obtener nitrógeno o mezclas del mismo e hidrógeno, pero a pesar del alto valor calórico del amoniaco en combustión, estos dispositivos no han dado resultados satisfactorios.

Un objeto de este invento es ofrecer una fuente sencilla, segura y barata de atmósfera controlada, para su uso lo mismo en pequeña que en gran escala.

Otro objeto del invento es ofrecer, como atmósfera controlada o de otro modo, una fuente de nitrógeno libre de hidrógeno, o que contenga sólo una cantidad determinada y controlada del mismo, y libre de oxígeno.



1951

196569

Otros objetos y ventajas del invento se verán en la descripción del mismo que sigue.

El invento se representa en los dibujos adjuntos, que forman parte del presente, y en los cuales:

5 La figura 1 muestra un diagrama esquemático de las diversas operaciones del método, y

La figura 2 representa una vista en corte de una cámara catalizadora.

10 Según el presente invento, el nitrógeno, y, si se quiere, el hidrógeno adicional, se producen de amoniaco por combustión y fraccionamiento catalíticos, de manera que el nitrógeno o la mezcla del mismo e hidrógeno resultante sean virtualmente puros y, si se trata de la mezcla de nitrógeno e hidrógeno, tenga la deseada  
15 concentración específica de hidrógeno.

El primer detalle u operación del procedimiento del invento comprende la combustión catalítica y el fraccionamiento de amoniaco gaseoso. En cuanto a la oxidación de amoniaco, conoce la técnica dos reacciones  
20 diferentes. La más comúnmente conocida es la de oxidar el amoniaco para formar óxidos de nitrógeno (según la fórmula  $4 \text{NH}_3 + 5 \text{O}_2 = 4 \text{NO} + 6 \text{H}_2\text{O}$ , en presencia de un catalizador sólido, por ejemplo tela metálica de platino. La otra reacción empleada en el caso presente, es la de  
25 oxidar el amoniaco para formar nitrógeno según la fórmula  $4 \text{NH}_3 + 3 \text{O}_2 = 4 \text{N}_2 + 6 \text{H}_2\text{O}$ . El fraccionamiento del amoniaco supone la fórmula  $4 \text{NH}_3 = 2 \text{N}_2 + 6 \text{H}_2$ .



196569

Cuando se desea producir hidrógeno puro partiendo de amoníaco sólo tiene lugar la oxidación. Sin embargo, cuando se desea la mezcla de hidrógeno la parte inicial del procedimiento comprende la oxidación y el fraccionamiento. La oxidación del amoníaco para obtener nitrógeno es una reacción exotérmica y de hecho una reacción fuerte, al paso que la disociación de amoníaco es una reacción endotérmica. En el método del invento podemos emplear la reacción exotérmica sola o simultáneamente la reacción exotérmica y la endotérmica, en proporción que depende de la cantidad de hidrógeno deseada en la mezcla. La proporción es controlada por la cantidad de amoníaco en la mezcla de amoníaco y aire en exceso de la proporción estequiométrica de la fórmula  $4 \text{NH}_3 + 3\text{O}_2 = 4\text{N}_2 + 6\text{H}_2\text{O}$ , por ejemplo, en casos de una mezcla normal de amoníaco y aire superior a 21.83% de amoníaco por volumen.

Otro detalle u operación del método del invento es que empleamos como mezcla de partida una en la cual hay un exceso de amoníaco además de la proporción estequiométrica, y que eliminamos cualquier exceso no necesario de hidrógeno mediante la combustión catalítica sin llama del exceso.

Cuando la reacción produce también algunos vestigios de nitrógeno, como es inevitable especialmente en la producción de mezclas de baja concentración de hidrógeno (de hasta un 5% aproximadamente de  $\text{H}_2$ ), otro detalle del método completo del invento es eliminar dichos



196569

vestigios de óxidos de nitrógeno, siempre que dichos óxidos produzcan efectos deletéreos.

En los dibujos, cuyos detalles son meramente ilustrativos y no limitativos, el gas amoniacco entra, desde tanques no representados, en el agregado 1 y puede limpiarse en el filtro 2. Ventajosamente la presión de gas se mide entonces por un manómetro 3 y la presión es reducida por reguladores 4 y 5, con el manómetro intermedio 6, a una presión adecuada constante, por ejemplo, de 15 kg. por el regulador 4 y de 2 kg. por el regulador 5.

La proporción de paso de amoniacco se regula luego por la válvula de paso 8 y se mide por el rotámetro 8. Se admite aire por la válvula 9 y la presión se reduce por el regulador 10 hasta una conveniente para el funcionamiento del procedimiento, por ejemplo, de 15 kg. en el ejemplo dado. Una corriente del aire, después de haber sido medida su presión por el manómetro 11, se reduce luego de presión por el regulador 12, a, por ejemplo, 2 kg., y después de regular en la válvula de paso 13 y de medir en el rotámetro 14, se mezcla con el gas amoniacco en el empalme 15. La mezcla de amoniacco y aire entra luego en la cámara catalizadora 16.

Aunque la reacción de oxidación es fuertemente exotérmica en el funcionamiento, necesita ignición y por tanto se dispone dentro de la cámara catalizadora 16 un calentador de arranque 17 que, ventajosamente, se compone de unas cuantas vueltas de alambre de resis-



15 FEB.

196569

tencia eléctrica no catalítico, por ejemplo, 16 vueltas de alambre de aleación de cromo y níquel de 0.560 mm. que conduce una corriente de unos 12 amperios suministrada desde una fuente de fuerza, por ejemplo, el transformador 18, y medida por el amperímetro 19. Este calentador de partida es accionado por el conmutador 20. Una vez que se ha iniciado la reacción, el calentador 17 se desconecta.

El debido funcionamiento del procedimiento de oxidación se averigua midiendo la temperatura dentro de la cámara catalizadora, por ejemplo, mediante un termopar 21 conectado con un pirómetro 22.

La mezcla de gas reaccionada deja la cámara catalizadora 16 por la válvula de purga 26, usada durante el comienzo del procedimiento, o durante la operación en un condensador 24, con serpentín de refrigeración 25, para condensar el vapor de agua, siendo el agua separada del gas por la trampa 26 y descargada por la trampa 27. El embudo 28 recibe el agua así descargada y también el agua de refrigeración del condensador 24.

En la cámara catalizadora, el gas amoniacal se oxida y fracciona a un tiempo, como arriba se ha dicho. La mezcla de aire y amoníaco contiene amoníaco en exceso de la proporción estequiométrica de la fórmula  $4 \text{NH}_3 + 3 \text{O}_2 = 4 \text{N}_2 + 6 \text{H}_2\text{O}$ , o más de aproximadamente 21.83% de amoníaco. Siempre que se desee obtener nitrógeno libre de cualquier mezcla de hidrógeno, se separa éste como se explicará luego más detalladamente. Cuando se

15 FEB 1966



196569

desea hidrógeno libre debe haber en la mezcla tal exceso de amoníaco que se produzca por lo menos un pequeño exceso de hidrógeno sobre la deseada concentración definitiva del mismo, o, por ejemplo, más de 23.81% de amoníaco por 5% de hidrógeno libre, más de 33.95% de amoníaco por 25% de hidrógeno libre y más de 54.87% de amoníaco por 50% de hidrógeno libre.

La cámara catalizadora se representa más especialmente en la figura 2.

El catalizador de oxidación empleado comprende esencialmente platino depositado en un portador adecuado en pildoritas u otra forma subdividida. Los experimentos han demostrado que el platino constituye el tipo más deseable de catalizador para esta reacción, mejor que otros metales del grupo del platino, tales como el paladio. El platino, que puede combinarse con otros metales catalizadores, pero que no lo necesita, se deposita en una capa uniforme en el soporte, que es con preferencia de alúmina o bióxido de circonio, siendo deshidratado antes de la formación del catalizador o calentado éste, por ejemplo, cuando se usa en el procedimiento. Un soporte muy deseable es alúmina activado. La cantidad de platino así depositada en la superficie del portador es normalmente muy pequeña. Sin limitarse a ella ni como máximo ni como mínimo, empleamos usualmente como 0.5% de peso de platino en relación con el peso total del catalizador, soportado, incluyendo el catalizador y el soporte.



15 FEB 1966

196569

Hemos observado que la eficiencia de la oxidación de amoniaco para formar nitrógeno depende en gran manera de la proporción de paso lineal del amoniaco por la cámara catalizadora. En experimentos que empleaban un tubo cilíndrico de unos 20 mm de diámetro interno y un lecho de 5 cm. de catalizadores de platino, 0.5% del platino sobre pilas de alúmina, la oxidación de una mezcla de amoniaco y aire que contenía 22.1% de amoniaco produjo las siguientes proporciones de eficiencia:

10	Velocidad lineal de la mezcla de gas cm. por segundo.	Porcentaje de amoniaco convertido
	0.65	93.50
	0.13	96.00
15	0.27	99.00
	0.40	99.85

En este experimento una proporción de paso de 65 cm. por segundo dejó, por tanto, 6.5% del amoniaco sin convertir, al paso que una proporción de paso de 40 cm. por segundo dió por resultado un resto de solo 0.15% de amoniaco no convertido.

Con el fin de ofrecer un sistema catalizador eficaz para la oxidación de amoniaco en nitrógeno, es necesario, por tanto, regular la proporción de paso de modo que produzca resultados óptimos. En la práctica esto significaría que una unidad productora puede funcionar eficazmente sólo a la capacidad para la cual está di-



196569

señada. Esta limitación haría que no fuese práctica dicha unidad, porque en condiciones de campo, se necesita el suministro a diversas capacidades según se desee.

5 Para evitar esta limitación y ofrecer un aparato capaz de funcionar a diversos tipos de capacidad, la cámara catalizadora 16, que contiene el catalizador en pildoritas 29, se hace de forma troncocónica, como se representa y la mezcla de amoniaco entra por el extremo estrecho y sale por el ancho.

10 En toda la longitud del lecho catalizador así dispuesto cónicamente, hay, pues, siempre una zona en la cual la velocidad de la corriente de amoniaco es igual o superior a la mínima a que se obtiene la eficiencia óptima al convertir el amoniaco en nitrógeno, cualquiera que sea la cantidad de gas amoniaco que pasa por el lecho catalizador, asegurándose así la oxidación virtualmente completa a algún nivel del lecho de catalizador, independientemente del volumen de amoniaco introducido.

20 La cámara catalizadora 16 con su pared cónica 30 termina en una corta sección cilíndrica 31, en el extremo ancho del cono, para asegurarse de que el gas amoniaco ha tenido en todo caso una oportunidad adecuada de estar en contacto con el catalizador.

25 Si el volumen de gas introducido es pequeño y por tanto la velocidad es baja, la reacción ocurre predominantemente en el extremo estrecho del cono, pero si el volumen es grande y por tanto la velocidad



B 1951

196569

es alta, la reacción ocurre predominantemente en el extremo ancho.

La mezcla de reacción catalítica producida por oxidación del amoniaco a nitrógeno contiene, sin embargo, **efertos óxidos de nitrógeno**, que es ventajoso separar, porque, para muchos procedimientos, la presencia de **óxidos de nitrógeno en la atmósfera controlada es altamente deletérea**. La formación de estos óxidos de hidrógeno ocurre primariamente cuando la mezcla de reacción está próxima a la proporción estequiométrica de amoniaco y oxígeno, esto es, cuando el presente procedimiento se usa para producir nitrógeno que contiene bajas concentraciones de hidrógeno.

Los vestigios de óxidos de nitrógeno se eliminan totalmente de la mezcla de nitrógeno e hidrógeno cuando el gas que contiene hidrógeno se hace pasar, en presencia de oxígeno, sobre un catalizador adecuado. Por esta razón se emplea cierto exceso de amoniaco en la mezcla inicial de amoniaco y aire. El hidrógeno así producido en exceso del deseado en la atmósfera controlada definitiva se pone en reacción con oxígeno, por ejemplo, en forma de aire introducido secundariamente. La reacción sirve para eliminar los óxidos de nitrógeno, al propio tiempo que elimina cualquier oxígeno libre y reduce el hidrógeno a la concentración deseada o lo elimina totalmente.

El procedimiento catalítico de eliminar los óxidos de nitrógeno y convertir el hidrógeno se reali-



196569

za mejor sobre un catalizador de paladio depositado en un portador de óxido aluminico o bióxido de circonio, preparado como el catalizador de platino antes descrito, depositándose el paladio en una capa uniforme sobre la superficie del portador, con preferencia en forma de pilóritas o similar, en pequeña cantidad, por ejemplo 0.5% de peso del catalizador total sostenido, incluyendo el portador y el metal catalizador. Este catalizador se podría hacer funcionar a baja temperatura para oxidar el hidrógeno, pero requiere para destruir los óxidos de nitrógeno funcionar a temperatura elevada, del orden de 100°C o más. El gas reaccionado que contiene los óxidos de nitrógeno así como el hidrógeno, y que contiene la adición de una cantidad controlada de aire para suministrar la requerida cantidad de oxígeno, se hace, pues, pasar sobre dicho catalizador de paladio para eliminar completamente los óxidos de nitrógeno y el hidrógeno en la medida que se desea.

Para ofrecer el necesario calentamiento previo del catalizador de paladio, la cámara catalizadora debe calentarse, por ejemplo, por una resistencia eléctrica o por otros medios. En nuestro sistema, un método ventajoso y económico de calentar es la oxidación exotérmica del amoniaco y, por tanto, sencillamente disponemos esta cámara catalizadora secundaria en la vecindad de la primaria en que se oxida el amoniaco.

Así, con referencia a la figura 1, la mezcla de nitrógeno, óxidos de nitrógeno e hidrógeno que

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



196569

procede del serpentín condensador 25 prosigue, después de despojada de su contenido de agua, a la cámara catalizadora 32 que, como se ve más particularmente en la figura 2, va dispuesta en anillo alrededor del tubo que conduce desde la cámara catalizadora. El catalizador de paladio sostenido sobre pildoritas de alúmina activada o similares se indica en 33.

Antes de la admisión a la cámara catalizadora 32, el gas debe mezclarse con algo de oxígeno para la combinación de la cantidad de hidrógeno que se ha de eliminar. Por tanto, la mezcla del oxígeno debe ser cuidadosamente controlada. La admisión de aire se representa en la figura 1. El aire que llega de la cámara de presión 10 se hace pasar por el regulador 34 que reduce la presión, en la representación esquemática que se muestra, de 2,109 kg. a 0,140 kg. por cm. cuadrado, y se hace luego pasar por la válvula 35 y el rotámetro 36. La debida presión y admisión del aire a la corriente de gas es controlada por la válvula 37 que puede ser accionada a mano o de otro modo, por ejemplo, como se representa, por medio de un controlador neumático 38 en el cual se carga aire por el reductor de presión 39 y el filtro 40.

Después de dejar la cámara catalizadora 32, el gas, depurado de óxidos de nitrógeno y con un contenido de hidrógeno controlado, entra en el serpentín condensador 41 del condensador 24. El agua condensada gotea en la trampa 42 y se descarga por 27. El mismo gas, después de dejar



196569

la trampa 42, deja el sistema por la válvula 43, después de lo cual su presión se mide, si se quiere, con el manómetro 44. También puede disponerse un analizador 45 para el gas, tomando una muestra de la tubería al través de un secador 46 y la válvula reguladora 47. Los impulsos del analizador 45 pueden suministrarse al controlador registrador 38.

El condensador 24 puede hacerse funcionar de cualquier manera adecuada, por ejemplo admitiendo por la entrada 48 agua refrigerante que fluye en 49 al embudo 28.

El funcionamiento del aparato que se ha descrito hasta ahora, se refiere esencialmente a la combustión catalítica del amoníaco para formar nitrógeno, la producción simultánea de hidrógeno fraccionando el amoníaco se realiza también en la cámara catalizadora 16 para dar un exceso de amoníaco sobre la proporción estequiométrica, en tal medida que suministre la deseada cantidad de hidrógeno libre. Un detalle digno de mención es que este fraccionamiento puede llevarse a cabo sin adición de calor, no obstante el carácter endotérmico de la reacción, porque la oxidación exotérmica del amoníaco está destinada a suministrar la cantidad de calor necesaria para realizar con éxito la reacción endotérmica de fraccionamiento en la presencia del catalizador.

Cuando la reacción deseada en la cámara catalizadora 16 es esencialmente quemar el amoníaco para



196569

115  
5  
formar nitrógeno, o nitrógeno que contenga sólo un pequeño porcentaje de hidrógeno, el mejor catalizador es, como se ha dicho, uno que comprende platino primario, depositado en un soporte adecuado, tal como, con preferencia, 5 alúmina deshidratada o bióxido de circonio en forma subdividida, por ejemplo en pildoritas. Este mejor catalizador se aplica, pues, a la reacción  $4 \text{NH}_3 \xrightarrow{30} 6\text{H}_2\text{O}$ .

10 Pero cuando la reacción implica también el fraccionamiento del amoníaco, según la fórmula  $4 \text{NH}_3 \xrightarrow{2} 6\text{H}_2$ , es ventajoso usar también en la cámara catalizadora un catalizador más específico de la reacción de fraccionamiento. Hemos descubierto que como más ventajosamente se realiza esta reacción es en presencia de un catalizador, tomado del grupo del rutenio, rodio e iridio, depositado en un soporte, tal como alúmina deshidratada o bióxido de circonio en forma subdividida, por ejemplo en pildoritas. 15

20 Los ensayos y experimentos han mostrado que, así como en condiciones dadas de paso de gas y lecho de catalizador, un catalizador de platino de soporte determina la descomposición de sólo el 24% del amoníaco en nitrógeno e hidrógeno a temperatura incluso tan alta como 600°C, los catalizadores de rodio o rutenio promueven la descomposición del 68% al 70% del amoníaco ya a 500°C. 25 Comparado con el rendimiento de platino, un catalizador de iridio sostenido en alúmina activada, convierte, a 600°C, el 94% del amoníaco en nitrógeno e hidrógeno. En estos en-



1951

196569

sayos, la mezcla de gas se componía de 25% de amoniaco y 75% de nitrógeno, mezcla típica de amoniaco y nitrógeno después de la conversión catalítica inicial del amoniaco.

5 Por consiguiente, cuando el objeto es quemar y fraccionar amoniaco, el catalizador de la cámara 16 debe comprender platino así como rutenio, rodio o iridio. Aunque es posible depositar simultáneamente el catalizador de combustión y el de fraccionamiento en el mismo portador, es preferible disponer los catalizadores por separado, 10 colocando el catalizador sostenido primero en el trayecto de la corriente de amoniaco y aire, como en la parte cónica de la cámara catalizadora 16, y luego disponiendo una capa adecuada de catalizador de fraccionamiento sostenido o disponiendo los catalizadores de soporte distinto 15 interpolados para formar un solo lecho catalizador.

El catalizador de fraccionamiento de rutenio, rodio e iridio sostenidos, o mezclas de los mismos, se caracterizan por su alta eficiencia a la temperatura de funcionamiento; que, además, es más baja que 20 la de otros catalizadores para tal reacción.

El metal tomado del grupo rodio, rutenio e iridio se deposita en el soporte en capa uniforme muy fina. En general, constituye del 0.1% al 2% del conjunto en peso. La cantidad preferida es de unos 0.5%. Las mismas 25 proporciones se aplican a los catalizadores de platino sostenidos.

El catalizador de fraccionamiento puede



196569

emplearse por sí mismo, siendo en tal caso el suministro aproximadamente de 25% de nitrógeno y 75% de hidrógeno. Pero en general no se necesitan concentraciones de hidrógeno tan altas en atmósferas controladas. Por tanto, en este sentido, un detalle de este invento es el usar dicho catalizador en combinación con el catalizador de combustión haciendo así posible utilizar el calor desarrollado en la reacción exotérmica para sostener la reacción de fraccionamiento endotérmica.

10 En tal caso, hacemos pasar el amoniaco junto con aire sobre el catalizador de combustión, cuidando de que haya un importante exceso de amoniaco sobre el requerido para satisfacer la fórmula  $4 \text{NH}_3 + 3 \text{O}_2 = 2 \text{N}_2 + 6 \text{H}_2\text{O}$ , y luego hacer pasar la mezcla de reacción sobre el catalizador de fraccionamiento.

15 Por ejemplo, una mezcla de 31% de amoniaco y 69% de aire se hizo pasar sobre un catalizador de 0.5% de platino sobre alúmina activada en forma de pildoritas. En la cámara de reacción se incluye un catalizador, sostenido de 5% de rodio sobre alúmina deshidratada en forma de pildoritas. La mezcla producida contenía 60.2% de nitrógeno y 15% de hidrógeno, así como 24.8% de vapor de agua.

20 El vapor de agua puede luego separarse por desecación o condensación y el gas está pronto para usarlo como atmósfera controlada. En el ejemplo arriba dado, la mezcla final, después de separarle el vapor de agua que



196569

contenía, era de 80% de nitrógeno y 20% de hidrógeno.

5 Las cantidades de hidrógeno que pueden producirse por fraccionamiento simultáneo de amoníaco durante la combustión se indican en el siguiente cuadro, en el cual se consignan las mezclas teóricas de amoníaco y aire y las temperaturas máximas de combustión para varias concentraciones de hidrógeno.

	Porcentajes de hidrógeno en nitrógeno.	Porcentaje teórico de amoníaco en aire.	Temperatura máxima teórica de combustión en °C.
10	0	21.8	1775
	20%	31.0	1450
	30%	37.1	1160
	40%	44.7	840
	50%	54.7	475

15 Sólo un ligero exceso de amoníaco sobre la cantidad teórica se requiere a los efectos de la segunda reacción catalítica como se describe. Por eso se ve en el cuadro que pueden producirse grandes porcentajes de hidrógeno manteniendo el carácter exotérmico del proceso general como lo demuestran los valores de las temperaturas de combustión. Sólo en el uso de altas concentraciones de hidrógeno, tales como 50%, es cuando puede necesitarse un moderado calentamiento externo, el cual, sin embargo, requiere mucho menos consumo de fuerza que el necesario para el funcionamiento de los disociadores de amoníaco corrientes.

20

25

En la mayoría de las operaciones del proce-



196569

dimiento queda aún bastante calor remanente disponible para evaporar el amoniaco líquido del tanque que es necesario para producir mayores volúmenes de atmósferas controladas.

Se observará, por tanto, que el método del presente invento hace posible suministrar una atmósfera inerte para fines industriales y otros, de manera altamente económica, tanto para usos pequeños como en gran escala. A distinción de algunos métodos de la técnica anterior de suministrar atmósferas inertes, el presente invento es seguro y no necesita un equipo de seguridad suplementario. La atmósfera está destinada a ofrecerse libre de hidrógeno o con una cantidad de hidrógeno controlada, hasta concentraciones de hidrógeno muy altas, según pueda desearse.

- O - N O T A - O -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

12. - Un procedimiento de ofrecer una atmósfera controlada, que comprende una mezcla de amoniaco gaseoso y gas que contiene oxígeno, en el cual la proporción molecular de amoniaco y oxígeno es mayor de 4,3, sobre un catalizador sostenido, en el cual el catalizador comprende por lo menos un metal del grupo del platino, para conver-



15

196569

tir el amoniaco en nitrógeno e hidrógeno.

2º. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, en el cual la mezcla gaseosa que pasa por dicho catalizador contiene una cantidad controlada de oxígeno calculada para separar en presencia del catalizador una cantidad predeterminada de hidrógeno, para ajustar así el contenido de hidrógeno de la mezcla a una cantidad controlada.

3º. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, en el cual el catalizador metálico es primariamente platino para la combustión del amoniaco.

4º. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, en el cual el metal catalizador comprende por lo menos uno de los metales del grupo compuesto de rodio, rutenio e iridio para el fraccionamiento del amoniaco.

5º. - Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º a 4º, que comprende hacer pasar una mezcla de amoniaco gaseoso y un gas que contenga oxígeno sobre un catalizador sostenido para convertir algo del amoniaco en nitrógeno, y sobre un catalizador sostenido para fraccionar por lo menos algo del amoniaco restante, utilizándose el calor de la reacción de combustión para suministrar por lo menos parte del calor requerido para la reacción de fraccionamiento.

6º. - Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º a 5º, que comprende añadir a la mez-



196569

5      cla reaccionada un gas que contenga oxígeno, y hacer pasar la mezcla gaseosa sobre un catalizador sostenido calentado por lo menos a unos 100°C, siendo el metal catalizador primeramente paladio, para separar por lo menos algo de halógeno y virtualmente todos los óxidos de nitrógeno formados durante la conversión del amoníaco.

10      7º. - Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º a 6º, en el cual el soporte de dicho catalizador se toma del grupo de alúmina hidratada y bióxido de circonio.

15      8º. - El procedimiento reivindicado en los puntos 1º a 7º, en el cual el volumen de gas que contiene oxígeno mezclado con la mezcla de gas reaccionado, antes de salir de ella sobre el catalizador de paladio contiene una cantidad controlada de oxígeno calculada para separar en presencia del catalizador de paladio, una cantidad prede-

20      9º. - Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º a 8º, que comprende hacer pasar una mezcla de amoníaco gaseoso y gas que contiene oxígeno sobre un catalizador sostenido de platino y un metal tomado del grupo de rodio, rutenio e iridio, para convertir dicho amoníaco en parte en nitrógeno y vapor de agua y en parte en nitró-

25      geno e hidrógeno.  
10º. - Un procedimiento para crear una atmósfera controlada.

196569



Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintidós hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 12 MAY 1951

P. A.

Alberto de Elzaburu  
Por Poder

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

P2743

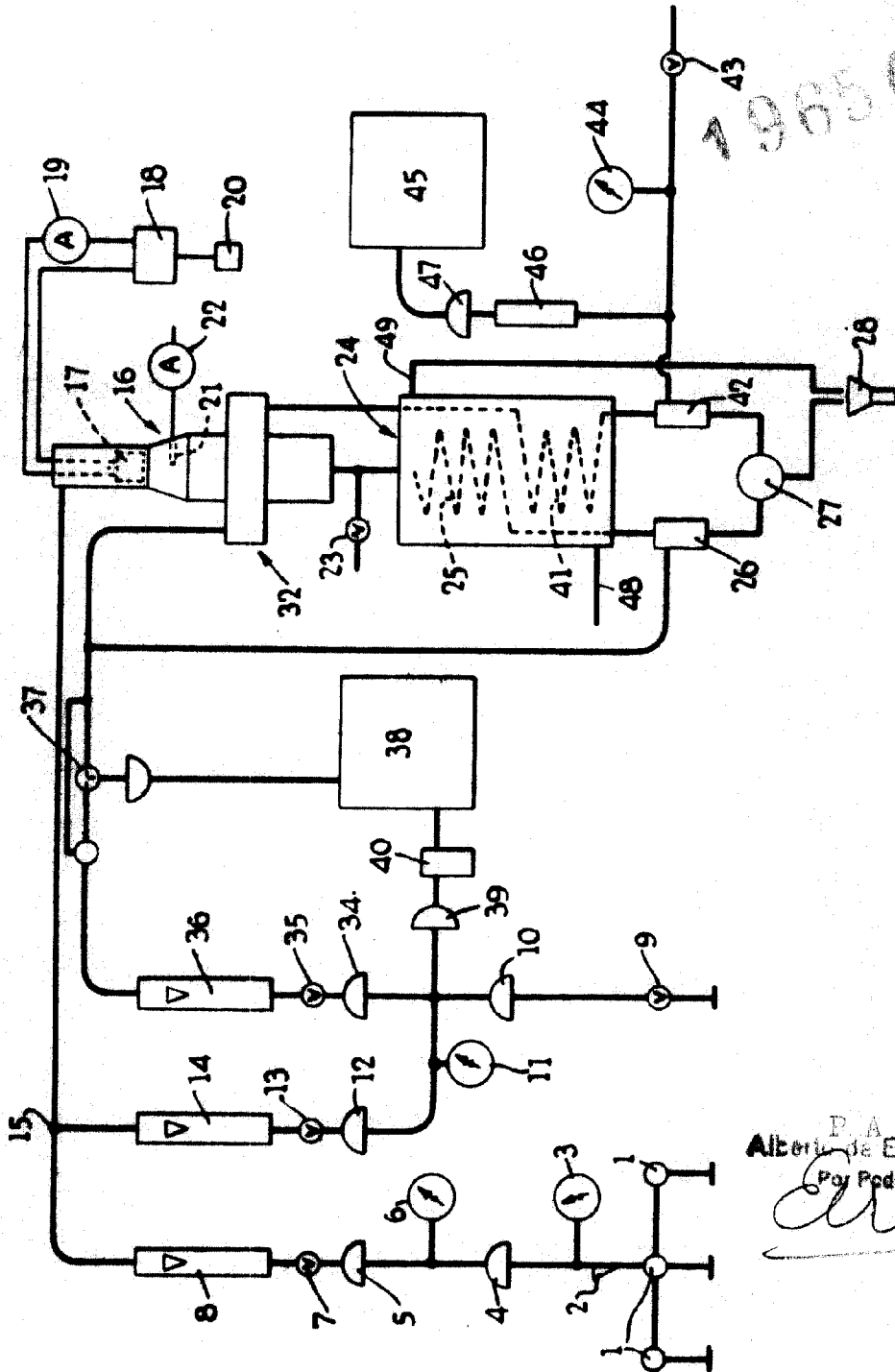
196569



15 FEB

196569

Fig. 1.

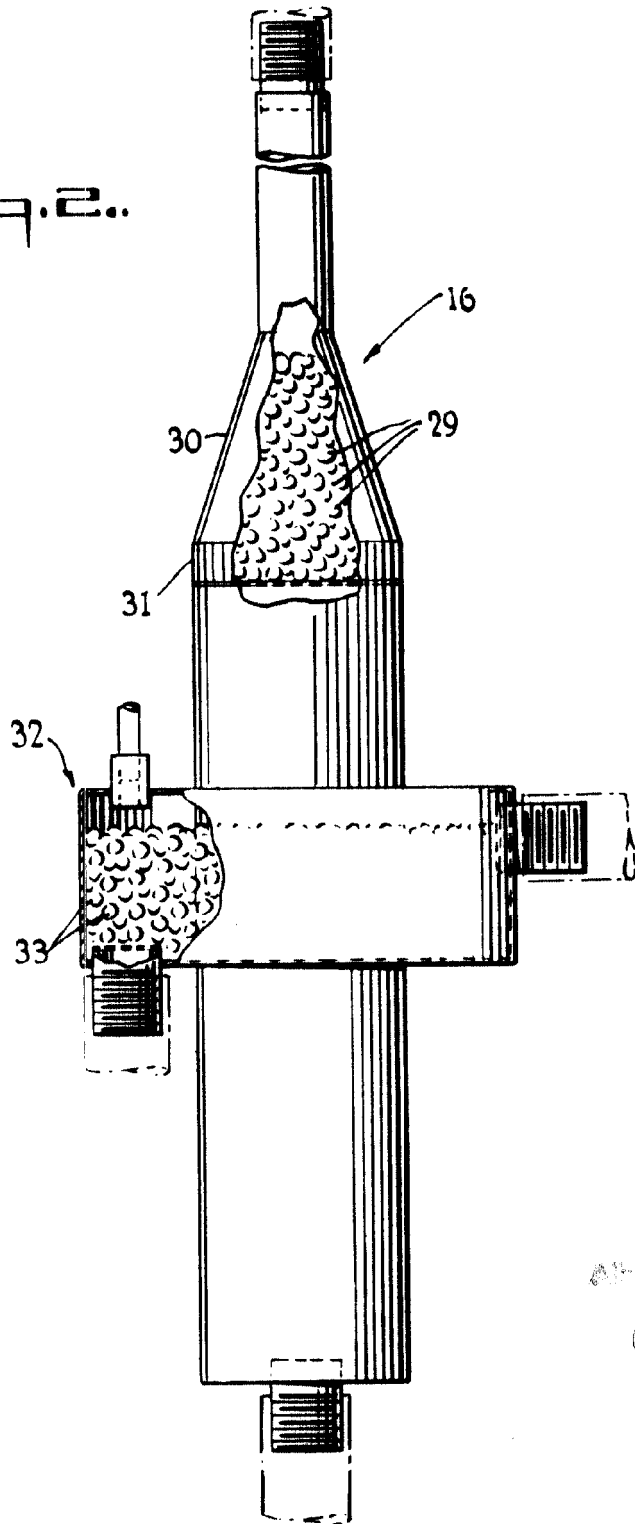


P. A.  
 Alberto de Elzeburu  
 Por Poder  
*Carl*

196569



Fig. 2.



Albert E. Ertl  
Ertl