

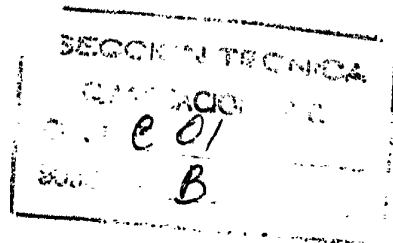
385 100



P.- 46.173
Case No B-1052/
B-1052-a

385 100

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de ENGELHARD MINERALS & CHEMICALS CORPORATION

entidad / ~~nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 113 Astor Street, Newark, Nueva Jersey,
Estados Unidos de América

por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA OXIDACION DE
AMONIACO PARA PRODUCIR OXIDOS DE NITROGENO"

(Clase Internacional COLb)



La invención se refiere a una mejora en procedimientos de oxidación de amoníaco que utilizan catalizadores de tela metálica fina de platino. Se refiere particularmente a una disminución de la cantidad de catalizador de metal platino en uno de tales procedimientos sin reducción alguna de la eficiencia de la conversión.

En la producción comercial de ácido nítrico, se hace pasar amoníaco gaseoso mezclado con un gas oxidante, p.ej., aire, sobre un catalizador de tela metálica fina de platino a una temperatura elevada, p.ej., de 650 a 1000°C, para obtener óxidos de nitrógeno. Se han utilizado presiones que varían hasta 7,7 kg/cm², y superiores. El gas efluente del convertidor de amoníaco que contiene óxidos de nitrógeno se trata luego ulteriormente para obtener ácido nítrico.

El catalizador metálico de platino es usualmente un taco de múltiples capas de un diámetro aproximado de 40 a 150 cm, en forma de tamices de 177 micras de abertura con alambre de 76,2 micras. Tradicionalmente, el peso del taco es equivalente a 61,22 gramos por tonelada-día de capacidad, y un taco puede estar constituido por 10 a 50 de estos costosos tamices. Se ha encontrado que esta cantidad de platino se requiere para conseguir una alta conversión durante períodos de tiempo razonables a lo largo de la marcha de una instalación.

El examen de un catalizador usado revela que tiene lugar un cambio visible en el aspecto superficial de algunos de los tamices durante el transcurso de la reacción. El cambio de aspecto disminuye a medida que se aproxima uno al fondo del taco de catalizador. Es interesante



que los últimos tamices del taco no presentan indicio alguno de que haya tenido lugar ninguna reacción; no obstante, si se retiran los últimos tamices, se presenta un gran número de problemas. Por ejemplo, cuando la carga de catalizador se reduce por debajo de aproximadamente 61,22 gramos por tonelada-día de ácido nítrico, el procedimiento se hace cada vez menos eficiente. A 30,61 gramos, el procedimiento es marginal de rentabilidad mínima e incompleto, y por debajo de aproximadamente 15,30 gramos, el procedimiento es peligroso, ya que se produce una mezcla explosiva aguas abajo del catalizador. Por ello, ha sido importante utilizar un número suficiente de tamices a fin de que la conversión sea completa. Se apreciará, no obstante, que los tamices son muy costosos y que sería una gran ventaja reducir el número de tamices requerido para efectuar esta conversión completa.

Se ha encontrado ahora un método que utiliza una menor cantidad de metal platino de la requerida anteriormente para conseguir una eficiencia de conversión comparable. Esto, no sólo da por resultado un ahorro en costes, sino que permite además un funcionamiento más económico de una instalación dentro de los límites de seguridad. Esto se logra sustituyendo algunos de los tamices de metal platino anteriormente requeridos para la conversión óptima por una estructura de un metal no precioso.

Puede observarse que una de las razones dadas con frecuencia para la utilización de un gran número de capas de los tamices de metal platino es que las capas adicionales de tela metálica fina se necesitan como capas de refuerzo cuando las capas frontales se deterioran, a



fin de reducir el número de paradas para sustitución y re-
paraciones. La experiencia ha demostrado, sin embargo,
que el catalizador falla debido al deterioro de las capas
de catalizador superiores y a la pérdida subsiguiente de
5 eficiencia catalítica antes de que se observe ningún cam-
bio sustancial en el aspecto de las capas del fondo. No
obstante, como se ha indicado arriba, si se utiliza un nú-
mero demasiado pequeño de tamices, la eficiencia de con-
versión no alcanza el nivel óptimo. En el presente proce-
10 dimiento, a pesar del menor número de capas de tamices de
metal platino, el catalizador no requiere ser sustituido
con mayor frecuencia que los de la técnica anterior.

El catalizador global combinado posee otras
ventajas además del ahorro en coste de catalizador de me-
15 tal precioso. Entre tales ventajas se cuenta la sorpren-
dente reducción en la volatilización de la tela metálica
fina de platino. Como es bien conocido en la técnica, se
admite que se volatilizan aproximadamente 0,368 g de me-
tal del grupo del platino de las telas metálicas finas de
20 metal precioso por cada tonelada de ácido nítrico produci-
da en una instalación de alta presión. Inesperadamente,
utilizando el paquete de catalizador combinado de la pre-
sente invención, esta volatilización se reduce considera-
blemente, del orden de 25-30%.

25 Otra ventaja es que se ha encontrado que el
taco poroso se comporta como un adsorbente de algunos me-
tales preciosos volatilizados durante el procedimiento.

Una ventaja adicional digna de mención de
la presente invención es que puede utilizarse en el equi-
30 po existente.



INVENCION

Esta invención se aplica a procedimientos para la oxidación de amoníaco a óxidos de nitrógeno en los que una mezcla de amoníaco y un gas que contiene oxígeno se pone en contacto en un reactor a temperatura y presión elevadas con un taco de catalizador compuesto de tela metálica fina de metal platino. Se refiere específicamente a una reducción de la cantidad de tela metálica fina de platino requerida en el procedimiento.

De acuerdo con ésta invención, en un procedimiento para la oxidación de amoníaco a óxidos de nitrógeno en el que una mezcla de amoníaco y un gas que contiene oxígeno se pone en contacto en un reactor a temperatura y presión elevadas con un taco de catalizador compuesto aproximadamente por 10 a 50 capas de tela metálica fina de platino, se proporciona un método para reducir la cantidad de catalizador de tela metálica fina de metal del grupo del platino que comprende, determinar la cantidad óptima de tela metálica requerida para obtener al menos aproximadamente 95% de conversión del amoníaco en óxidos de nitrógeno, determinar la caída de presión a través de dicho taco de tela metálica fina de catalizador en las condiciones de reacción, reemplazar desde aproximadamente 1/3 a 2/3 de dicho taco de tela metálica fina de catalizador con una estructura porosa de un metal no-precioso resistente a la corrosión, teniendo dicha estructura una porosidad tal que la caída de presión total a través de la tela metálica fina restante más la estructura porosa sea sustancialmente igual a la del taco de tela metálica fina del catalizador óptimo, y efectuar la oxidación del amo-

385 100



nítrico.

Como un resultado directo de la utilización del proceso de esta invención, es posible operar una instalación de ácido nítrico utilizando una cantidad de tela metálica fina de metal platino menor que la considerada anteriormente como esencial para una conversión eficiente del NH_3 . Específicamente, el procedimiento puede operar eficazmente utilizando menos de los 61,22 g de tela metálica fina de metal Pt por tonelada diaria de ácido nítrico, p.ej. aproximadamente 15,305 a menos de 61,22 g y utilizando preferiblemente aproximadamente 15,305 a 45,90 g de metal platino por tonelada diaria de capacidad de ácido nítrico.

La estructura porosa que se emplea en sustitución de la tela metálica fina está constituida por un metal no-precioso en forma de una malla metálica de aberturas amplias orientada al azar. El metal tiene que ser capaz de soportar las severas condiciones de operación y el ambiente corrosivo. Por ejemplo, son metales adecuados Inconel y Nichrome, y en general, aleaciones de alta temperatura que contienen níquel y cromo. Las estructuras porosas con hilos orientados al azar pueden fabricarse a partir de una malla metálica entretejida de acuerdo con técnicas bien conocidas, tales como las descritas en la patente de EE.UU. 2.354.263. Pueden hacerse también de esponja metálica o de metal afieltrado. La cantidad y espesor del metal utilizado dependen de la caída de presión deseada para el paquete completo en las condiciones de reacción dadas. Las aberturas de la estructura no forman ningún dibujo uniforme, y el taco tiene una resisten-



cia al flujo que produce una caída de presión uniforme a través de la estructura.

La tela metálica fina del catalizador y la estructura porosa son los componentes esenciales del paquete de catalizador. Uno o más adsorbentes de gases y/o de tamices barrera de soldadura resistentes a la corrosión convencionales pueden estar presentes en el paquete de catalizador entre la tela metálica fina del catalizador y la estructura porosa. Un adsorbente de gases adecuado es, por ejemplo, una tela metálica tejida de malla fina de oro o de una aleación de oro tal como la descrita en la patente de EE.UU. No 3.434.826. El propósito de los tamices es servir para impedir las soldaduras entre cualesquiera de los diversos componentes del paquete de catalizador en las condiciones de operación. Adecuadamente, se pueden emplear tamices de Nichrome. Es esencial que la tela metálica fina del catalizador y la estructura porosa sean inmediatamente adyacentes una a otra excepto cuando estén separadas por la inserción de adsorbentes de gases y/o tamices barrera de soldadura. En las últimas condiciones, los componentes tienen que estar presentes contiguamente en el paquete total de catalizador. Se ha encontrado que los adsorbentes de gases y los tamices no aportan prácticamente ninguna contribución a la caída de presión a través del paquete de catalizador.

La caída de presión a través del paquete de catalizador es una característica crítica de esta invención. La caída de presión óptima en un catalizador convencional puede determinarse por técnicas bien conocidas y la caída de presión óptima se puede simular en la presen



te estructura combinada utilizando los mismos métodos es-
tablecidos. No se sabe, sin embargo, si los tacos poro-
sos sirven simplemente para mejorar la resistencia al flu-
jo del gas, mejorando así la distribución del gas a través
5 del taco de catalizador. Se ha encontrado, por ejemplo,
que no era satisfactoria la simple sustitución de la tela
metálica fina de metal precioso por tamices de Nichrome
de 177 micras. Los tamices de Nichrome de malla fina no
conservan su integridad en las severas condiciones de ope-
10 ración del convertidor. En un breve período de tiempo se
produce una catastrófica oxidación del metal, lo cual dá
por resultado el aplastamiento del tamiz y una resistencia
consiguientemente alta al flujo normal del gas. Por el
contrario, se han encontrado efectivos los tacos que tienen
15 una malla metálica de abertura grande orientada al azar,
esto es, que tienen los hilos metálicos que entrelazan la
estructura a través del espesor así como a través de la
cara anterior para formar una estructura que tiene una den-
sidad uniforme y que tiene una porosidad que dé lugar a la
20 caída de presión deseada. En la práctica, los tacos pueden
diseñarse con dimensiones tales que se pueden adaptar en
cualquier convertidor dado como reemplazamiento de una par-
te de la tela metálica fina del catalizador sin modifica-
ción del equipo y satisfaciendo todavía los criterios de
25 densidad uniforme, resistencia, y caída de presión prede-
terminada.

La invención se comprenderá más completamen-
te con referencia a los dibujos y ejemplos que se acompa-
ñan, los cuales ilustran una realización de ésta inven-
30 ción.

385 100



LOS DIBUJOS

La Figura 1 es una representación esquemática de un aparato de oxidación de amoníaco. La realización se muestra con un paquete de catalizador, es decir, incluyendo la tela metálica fina y el taco poroso de acuerdo con esta invención.

La Figura 2 es una vista en planta de un taco de catalizador de tela metálica fina de metal platino de capas múltiples, con porciones del mismo parcialmente cortadas.

La Figura 3 es una vista en planta de un taco poroso.

La Figura 4 muestra dos curvas en las que la caída de presión en un reactor de oxidación de amoníaco se representa en función de la eficiencia de la conversión del amoníaco utilizando los resultados obtenidos con diversos catalizadores.

La Figura 5 muestra la representación gráfica de 4 curvas que representan diferentes catalizadores y la eficiencia de la conversión del amoníaco de tales catalizadores llevada a un gráfico en función de las horas. Las curvas comparan la eficiencia de catalizadores de metal platino de capas múltiples que tienen 10 y 20 capas de tela metálica fina con catalizadores que tienen una estructura porosa en sustitución de 10 ó 20 capas, de acuerdo con esta invención.

Con referencia al aparato de oxidación de amoníaco mostrado esquemáticamente en la Figura 1, este aparato se utilizó para ensayar diversos catalizadores. En el aparato, el reactor (10) estaba constituido por un

385 100



casco de reactor (11) que era un tubo de acero inoxidable
de 5 cm de diámetro exterior x 3,05 mm de pared x 31,35 cm
de longitud, al que se habia soldado un tubo (12) de ace-
ro inoxidable de 5 cm de diámetro exterior x 9,52 mm de pa-
5 red x 60 cm de longitud. La zona (13) en la que estaban
soldados ambos tubos se utilizó para retener un anillo de
cuarzo (14) de 21,35 mm D.I. x 38,10 mm D.E. sobre el cual
se colocó el paquete de catalizador (15). Un segundo ani-
llo de cuarzo (16) del mismo tamaño que el anillo (14) se
10 colocó encima del paquete de catalizador (15). En el di-
bujo, el paquete de catalizador consiste en un taco de ca-
pas múltiples (17) de tela metálica de malla fina de pla-
tino que tiene, p.ej., 10 a 20 capas, y una estructura po-
rosa (18). El paquete de catalizador (15) se mantenía en
15 su lugar mediante una camisa de cuarzo (19) que estaba si-
tuada bajo un muelle de compresión (20). La presión de
resorte del muelle (20) se utilizó para mantener el paque-
te de catalizador (15) en su lugar y evitar la formación
de canales a través del catalizador. La camisa de cuarzo
20 (19) servía para evitar la reacción del amoníaco con las
paredes calientes del casco del reactor metálico. Lana
de cuarzo (no representada) formando una masa compactada
se introdujo entre la camisa (19) y el casco del reactor
(11) para evitar que el gas salvase en derivación la su-
25 perficie activa del catalizador, que tenía un diámetro de
21,35 mm.

Se utilizaron termopares (21) y (22), respec-
tivamente, para registrar la temperatura a 6,35 mm por de-
bajo del paquete de catalizador (15) y en la salida del
30 fondo del reactor (23), respectivamente. Los tubos de los

1 DIC.



termoparés (24) y (25) se utilizaron también para tomar muestras de gas de una corriente de flujo gaseosa cuando la unidad estaba en operación. El termopar (26) y el tubo (27) colocados encima del paquete de catalizador (15) se utilizaron para medir la temperatura y tomar muestras de gas aguas arriba del catalizador. El conducto de entrada de aire (28) se unió al reactor (10) mediante bridas de 10,5 kg/cm² (29) y (30), respectivamente.

En operación, se inició un experimento poniendo bajo presión el aparato con nitrógeno y precalentando el nitrógeno a 280°C. Cuando se consiguió una temperatura del gas de 280°C, se sustituyó el nitrógeno por aire y se ajustó el flujo al valor adecuado. El aire procedente de un compresor (no representado) se filtró y se secó, haciéndose pasar por un rotámetro (no representado) a 10,2 metros cúbicos en condiciones normales por hora (m³ (en condiciones normales)/h) hasta un precalentador (no representado) que elevó la temperatura del aire a 280°C. Se vaporizó amoníaco procedente de una botella calentada (no representada) de amoníaco comprimido a través de un filtro (no representado) para eliminar las partículas sólidas. El amoníaco se alimentó gradualmente a través de un rotámetro (no representado) hasta encontrarse con el aire precalentado, a un caudal de 1,13 m³ (en condiciones normales)/h. Esta mezcla gaseosa precalentada formada por 90% de aire y 10% de amoníaco se alimentó al reactor (10). El mezclado del amoníaco con el aire para dar la mezcla 10%-90% se hizo por medio de un tubo difusor (31) desde el cual se añadió el amoníaco al aire precalentado. La alimentación total de gas al reactor fué de 11,33 m³ (en condiciones normales)/h y la velocidad lineal fué



de 8,23 metros por segundo. La presión en el reactor fué de 4,92 kg/cm². El amoníaco se introdujo de manera muy gradual y la ignición reactiva se observó por un brusco aumento de las temperaturas.

5 El caudal de amoníaco se ajustó al valor adecuado y se tomaron muestras analíticas a intervalos regulares.

10 El análisis de la alimentación gaseosa se llevó a cabo purgando una botella de toma de muestras con una porción de la alimentación gaseosa a la temperatura ambiente y cerrando luego la botella. Se añadió un exceso de solución 0,1 N de N₂SO₄ a la botella y el ácido se valoró por retroceso con NaOH 0,1 N para determinar el porcentaje en volumen de NH₃ por diferencia. Simultáneamente, una botella en la que se había hecho el vacío se llenó a la presión atmosférica con una muestra del gas producto a 100°C. La mezcla gaseosa NO + NO₂ resultante se oxidó con un exceso de H₂O₂ para producir una solución de ácido nítrico. El ácido nítrico se valoró con NaOH 0,1 N
15 para determinar los óxidos de nitrógeno totales en % en volumen. Se calcularon las eficiencias de conversión, después de hacer las correcciones de los volúmenes gaseosos, como sigue:

25
$$\text{Eficiencia de conversión (\%)} = \frac{\% \text{ vol NO}_x}{\% \text{ vol NH}_3}$$

Las caídas de presión se midieron con un manómetro diferencial de mercurio.

30 La Figura 2 es una vista en planta de un tacho de tela metálica fina de capas múltiples, en el cual una tela de malla fina de 177 micras de abertura está fa-



1 D

bricada a base de alambre de 76,2 micras de una aleación platino-10% de rodio, esto es, una aleación que contiene 90% de platino y 10% de rodio. Usualmente se utilizan de 10 a 50 de tales capas de tela metálica fina como paquete de catalizador para la oxidación del amoníaco. En la figura, se han retirado parcialmente por cortado porciones de las capas superiores.

La Figura 5 es una vista en planta de un taco poroso fabricado comprimiendo un manguito hecho de una cinta de malla metálica entretejida. El metal es alambre de Inconel de 279,4 micras. El material utilizado se puede adquirir en el comercio como manguito entretejido de malla floja de Nichrome o Inconel. El taco poroso se forma arrollando al manguito hasta llenar un molde de acero inoxidable y comprimiendo hasta una densidad requerida para dar la caída de presión deseada.

La Figura 4 muestra el efecto de la caída de presión sobre la eficiencia en la conversión del amoníaco. Las caídas de presión eran el valor medio de los últimos intervalos de 50 horas durante los cuales la eficiencia de la conversión del amoníaco alcanzó un valor máximo o constante en el experimento. La eficiencia en la conversión del amoníaco fue el valor medio para dicho intervalo de 50 horas. Las caídas de presión se determinaron con un manómetro diferencial cuyas ramas de toma de muestra estaban situadas por encima y por debajo de la tela metálica fina y la estructura porosa del catalizador. Las eficiencias de conversión se determinaron por el método previamente descrito. La línea de trazos de la Figura 4 representa los resultados que se obtienen utilizando ca



talizadores convencionales de tela metálica fina de capas múltiples, y la línea continua representa los resultados obtenidos con diversos paquetes de catalizador que contienen tacos porosos.

5 La Figura 5 muestra los resultados de eficiencia de conversión de ensayos de oxidación de amoníaco con diferentes catalizadores. Los ensayos se describirán más completamente en conexión con los ejemplos que siguen.

10 EJEMPLO I

Se prepararon muestras de catalizadores convencionales de oxidación de amoníaco de capas múltiples que tenían 4, 5, 10, 20 y 30 capas de tela metálica fina de alambre de 76,2 micras de aleación Pt-10% Rh de 177 micras de abertura, tal como la ilustrada en la Figura 2. Se prepararon tacos porosos a partir de una cinta de alambres de Inconel entrettejidos de 279,5 micras que se comprimieron en un molde cilíndrico de 3,75 cm diámetro hasta alcanzar un espesor de 4,32 mm, 5,08 mm ó 5,71 mm. Los tacos de 4,32 mm de espesor se hicieron de un manguito tejido de Inconel de 7,5 cm de anchura por 17,5 cm de longitud, utilizándose una presión de 2,54 toneladas para comprimir el manguito enrollado. Los tacos de 5,71 mm de espesor se hicieron de un manguito tejido de Inconel de 15 cm de anchura por 22,5 cm de longitud, utilizándose una presión de 33,5 toneladas para comprimir el manguito enrollado. Los tacos de 5,08 mm de espesor se hicieron de un manguito tejido de Inconel de 7,5 cm de anchura por 22,5 cm de longitud, utilizándose una presión de 2,54 toneladas para comprimir el manguito enrollado. El peso de



los tacos de 4,32 mm de espesor era aproximadamente de 9,85 gramos, el de los tacos de 5,08 mm de espesor era de 13,10 gramos, y el de los tacos de 5,71 mm era de 32,91 gramos.

5 La caída de presión a través de diversas telas metálicas finas y de diversos tacos se determinó por separado a 30°C, a un caudal de aire de 7,07 m³ (en condiciones normales)/h y a 4,9 kg/cm² manométricos. Aunque las condiciones elegidas son menos severas que las condiciones de operación de la oxidación del amoníaco, se utilizaron estos ensayos para elegir tacos de Inconel a ensayar con la tela metálica fina de Pt-10% Rh en los experimentos. La caída de presión de un taco poroso medida a 30°C es generalmente de aproximadamente un 10% menor que la medida para el mismo taco en condiciones de oxidación del amoníaco. Sin embargo, es posible aproximar el campo de tacos que podrían dar la caída de presión deseada en las condiciones de operación. Las caídas de presión en las condiciones menos severas se registran en la Tabla I.

20 T A B L A I

Medidas de Caída de Presión a 30°C., 7,07 Nm³/h de Caudal de Aire y 4,9 kg/cm² manon. de Presión.

	<u>Tela Metálica fina de Catalizador</u>	<u>Caída de Presión (mm Hg)</u>
	10 capas de Pt-10% Rh	15,2
25	20 capas de Pt-10% Rh	30,4
	30 capas de Pt-10% Rh	45,6
	<u>Estructura Porosa</u>	
	Taco de Inconel de 4,32 mm	20,5
30	Taco de Inconel de 5,08 mm	30,4

385 100



1 Lit

EJEMPLO 2

Se ensayaron diversos catalizadores utilizando el aparato y el procedimiento descritos en conexión con la Figura 1. Los catalizadores ensayados incluyeron catalizadores de un tipo convencional de tela metálica fina de capas múltiples que tenía 10 capas (Experimentos RP-1 y RP-9), 20 capas (RP-2), y 30 capas (RP-6) de tela metálica fina de Pt-10% Rh. Los paquetes de catalizador, utilizados en los experimentos RP-3, RP-4, RP-5, RP-7, y RP-8, se componían de 4, 5 y 10 capas de tela metálica fina de Pt-10% Rh y un taco poroso de Inconel (TPI) de 4,32 mm, 5,08 mm, ó 5,71 mm, como se muestra en la Tabla II. Los ensayos se llevaron a cabo durante 150 a 600 horas, y se determinaron la eficiencia de conversión del amoníaco y la caída de presión. La eficiencia de conversión del amoníaco se determinó en las últimas 50 horas de operación. Los resultados se registran en la Tabla II y se representan gráficamente en las Figuras 4 y 5.

T A B L A II

Experi- mento Núm.	Paquete de Catalizador	Horas de Operación	Eficiencia de Conver- sión de NH ₃	Caída de Presión (mm Hg)
RP-1	10 capas Pt-10% Rh	151	89,4	(20,3)@
RP-2	20 capas Pt-10% Rh	350	95,9	39,4
RP-3	4 capas Pt-10% Rh + TPI de 5,71 mm	159	72,3	91,4
RP-4	10 capas Pt-10% Rh + TPI de 4,32 mm	294	94,5	35,6
RP-5	10 capas Pt-10% Rh + TPI de 5,08 mm	297	95,8	41,9

385 100



T A B L A II (Cont.)

Experi- mento Núm.	Paquete de Catalizador	Horas de Operación	Eficiencia de Conver- sión de NH ₃	Caida de Presión (mm Hg)
5 RP-6	30 capas Pt-10% Rh	317	95,5	62,2
RP-7	5 capas Pt-10% Rh + TPI de 5,08 mm	294	87,1	31,7
RP-8	10 capas Pt-10% Rh + TPI de 5,08 mm	628	94,8	63,5
10 RP-9	10 capas	373	92,1	15,3

⊕ calculada a partir de los valores para
RP-2 y RP-6.

TPI = Taco poroso de Inconel.

Examinando la Tabla II y la Figura 4 se ve
que a una caída de presión comprendida entre aproxima-
mente 17,8 mm y 7,6 cm de Hg, la eficiencia de conversión
es superior a un 90% aproximadamente, y que existe un cam-
po óptimo de caída de presión, a saber, de aproximadamen-
te 3,75 cm a 6,25 cm de Hg, en el cual la eficiencia de
conversión del amoníaco alcanza un máximo de aproximada-
mente 95% a 96%. Las caídas de presión superiores e infe-
riores a la óptima dieron por resultado eficiencias de
conversión inferiores. Los ensayos RP-2 (20 capas de te-
la metálica fina) y RP-6 (30 capas de tela metálica fina)
demostraron que ambos catalizadores efectuaban la conver-
sión con más de un 95% de eficiencia. En los ensayos en
que se utilizaron catalizadores que tenían menos de 20
capas de tela metálica fina, se añadió un taco poroso pa-
ra llevar la caída de presión del catalizador al interva-
lo óptimo, tal como se determina en RP-2 y RP-6. En los



experimentos, los catalizadores de RP-4 y RP-5 simulan con gran aproximación la caída de presión del catalizador de 20 capas, y el catalizador de RP-8 simula con gran aproximación la caída de presión del catalizador de 30 capas.

5 Los resultados de los ensayos RP-4, RP-5, y RP-8, muestran que los paquetes de catalizador combinados de acuerdo con esta invención efectuaron la conversión coincidiendo sustancialmente con la alta eficiencia de conversión, esto es, aproximadamente 95%, de los tacos óptimos de tela metálica fina de los catalizadores convencionales.

10

Como se ha indicado arriba, RP-1 y RP-9 se llevaron a cabo utilizando solamente 10 capas de tela metálica fina de Pt-10% Rh como catalizador. Cuando se utilizó un taco de Inconel poroso con 10 capas de tela metálica fina de Pt-10% Rh como en RP-4, RP-5 y RP-8, el resultado de la mayor caída de presión fué una drástica mejora en la eficiencia de conversión del amoníaco. RP-3 representó un caso en el que el número de capas de tela metálica fina se redujo a 4 y se utilizó un taco de Inconel poroso más grueso. La caída de presión fué demasiado alta y los resultados fueron inferiores a la conversión óptima.

15

20

En estos experimentos de Laboratorio, las capas de tela metálica fina correspondían a la carga de catalizador de metal platino aproximadamente como sigue:

25

4 capas a 12,25 gramos; 5 capas a 15,51 gramos; 10 capas a 30,61 gramos; 20 capas a 61,22 gramos; y 30 capas a 91,83 gramos de Pt metálico por tonelada diaria de ácido nítrico. Comercialmente se acostumbra utilizar una

30

carga de catalizador de al menos aproximadamente 61,22

385 100

**POOR
QUALITY**



gramos para obtener una conversión de aproximadamente 95%
y una carga de catalizador menor de aproximadamente 15,30
gramos se considera peligrosa. Los datos muestran que la
operación con 10 telas metálicas finas, correspondiente a
5 30,61 gramos, era marginal (muy poco rentable). Los expe-
rimentos RP-4, RP-5 y RP-8 mostraron que cuando se utili-
za un paquete de catalizador de acuerdo con esta invención,
es posible conseguir una conversión óptima a esta baja car-
ga de catalizador de platino metálico. El experimento
10 RP-7 representó los resultados para 5 capas de tela metá-
lica fina de Pt-10% Rh sobre un taco poroso de Inconel e
indicó que la conversión, si bien no es óptima, es satis-
factoria y una instalación podría operar con seguridad den-
tro de este intervalo. Así pues, el campo seguro de ope-
15 ración se aumentó por el uso de la presente invención.

Los resultados de la Tabla II y la Figura 4
muestran que la caída de presión creada por los tacos po-
rosos de Inconel afecta directamente a la oxidación del
amoníaco en alto grado como su resistencia al flujo simu-
20 la que para el número de capas de catalizador reemplaza-
das.

Los presentes ensayos se llevaron a cabo a
una velocidad lineal de 8,24 metros/segundo. Para insta-
laciones que operen a presiones medias y elevadas, la ve-
25 locidad lineal puede variar desde aproximadamente 4,57 a
24,4 m/seg. Se ha encontrado que una caída de presión
adecuada está comprendida entre aproximadamente 17,8 mm y
7,5 cm de Hg y preferiblemente entre 3,75 y 6,25 cm de Hg
para instalaciones que operen a una velocidad lineal de
30 8,24 m/seg. Para instalaciones que operen a otras veloci-

1 DIC.



dades lineales, la caída de presión óptima variará de acuerdo con la velocidad lineal y esto se puede calcular a partir de la ecuación:

5
$$\frac{(v)^{1,6}}{A} = \text{intervalo de caída de presión (cm de Hg 2,54)}$$

donde v = velocidad lineal real del gas que sale del paquete de catalizador (m/seg x 0,305)

y A = 60 a 350.

Es bien sabido que la tela metálica fina de catalizador de platino metálico nueva requiere un cierto período de operación antes de que la tela metálica fina llegue a estar suficientemente "madura" para dar resultados óptimos en lo que se refiere a eficiencia de oxidación del amoníaco. La Figura 5 muestra la eficiencia de oxidación representada en función de las horas de operación para los experimentos identificados en la Tabla II como RP-1, RP-2, RP-4, y RP-5. La comparación de los períodos de "adaptación" para los catalizadores convencionales y los paquetes de catalizador combinados de ésta invención muestra que el período de adaptación para el catalizador convencional de 20 capas (Experimento Núm. RP-2) es aproximadamente igual al de los catalizadores de esta invención, que tenían únicamente 10 capas de tela metálica fina de platino metálico. (Experimentos RP-4 y RP-5). Con respecto a los paquetes de catalizador combinados de esta invención, una vez que el taco de Inconel se ha oxidado lo suficiente para que no tenga lugar ulterior oxidación y se produzca un aumento ulterior del diámetro del alambre, no puede apreciarse cambio alguno en la caída de presión o en la eficiencia de conversión del amoníaco.



El taco poroso de Inconel retiene su resistencia mecánica a pesar del fuerte recubrimiento de óxido. Se observará también a partir de la Figura 5 que los paquetes de catalizador de esta invención (Experimentos Núms. RP-4 y RP-5) 5 retuvieron sus altas eficiencias durante las 300 horas de ensayo. Realmente, los resultados indican que los catalizadores de los ensayos RP-4 y RP-5 se comportaban comparativamente al catalizador convencional de 20 capas utilizado en el Experimento Núm. RP-2, a pesar de la reducida 10 cantidad de tela metálica fina de platino en el reactor. Los resultados de la Tabla II muestran que el paquete de catalizador del Experimento Núm. RP-3 retuvo su alta eficiencia durante 628 horas con la misma cantidad de tela metálica fina de catalizador utilizada en los ensayos 15 RP-4 y RP-5,

EJEMPLO 3

Un experimento en gran escala demostró la eficiencia de la invención descrita. Se utilizó una carga de catalizador de 1521 g de tela metálica fina de aleación platino-rodio sobre un taco de Inconel de 4,32 mm de espesor y aproximadamente 1,59 kg de peso. Entre el taco de 20 Inconel y la tela metálica fina se insertaron 3 tamices barrera de soldadura de Nichrome alternados con 2 tamices adsorbentes de gases de una aleación Pd-Au, estando contiguo el paquete total de catalizador. El convertidor hexagonal utilizado medía 40 cm a lo largo de sus caras, y la 25 carga óptima de tela metálica fina requerida para una conversión del amoníaco de 95% habría sido de 3.732 g de tela metálica fina de aleación platino-rodio. A un régimen de 30 producción de ácido de 56,2 toneladas por día expresadas

como ácido nítrico del 100%, la eficiencia de conversión del amoníaco alcanzó un promedio de 95% durante un período de operación de 2 semanas.

EJEMPLO 4

5 Se llevaron a cabo varios ensayos en un con-
 vertidor de ácido nítrico que tenía una capacidad de apro-
 ximadamente 60,9 toneladas por día. Se llevó a cabo una
 operación típica utilizando un catalizador convencional de
 1 0 tela metálica fina de Pt-Rh a una carga de 3.732 g de me-
 tal precioso (aproximadamente 48 tamices). En cada uno de
 los ensayos en que se utilizaron catalizadores de acuerdo
 con esta invención, aproximadamente el 60% de la carga
 normal de tela metálica fina se reemplazó por un taco po-
 roso. Los resultados típicos se resumen en la Tabla III.

15

T A B L A III

Resumen de los Resultados de Ensayo en
Convertidor de 60,9 toneladas/día

Ensayo Núm.	Operación Convencional	A	B
20	Carga de Tela Metálica Fina (g)	3732	1521 1547
	Horas de Operación	500-1000	671 881
	Eficiencia de Conversión de Amoníaco (%)	95,6	92,7 94,7
	Concentración del Acido (%)	55	55,3 55,5
25	Nivel de Producción, toneladas/día de ácido del 100%	54,8	57,4 55,4
	Pérdida de Platino, g/día	20,2	14,9 15,3

30 En la Tabla III, operación normal se refiere a una operación en que se utilizó exclusivamente un cata-



1 JUL 1971

lizador convencional de tela metálica fina de Pt-Rh a una
carga de 3.752 g, o aproximadamente 67,5 gramos por tone-
lada diaria. El ensayo A se refiere a un ensayo en el que
aproximadamente el 60% de la tela metálica fina se sustitu-
yó por un taco poroso de Inconel de 5,08-7,62 mm de espe-
sor. En el ensayo B, aproximadamente el 60% de la tela
metálica fina se sustituyó por un taco poroso de Nichrome
de 5,08-7,62 mm de espesor. Sobre la base de experimentos
de laboratorio, los paquetes de catalizador combinados si-
mulaban la caída de presión de la operación típica.

El ensayo A se llevó a cabo satisfactoria-
mente durante 28 días sin pérdida de eficiencia en la con-
versión. Se apreció un aumento en la producción de ácido
con respecto a la operación normal. Se observó cuidadosa-
mente el taco. Las fotomicrografías muestran que los alam-
bres se encontraban en buenas condiciones. Un recubrimien-
to de óxido que se formó aparecía como áreas oscuras sobre
los alambres de color claro. El recubrimiento de óxido
no penetraba profundamente en el metal, y el taco conser-
vaba su resistencia sin pandearse. Un ensayo de este ta-
co muestra que el contenido de platino estaba exactamente
en el límite inferior de detección, mientras que se adsor-
bieron 9,33 g de rodio. Esto representaba una eficiencia
de recuperación del 35%. Estos resultados son paralelos
a ensayos experimentales en laboratorio.

El ensayo B, llevado a cabo con un taco de
Nichrome, se prolongó durante 37 días con eficiencia de
conversión de amoníaco y producción de ácido nítrico com-
parables a las operaciones normales.

Los resultados del ensayo muestran que uti-



lizando el catalizador de acuerdo con esta invención, se puede emplear 60% menos de carga de tela metálica fina para lograr la misma eficiencia de conversión de amoníaco obtenida con un catalizador de tela metálica fina convencional, y el paquete de catalizador combinado puede dar una producción de ácido equivalente o posiblemente mayor y una concentración de ácido equivalente que el catalizador de tela metálica fina convencional. Además, las pérdidas de platino por volatilización se redujeron al menos en un 25% por el empleo del taco poroso, el cual sirve también como adsorbente de los vapores de rodio.

La reducción sustancial en la volatilización del platino fué sorprendente y representa un ahorro importante en el coste de operación. Se encontró que en una unidad convencional la mayor parte de la volatilización tiene lugar en las 4-6 capas superiores de la tela metálica fina, esto es, no se distribuye uniformemente por toda la tela metálica. Así pues, sobre esta base, la cantidad de volatilización del platino metálico debería ser la misma tanto si se utilizase un catalizador convencional como si se emplease un catalizador de esta invención. No obstante, como se ha indicado, en todos los experimentos las pérdidas por volatilización se redujeron en un 25%-50% del platino normalmente volatilizado. Se cree que por el uso del catalizador de esta invención se produce una disminución en la fluctuación de temperatura, con el resultado de una reducción en el calentamiento localizado de la tela metálica fina.

EJEMPLO 5

En un convertidor que tenía una capacidad

385 100



de 167,7 toneladas de ácido nítrico por día se llevaron a cabo ensayos utilizando una tela metálica fina de catalizador convencional a una carga de catalizador de 10.263 gramos (ó 61,22 g/tonelada diaria) y paquetes de catalizador en los cuales el 55% de la tela metálica fina se reemplazó por un taco poroso de acuerdo con esta invención. Los tacos porosos utilizados en este ensayo eran tacos divididos en compartimientos contruidos de Nichrome de 5,08-7,62 mm de espesor. Sobre la base de los experimentos de laboratorio, la caída total de presión en la unidad del paquete de catalizador combinado simuló la caída de presión del catalizador convencional. Los resultados de los ensayos se resumen en la Tabla IV.

T A B L A IV

Resumen de Resultados de Ensayo en Convertidor de 167,7 toneladas/día

(Promedio de un gran número de ensayos)

Ensayo	Operación Convencional	A-1 ^o	A-2
Carga de Tela Metálica Fina (g)	10.263	4.650	4.290
Horas de Operación	1000-1200	1.334	1.380
Eficiencia de Conversión de Amoniaco (%)	95-97	95,9 (96,6 - Primeras 988 horas)	96,3
Concentración del Acido (%)	56	56	56
Nivel de Producción, tonelada gas/día de ácido del 100%	167,7	167,7	167,7
Pérdida de Platino, g/día	53,5	40,1	38,2

^o2 Hojas adsorbedoras de gases de Pd-Au utilizadas bajo la tela metálica fina.

Los resultados muestran que el catalizador



de acuerdo con esta invención tiene una eficiencia de conversión de amoníaco durante su vida útil como tal catalizador comparable a un catalizador convencional, con pérdidas de platino metálico por volatilización reducidas en más de un 25%.

5

Se apreciará que los ejemplos específicos que anteceden ilustran simplemente la invención y que pueden hacerse muchas modificaciones dentro del espíritu y alcance de la descripción.

10

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 12 de Enero de 1970, bajo el nº 2255, reivindicaciones 1-4 y 11 de Septiembre de 1970, Nº 71.560 reivindicación 5, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

- N O T A -

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

20.

1.- Un procedimiento para la oxidación de amoníaco para producir óxidos de nitrógeno en el que una mezcla de amoníaco y un gas de oxidación se ponen en contacto a temperatura y presión elevadas con un taco de ca

26-11-70

- 26 - 385 100

POOR
QUALITY



talizador que contiene desde aproximadamente 10 a 50 capas de tela metálica fina de un metal del grupo del platino, en el que se proporciona un Método para reducir la cantidad de tela metálica fina de platino que comprende

5 determinar la cantidad óptima de tela metálica fina requerida para obtener al menos aproximadamente el 95% de conversión del amoníaco en óxidos de nitrógeno, determinar la caída de presión a través de dicho taco de tela metálica fina de catalizador en las condiciones de reacción,

10 reemplazar aproximadamente 1/3 a 2/3 de dicha tela metálica fina con una estructura porosa de un metal no-precioso resistente a la corrosión, teniendo dicha estructura una porosidad tal que la caída total de presión a través del paquete de catalizador, que contiene la tela metálica fina restante y la estructura porosa, es sustancialmente igual a la del taco de catalizador óptimo, y llevar a

15 cabo la oxidación del amoníaco.

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la estructura porosa tiene la forma de un taco de metal orientado al azar.

20

3.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que la estructura porosa está fabricada de alambres de Inconel o Nichrome.

4.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2 en el que la estructura porosa está fabricada de malla metálica entretejida y comprimida para formar un taco de metal orientado al azar.

25

5.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que el producto de reacción se utiliza como una etapa en la producción de ácido nítrico y en

30

17012

385 100

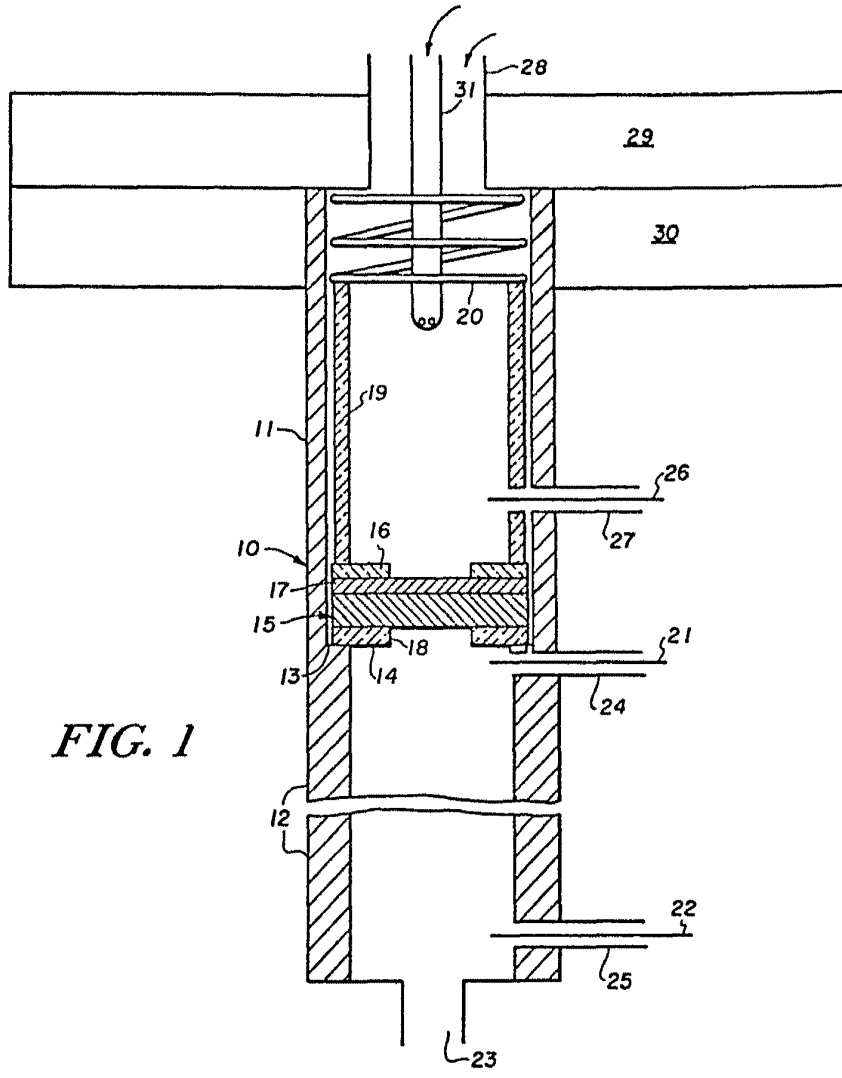


FIG. 1

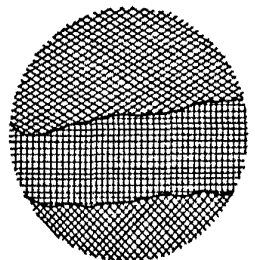


FIG. 2

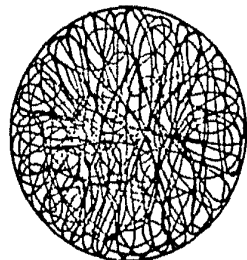


FIG. 3

For Patent

076173

385100

1610

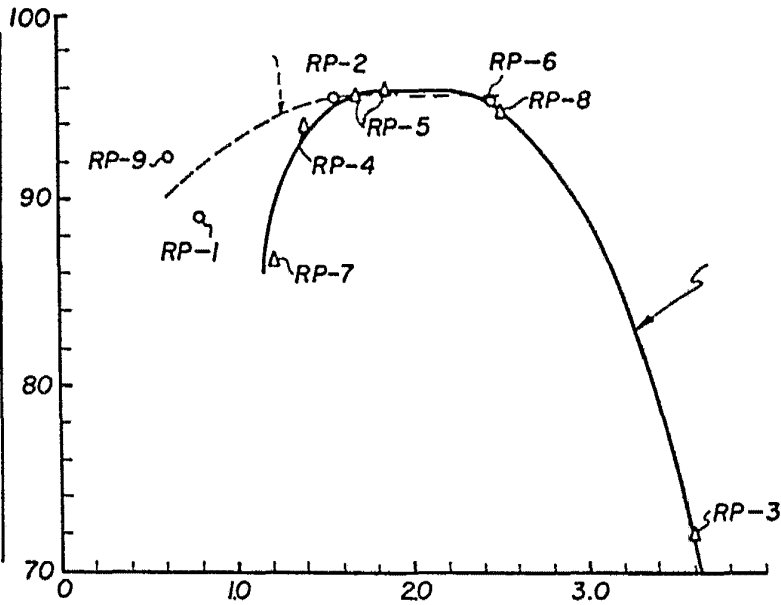


FIG. 4

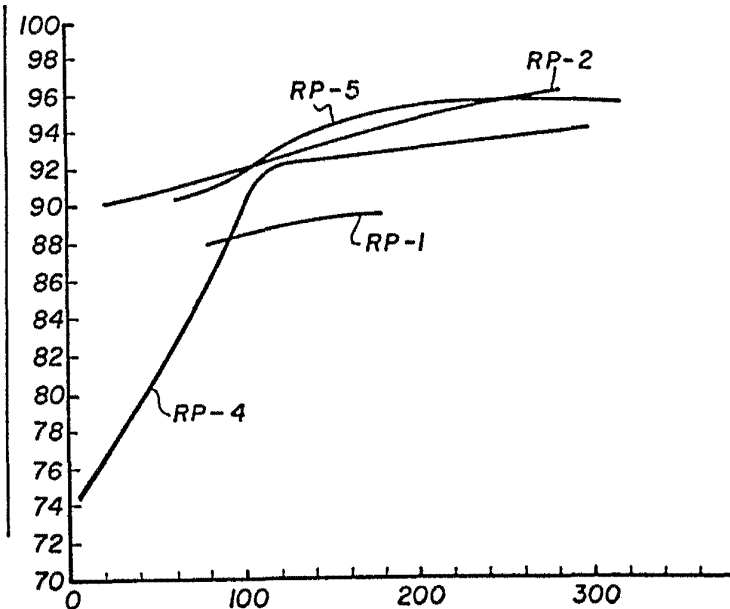


FIG. 5

Handwritten signature or initials in the bottom right corner.