

Folio 19785



1973

Int. Cl. B01J; C01B

410318

410318

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "UN METODO PARA PREPARAR UN CATALIZADOR DE OXIDACION DE ELEVADA TEMPERATURA", a favor de la firma británica ISC CHEMICALS LIMITED, residente en Austral House, Basinghall Avenue, London, E.C. 2., (Inglaterra).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

- Este invento se refiere a catalizadores de oxidación para ser utilizados en la conversión de dióxido de azufre en trióxido de azufre, particularmente catalizadores de oxidación dotados de resistencia mecánica mejorada en la exposición a temperaturas relativamente elevadas, por ejemplo a temperaturas superiores a 600°C. En lo sucesivo, en esta descripción, un catalizador de oxidación de esta índole se designará como un "catalizador" de oxidación de elevada temperatura del tipo referido".
- 5.

410318

2 E)



5. Se conocen catalizadores de vanadio comercial de oxidación de dióxido de azufre que normalmente están soportados sobre sílice, por ejemplo en forma de diatomita o gel de sílice; sin embargo, estos soportes tienden a perder su resistencia mecánica después del uso prolongado a temperaturas por encima de 600°C. Se considera que esto es debido a un cambio de fase en el material silíceo de soporte.

10. Se requiere que estos catalizadores posean buena resistencia mecánica y actividad a temperaturas relativamente elevadas principalmente debido al empleo del proceso de doble absorción Bayer en donde el gas de trióxido de azufre es absorbido del gas conversor en una etapa intermedia del conversor. Esto resulta en una elevada relación

15. $O_2 : SO_2$ en la etapa o etapas subsiguientes del conversor y de aquí la posibilidad de obtener un elevado contenido de SO_2 en el gas conversor inicial. Esto tiene lugar especialmente cuando este proceso se utiliza en combinación con quemadores de azufre. Este superior contenido

20. de SO_2 del gas resulta en temperaturas superiores en la primera etapa de un conversor de oxidación de dióxido de azufre.

25. El invento, en un aspecto, consiste en un catalizador de oxidación de elevada temperatura del tipo referido dotado de, por lo menos, un compuesto de vanadio promotor de oxidación que comprende (a), por lo menos, un sulfato de metal alcalinotérreo y/o un compuesto apto para formar un sulfato de metal de esta índole y (b) sílice o un material silíceo.

410318



5. La resistencia a la elevada temperatura del catalizador se incrementa todavía mediante la incorporación de una reducida cantidad de sulfato de metal alcalinotérreo, particularmente sulfato de bario y sulfato de calcio, en el material de soporte. Sin embargo, debe estar presente el sílice o el material silíceo para soportar el compuesto de vanadio.

10. El compuesto de vanadio promotor de la oxidación es, de preferencia, pentóxido de vanadio, o un precursor suyo, o bien puede ser un compuesto producido por la reacción de un óxido de vanadio con un óxido de azufre.

15. El compuesto apto para formar un sulfato de metal alcalinotérreo, caso de utilizarse, será normalmente un compuesto que formará un sulfato metálico de esta índole mediante reacción con óxidos de azufre, por ejemplo hidróxidos y carbonatos de calcio y de bario los cuales reaccionarán para formar sulfato cálcico y sulfato bórico.

20. El sílice adopta, de preferencia, la forma de una tierra de diatomeas o gel de sílice. La tierra de diatomeas puede ser, por ejemplo, la que se expende bajo la marca "Celite", "Dicalite" o "Porosil" (todas ellas marcas registradas).

25. En un aspecto preferido, el material de soporte contiene entre 1 y 50% por volumen de sulfato bórico o sulfato cálcico, siendo el resto sílice o material silíceo. El sulfato bórico es el sulfato de metal alcalinotérreo preferido; la relación ponderal de sílice o material silíceo a sulfato bórico, en el material de soporte, está comprendida, de preferencia, entre 10:1 y 1:10,

410318

- 2 ENE. 1971



preferiblemente entre 10:1 y 2:1.

5. El invento, en otro aspecto, consiste en un método de conversión de dióxido de azufre en trióxido de azufre que comprende el contactar un gas de elaboración conteniendo dióxido de azufre y oxígeno libre con un catalizador de oxidación de elevada temperatura de conformidad con el invento, a una temperatura comprendida entre 35° y 700°C.

10. La temperatura máxima de conversión está comprendida, de preferencia, entre 600° y 660°C.

15. El invento, en todavía otro aspecto, consiste en un método para preparar un catalizador de oxidación de elevada temperatura que comprende mezclar entre sí, por lo menos, un sulfato de metal alcalinotérreo y/o un compuesto apto para formar un sulfato metálico de esta índole con sílice o un material silíceo, e incorporar, por lo menos, un compuesto de vanadio y, por lo menos, un hidróxido de metal alcalino y/o una sal de metal alcalino y dar a la mezcla forma de cuerpos de catalizador, por ejemplo cordones, pellas o gránulos.

20. El proceso de formación puede incluir operaciones tales como la humectación, mezclado y conformación de la mezcla plástica y el secado de las secciones moldeadas y el corte de éstas en longitudes apropiadas.

25. El compuesto de vanadio es, de preferencia, vanadato amónico, $\text{NH}_4 \text{VO}_3$.

El hidróxido de metal alcalino es, convenientemente, hidróxido potásico o una mezcla de hidróxidos sódico y potásico; de modo análogo, la sal de metal

410318



alcalino es, convenientemente, sulfato potásico o una mezcla de sulfatos sódico y potásico.

5. El sulfato de metal alcalinotérreo es, de preferencia, sulfato calcíco o sulfato bórico o un compuesto que reaccione con óxidos de azufre para formar sulfato cálcico o sulfato bórico; estos compuestos incluyen hidróxidos y carbonatos de calcio y de bario.

10. Por lo general se ha encontrado que la presencia del sulfato de metal alcalinotérreo y/o el compuesto apto para formar un sulfato de esta índole en el material de soporte proporciona una resistencia mecánica mejorada después de la exposición a temperaturas relativamente elevadas, aunque se encuentre presente algo de sílice para mantener la actividad.

15. La descripción del invento se amplia con referencia a los ejemplos siguientes.

20. Se preparó un catalizador de oxidación de elevada temperatura del modo siguiente. Los ingredientes que se indican a continuación se mezclaron entre sí durante 10 minutos en una mezcladora de cuchilla "Z"

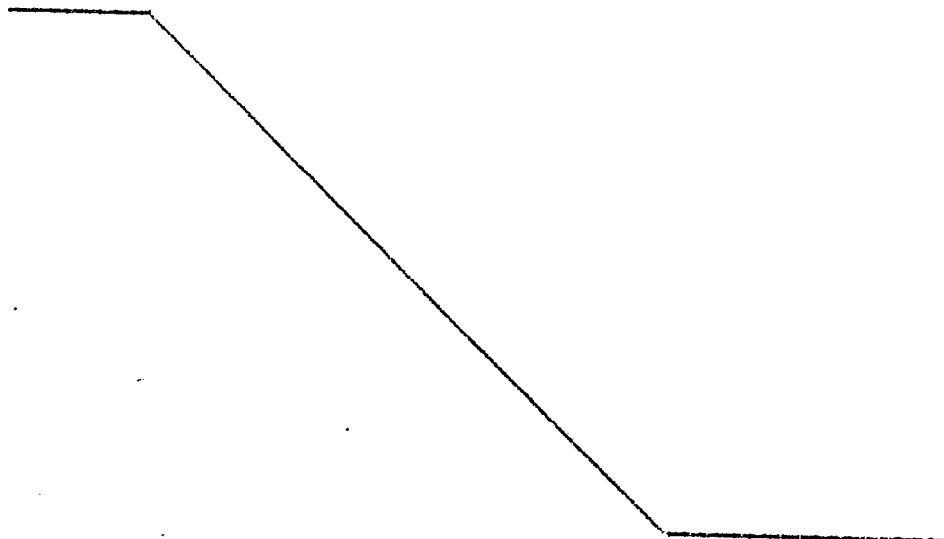
	50/50	{ Sulfato de bario (de calidad corriente expedido por Barium Chemicals Ltd.) { "Celite" (Marca registrada) 209	
	por volu- men		783 g 115 g
	Sulfato potásico, $K_2 SO_4$		18 g
25.	Vanadato amónico, $NH_4 VO_3$		34 g
	"Lytron" (marca registrada) polielectrolito		2 g
	goma arábica		4 g.

Se disolvieron 30 g de KOH + 4 g de NaOH en 100 cc de agua destilada y la solución resultante se

410318



- adicionó a la mezcla seca; se adicionaron 180 cc de agua para proporcionar la consistencia correcta para la extrusión. Se extruyó la mezcla a través de una matriz de 6 mm y se secó parcialmente para obtener cordones que se cortaron en longitudes apropiadas. Luego se activaron los cordones mediante calentamiento en aire a 400°C seguido de tratamiento con SO₂ al 6% en aire durante 6 horas a 400° - 500°C. El catalizador fue liberado por soplado del SO₃ en aire a 400 - 500°C.
- 5.
10. El catalizador preparado presentó una actividad máxima del 98,45% en la conversión SO₂ → SO₃ a 437°C. La resistencia mecánica del catalizador medida por abrasión fue de una pérdida del 4,2% después de 1500 revoluciones en un tambor giratorio. Después de calentamiento a 630°C durante 120 horas la abrasión fue del 4,8% con el mismo ensayo. La actividad máxima fue del 98,3% a 433°C.
- 15.
- Con los ingredientes indicados en la Tabla I que sigue se prepararon dos catalizadores más de oxidación de elevada temperatura designados JJ/BC 60 y JJ/BC 46.



410318

= 7 =

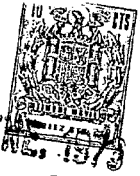


Tabla I

Catalizador	Kieselgur	BaSO ₄	NH ₄ VO ₃	KOH	NaOH	K ₂ SO ₄	Polielectrico	Soma
	li- on- bras zas	li- on- bras zas	li- on- bras zas	li- on- bras zas	li- on- bras zas	li- on- bras zas	li- on- bras zas	li- on- bras zas
JJ/BC 60	100 - kieselgur A	18 1	12 0	10 12½	1 7	6 4½	1 0½	2 2¾
JJ/BC 46	100 - kieselgur B	18 1	15 6	7 7	7 2	21 1¾	1 0½	2 2¾

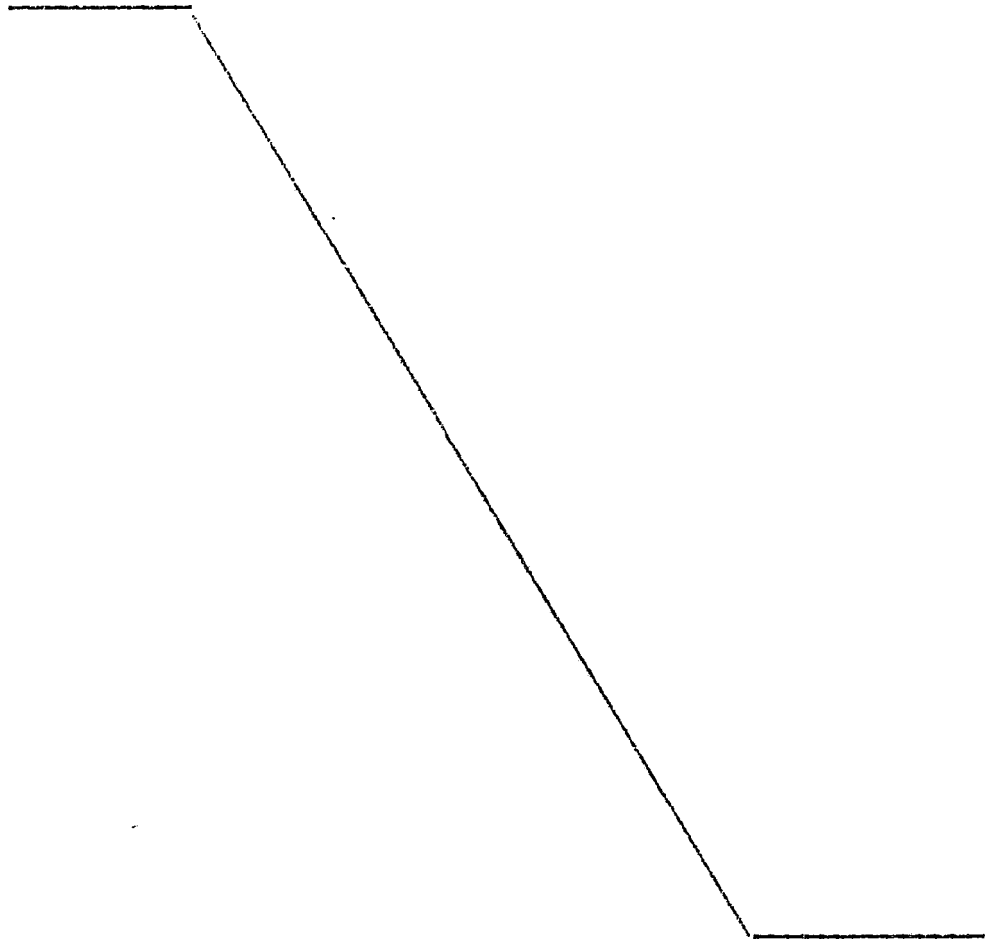
410318

- 2



Los ingredientes se mezclaron en la forma descrita en el ejemplo anterior y se extruyeron en forma de cordones que se cortaron a trozos.

5. La tabla II que sigue muestra el comportamiento de los catalizadores JJ/BC 60 y JJ/BC 46 comparados con catalizadores preparados en forma análoga desprovistos del aditivo de sulfato bórico y con catalizadores comerciales convencionales en relación con la resistencia (abrasión) y la actividad de conversión ($\text{SO}_2 \longrightarrow \text{SO}_3$)
10. expresado como conversión % a la temperatura dada en una sola etapa.



410318



1973

TABLA II

Catalizador	Tipo	Aditivos	Abrasión (finura %)		Actividad (Conv. % @ 20°C)		Contenido de V ₂ O ₅ (% en peso)	
			Antes	Después	Antes	Después	Antes	Después
<u>Catalizadores comerciales</u>	A	-	4.7	13.8	98.3,436	-	6.4	-
	B	-	1.2	8.2	98.5,432	-	5.8	-
	C	-	6.2	11.4	98.5,430	-	7.1	-
	D	-	5.0	18.0	98.2,433	-	6.8	-
	E	-	4.0	10.4	98.55,427	-	6.4	6.5
<u>Catalizadores experimentales</u>								
	kieselgur A. kieselgur A.	ninguno BaSO ₄	2.4 2.8	3.2 2.1	98.5,432 98.7,425	98.55,429 98.6,428	6.3	6.5
kieselgur B. kieselgur B.		ninguno BaSO ₄	3.4 5.6	10.8 6.6	98.2,432 98.05,435	98.35,432	7.3	6.9

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

5. 1. Un método para preparar un catalizador de oxidación de elevada temperatura, esencialmente, apto para la conversión de dióxido de azufre en trióxido de azufre, a temperaturas entre 350^o y 700^oC caracterizado porque comprende constituir una composición integrada de por lo menos, un sulfato de metal alcalinotérreo con sílice o un material silíceo, con por lo menos, un compuesto de vanadio y, por lo menos, un hidróxido de metal alcalino y/o una sal de metal alcalino, y dar a la composición sólida forma de cuerpos de catalizador.
10. 2. Un método, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque a la combinación citada se le da la forma de cordones, pellas o gránulos.
15. 3. Un método, de conformidad con la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque en su realización comprende además el formar dicha composición mediante humectación, homogeneizar secar la composición conformada y cortarla en trozos una vez conformada y seca.
20. 4. Un método, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el compuesto de vanadio participante en la combinación es vanadato amónico.
25. 5. Un método, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el hidróxido de metal alcalino es hidróxido potásico o una mezcla
- ME*



de hidróxidos sódico y potásico.

5. 6. Un método, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la sal alcalinometálica es sulfato potásico o una mezcla de sulfatos sódico y potásico.

7. Un método, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el sulfato de metal alcalinotérreo es sulfato cálcico o sulfato bórico.

10. 8. Un método para preparar un catalizador de oxidación de elevada temperatura.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 11 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 2 Enero 1973

P. a.

JAIME ISERN

P. P.

Firmado: JOSE F. NIETO

efe