

ES	11	NUMERO	44723	A1
	12	FECHA DE PRESENTACION	17-4-76	

PATENTE DE INVENCION

P.- 62.768

Case 1675

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
572.603	28-4-75	EE.UU.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	G01N // B01J	

64 TITULO DE LA INVENCION
"UN METODO DE TRANSFERIR UNA MUESTRA DE CATALIZADOR DESDE UN LUGAR DE TOMA DE MUESTRAS SITUADO DENTRO DE UN RECIPIENTE"

71 SOLICITANTE (S)
UOP INC.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Ten UOP Plaza, Algonquin & Mt. Prospect Roads, Des Plaines, Illinois 60016, Estados Unidos de América

72 INVENTOR (ES)
John Edward VandeVen y Steven Michael Fischer

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ



P.- 62.768

Case 1675

1                   La técnica anterior ha reconocido la impor-  
tancia de obtener muestras de catalizadores desde el interior  
de un reactor catalítico en funcionamiento. Esto proporciona  
una útil información acerca de factores tales como la canti-  
5                   dad de coque existente sobre la superficie del catalizador, la  
cantidad de metales depositados sobre el catalizador, el con-  
tenido de halógenos, la superficie específica, el tamaño de  
cristalitos de platino o el estado de oxidación del cataliza-  
dor. Un tipo de dispositivo de toma de muestras desarrollado  
10                   para suministrar esta información abre y cierra mecánicamente  
la lumbrera de toma de muestras situada en el extremo de la  
sonda. Este tipo de dispositivo de toma de muestras está re-  
presentado por el dispositivo mostrado en la patente de los  
Estados Unidos 3.348.419. En esta referencia, un conducto hue-  
15                   co de retirada es hecho girar dentro de un árbol hueco para  
abrir y cerrar un orificio dentro del conducto de retirada.  
La patente de los Estados Unidos 3.442.138 describe un árbol  
no rotatorio que desliza de un modo de movimiento alternativo  
dentro de un árbol exterior para realizar la salida de cata-  
20                   lizador. Estos dispositivos de toma de muestras tienen diver-  
sas desventajas, que ha reconocido la técnica anterior. El  
movimiento asociado con su funcionamiento tiende a aplastar  
al catalizador y la naturaleza mecánica de la sonda requiere  
estrechas tolerancias. Las diferencias de temperatura que ex-  
25                   perimentan el dispositivo de toma de muestras y las partícu

17 APR 1976



1 las finas se combinan para hacer difícil el funcionamiento.  
Da como resultado también un agarrotamiento y una exco-  
2 ción de las partes móviles.

5 Un segundo tipo de dispositivo de toma de  
muestras produce o controla neumáticamente la circulación de  
catalizador. Por ejemplo, en la patente de los Estados Uni-  
dos 3.653.265, la diferencia de presiones entre el recipien-  
te de reacción y un colector de sólidos es utilizada para  
10 crear una corriente gaseosa que arrastra catalizador hacia  
arriba y hacia fuera del recipiente. La velocidad de retira-  
da de catalizador es regulada por una circulación de gas de  
purga suministrado a la entrada del conducto de retirada. Un  
aumento en la velocidad de gas de purgá disminuye la circula-  
ción de gas desde el recipiente y por lo tanto la transfe-  
15 rencia de catalizador. Un segundo sistema mostrado en la paten-  
te de los Estados Unidos 3.786.682 suministra una circula-  
ción de gas a alta velocidad al extremo del conducto de re-  
tirada a través de un pequeño tubo contenido dentro del con-  
ducto. Esta circulación de alta velocidad impide que penetre  
20 catalizador en el tubo excepto cuando esté reducido, y la  
construcción permite la retirada de la totalidad del catali-  
zador desde el conducto. Este segundo tipo de dispositivo de  
toma de muestras elimina los problemas mecánicos, pero las  
circulaciones de gas requeridas para eliminar pequeñas can-  
25 tidades de catalizador son difíciles de controlar y de medir.

17 ABR 1973

El segundo sistema tiene también una segunda desventaja por el hecho de que la elevada velocidad de gas forma un ambiente no representativo cerca de la lumbrera de toma de muestras de catalizador y por lo tanto tiende a producir muestras que no son representativas.

5 La memoria de patente de los Estados Unidos 3.487.695 presenta un conducto de retirada de construcción similar a la preferida para utilizarse con el método expuesto. No obstante, el modo de trabajo utilizado para retirar catalizador difiere. La presión dentro del colector de muestras está equilibrada con el reactor, y los dos volúmenes son puestos en comunicación abierta a través del conducto de retirada. Luego el catalizador es transferido por una circulación de gas producida comunicando brevemente con la atmósfera el colector de muestras en un lugar externo.

10 En el presente invento, muestras representativas de catalizador son retiradas de un lugar de toma de muestras situado dentro de un recipiente que contiene un lecho fijo de catalizador en un sistema mecánicamente simple sin la utilización de grandes corrientes de gas. De acuerdo con el invento se crea un método de transferir una muestra de catalizador desde un lugar de toma de muestras dentro de un recipiente que contiene un lecho de catalizador dentro de un conducto de retirada, y de transferir la muestra de catalizador dentro de un colector de muestras situado fuera del recipiente, el cual

17 APR 1978

1 método comprende las operaciones de: (a) obturar el conducto  
de retirada para una circulación de gas en un lugar situado  
entre el lugar de toma de muestras y el colector de muestras;  
(b) poner en vacío el colector de muestras y crear en él una  
5 presión menor que la mantenida en el recipiente; y (c) desob-  
turar rápidamente el conducto de retirada y hacer pasar una  
corta y rápida circulación de gas a través del conducto de re-  
tirada, lo cual iguala las presiones dentro del recipiente y  
del colector de catalizador, y efectuar una fluidificación de  
10 catalizador dentro de la lumbrera de entrada del conducto de  
retirada y la transferencia de catalizador a través del con-  
ducto de retirada hacia el colector de muestras.

La figura 1 presenta una sección transversal  
vertical de un reactor catalítico de lecho fijo en el cual  
15 ha sido instalado un sistema adaptado para la realización del  
método expuesto. La figura 2 ilustra la construcción preferi-  
da del extremo superior del conducto de retirada de cataliza-  
dor cuando el conducto es inclinado durante la utilización.  
La figura 3 ilustra la relación existente entre la diferen-  
20 cia de presiones aplicada a un sistema específico y la canti-  
dad de catalizador transferido.

Refiriéndose ahora a la figura 1, la pared  
exterior 1 encierra un reactor que contiene un lecho fijo de  
partículas de catalizador 2. El reactor es mostrado tal co-  
25 mo aparecería en sección transversal cuando se utilizase un

17 ABR. 1978



1 lecho anular de catalizador. Una pared porosa cilíndrica 3 de  
tela metálica retenedora de catalizador y un tubo central ci-  
líndrico poroso 4 definen los extremos exteriores del lecho  
de catalizador. Los reaccionantes pueden circular radialmen-  
5 te en dirección hacia dentro o en dirección hacia fuera. El  
sistema de toma de muestras de catalizador incluye un conduc-  
to de retirada 5 que se extiende hacia arriba dentro del le-  
cho de catalizador. Una lumbrera de entrada de catalizador 6  
está situada cerca del extremo superior del tubo de retirada.  
10 El conducto de retirada pasa dentro del reactor a través de  
una boquilla de retirada de catalizador que está llena con  
esferas inertes con un diámetro mayor que el del catalizador.  
La conducción 9 lleva una pequeña corriente de un gas de pur-  
ga calentado a una velocidad controlada por la válvula 10 y  
15 suministra el gas de purga a la base del conducto de retira-  
da. Justamente por debajo de este punto está situada una vál-  
vula 8 que puede formar un cierre hermético a la presión a  
través del conducto de retirada. Una segunda conducción 11 co-  
necta con el conducto 14 que se extiende hacia abajo desde  
20 la válvula. Esta conducción puede llevar a un manantial de  
vacío o puede ser una simple conducción de ventilación. La  
conducción 11 puede suministrar también gas de purga al con-  
ducto. La circulación a través de esta conducción es contro-  
lada por la válvula 12. Una segunda válvula 15 está dispues-  
25 ta en el conducto de retirada por debajo de la conducción 11.

17  
10  
17  
1976  
1977

1 La válvula 8 o la válvula 15 pueden ser utilizadas como la válvula principal de obturación o de alivio de subpresión. Se disponen dos válvulas como una medida de seguridad. Un colector cilíndrico de muestras 13 está situado por debajo de la válvula 5 la 15.

La figura 2 ilustra la construcción preferida de la lumbrera de entrada de catalizador 6 orientada hacia abajo, que está situada junto al extremo superior del conducto de retirada 5, cuando este conducto ha de ser montado sobre un plano inclinado. La lumbrera de entrada es el extremo inferior no obturado de un pequeño tubo 16, que se extiende dentro del conducto de retirada y está orientado hacia arriba en dirección a la caperuza 19 que cierra herméticamente el extremo superior del conducto. El extremo superior 20 del tubo 16 estará preferiblemente cerca de la horizontal cuando esté instalado el conducto.

La figura 3 presenta un resumen de datos experimentales acerca de la relación de la diferencia de presiones aplicada entre el recipiente y el colector de muestras con la cantidad transferida bajo un grupo específico de condiciones. Los datos son presentados como una banda ya que se encontró que la cantidad transferida varía ligeramente con diferentes configuraciones de la lumbrera de entrada y de la porción superior del conducto de retirada. Estos datos se obtuvieron utilizando un material de base para catalizador de reforma de 0,16

17 ABR 1976



1 cm con nitrógeno en calidad de gas puesto a presión. El volumen del colector de muestras y de la tubería situada por debajo de la válvula principal era de aproximadamente 900 cm<sup>3</sup>.

5 El invento se lleva a cabo produciendo una circulación repentina pero pequeña del gas que fluidifica la pequeña cantidad deseada de catalizador y la arrastra en una dirección ascendente dentro del conducto de retirada de catalizador. Luego el catalizador es transportado en sentido descendente a través del conducto de retirada por la acción de  
10 la fuerza de la gravedad. Esta pequeña circulación de gas es producida obturando primeramente el conducto de retirada con respecto a la circulación de gas en un lugar situado entre el lugar del reactor en el que se desea tomar la muestra, mencionado aquí como el lugar de toma de muestras, y el colector  
15 de muestras. Luego, el colector de muestras es puesto en vacío, es decir la presión en el colector de muestras es reducida a un valor inferior al existente en el reactor. Preferiblemente, la diferencia de presiones creada de este modo es superior a 2,3 atmósferas. La obstrucción en el conducto de  
20 retirada es suprimida luego rápidamente. Esto produce una pronunciada circulación pulsante de un volumen regulado de gas dentro de la zona de presión más baja, la cual circulación se detiene en el corto tiempo requerido para que se igualen las  
25 dos presiones. El volumen de la circulación de gas es contro-



1 lado por el volumen evacuado y por la diferencia de presiones  
utilizada.

El método expuesto tiene una ventaja con res-  
pecto a los sistemas neumáticos de la técnica anterior debido  
5 a su aptitud de regular automáticamente la cantidad de cata-  
lizador retirado con un buen grado de precisión. Esto consti-  
tuye una mejora con respecto a la vigilancia de la cantidad  
retirada por medios tales como una mirilla de vidrio, que pre-  
senta un grave riesgo para la seguridad debido a la presión  
10 y al choque térmico a que es sometido el vidrio. El control  
intrínseco de la cantidad de gas circulante asegura que el sis-  
tema no retire una cantidad excesiva de catalizador que podría  
llenar el conducto de retirada o conducir a pérdidas de la ob-  
turación o cierre hermético en la parte superior del lecho de  
15 catalizador. El método expuesto tampoco requiere ninguna medi-  
ción de tiempo para vigilar la cantidad transferida.

La cantidad de catalizador retirado depende  
de dos variables, el volumen del colector y de los conductos  
situados por debajo de la válvula de obturación principal y  
20 la diferencia de presiones entre este volumen y el reactor.  
Trabajos experimentales han determinado que la cantidad de ca-  
talizador retirado mantiene una relación no lineal con respec-  
to a la diferencia de presiones entre el reactor y el colec-  
tor de muestras. La cantidad retirada puede ser ajustada por  
25 lo tanto en un sistema instalado de volumen desconocido cambian-

17 ABR 1976

1 do la diferencia de presiones. La relación entre la diferencia  
de presiones y la muestra obtenida es mostrada en la figura 3  
para un grupo específico de condiciones. El rendimiento de  
5 otros sistemas variará dependiendo de la configuración del  
conducto de retirada, del tipo de catalizador del que se han  
tomado muestras, etc. No obstante, la información requerida  
para producir un gráfico similar al de la figura 3 puede ser  
obtenida sólo con unos pocos experimentos de ensayo. Para  
un sistema recientemente instalado, la primera toma de mues-  
10 tras deberá ser intentada con una baja diferencia de presio-  
nes de alrededor de 2,3-3,0 atmósferas, con el fin de asegu-  
rar que sólo se retire una pequeña cantidad. Esta cantidad  
es medida, y si es diferente que la deseada, se puede consul-  
tar la figura 3 para estimar la diferencia de presiones re-  
15 querida. El tamaño de la muestra retirada deberá mantener  
también teóricamente una relación lineal con respecto al vo-  
lumen de la parte del sistema puesta en vacío. También se pue-  
de utilizar el recurso de variar el tamaño del colector como  
una alternativa para ajustar la diferencia de presiones. El  
20 tamaño del colector de muestras deberá ser hecho variar si la  
diferencia de presiones óptima alcanzada es excesiva o es tan  
pequeña que inexactitudes secundarias en la medición de pre-  
siones producen variaciones perceptibles en la cantidad de  
catalizador retirado.

25 El sistema puede ser aplicado a lechos fijos

17 ABR 1976



1 o móviles de catalizador, si bien normalmente la toma de mues-  
tras se efectúa sólo en recipientes que contienen un lecho fi-  
jo de catalizador. El invento puede utilizarse para tomar mues-  
tras de catalizador en recipientes diferentes de un reactor o  
5 de una zona de reacción. Por ejemplo, puede ser utilizado pa-  
ra vigilar un proceso o una operación de tratamiento, tal co-  
mo una halogenación, llevada a cabo en una zona de regeneración,  
o durante la producción del catalizador.

Los técnicos en la materia reconocerán otras  
10 aplicaciones a las que es adaptable este método y comprobarán  
también que los sistemas mecánicos para llevar a cabo el pro-  
cedimiento pueden tener una configuración diferente de la aquí  
descrita. Unos experimentos han probado que el método es rea-  
lizable con diferentes configuraciones para la lumbrera de en-  
15 trada de catalizador y el extremo superior del conducto de re-  
tirada. Por ejemplo, el extremo puede ser doblado para curvar-  
se hacia abajo de una manera similar a la parte superior de  
una caña, o un cono puede estar colocado distanciado ligeramen-  
te por encima del extremo abierto del conducto. Otras configu-  
20 raciones utilizables se muestran en la patente de los Estados  
Unidos 3.487.695. No obstante, la lumbrera de entrada de cata-  
lizador debe estar orientada hacia abajo para evitar que caí-  
ga catalizador dentro del conducto de retirada entre tomas de  
muestras. Se prefiere que el extremo superior del conducto  
25 tenga el mismo diámetro exterior que el resto del conducto pa-

17 APR 1976

1 ra permitir su fácil inserción dentro del recipiente y su re-  
tirada de este recipiente. El conducto puede ser insertado a  
través de una boquilla de descarga dispuesta usualmente en  
la parte inferior del reactor, y es adaptable para utilizarse  
5 con boquillas verticales o con boquillas inclinadas. Se pre-  
fiere especialmente que el conducto esté construido tal co-  
mo se muestra en la figura 2. Este diseño cumple el criterio  
de mantener el espacio vacío en la entrada al conducto de re-  
tirada en un tamaño mínimo y de este modo asegura la obtención  
10 de una muestra más representativa.

Dado que el recipiente del que se ha de re-  
tirar el catalizador puede ser hecho trabajar a una presión  
muy superior a la atmosférica, la diferencia óptima de presio-  
nes puede requerir que el colector de muestras también esté  
15 por encima de la presión atmosférica. Por lo tanto, el térmi-  
no "puesta en vacío" se utiliza aquí con referencia a la pre-  
sión existente dentro del recipiente y puede requerir simple-  
mente purgar una porción del contenido puesto a presión del  
colector, o conectar el colector con un manantial de vacío.  
20 El catalizador deberá ser mantenido en una atmósfera inerte  
después de haber sido retirado del lecho. Por lo tanto se pre-  
fiere que el colector de muestras sea purgado con nitrógeno  
y colocado bajo una presión positiva, si es posible.

Una operación del procedimiento del invento  
25 comprende "aislar" el colector de muestras. Se pretende que



1    esto signifique una obturación del colector y del conducto en-  
tre éste y la válvula principal de obturación con respecto a  
conexiones exteriores tales como conducciones de purga o de  
ventilación. En otras palabras, cuando el colector de muestras  
5    está aislado, no existe ningún camino por el que puedan esca-  
par reaccionantes. Esto constituye una importante diferencia  
con respecto a los métodos de toma de muestras que fluidifi-  
can el catalizador por purga de una corriente constante o va-  
riable de gas desde el recipiente que contiene el lecho de ca-  
10   talizador.

Una pequeña corriente continua de gas de pur-  
ga calentado es hecha pasar preferiblemente dentro de la par-  
te inferior del conducto de retirada en un lugar situado jus-  
tamente por encima de la válvula de obturación principal. Es-  
15   to se hace para evitar que se produzcan en el conducto de re-  
tirada la condensación de hidrocarburos y la formación conco-  
mitante de coque. El caudal de esta corriente es controlado  
preferiblemente por un orificio de restricción de paso. La co-  
rriente de purga puede ser detenida durante el proceso de to-  
20   ma de muestras, pero se requiere una corriente tan pequeña que  
no interfiere con la retirada, si ésta no ha sido detenida.

Para ilustrar con más detalle la construc-  
ción y la realización del invento, se describirá un disposi-  
tivo de toma de muestras adaptado para utilizarse con reacto-  
25   res reformadores de circulación radial en lecho fijo utili-



1 zando un catalizador esférico nominal de 0,16 cm. El con-  
ducto de retirada está formado a partir de un tubo de no-  
menclatura 40S de 2,5 cm que se extiende preferiblemente ha-  
cia arriba hasta un lugar equidistante de las paredes del  
5 reactor y del borde de la tela metálica de tubería central.  
Desde luego, pueden obtenerse muestras con una pluralidad  
de dispositivos de toma de muestras con el fin de perfilar  
las características del catalizador en el lecho. Un tubo  
de calibre 16 de 1,3 cm de diámetro exterior es utiliza-  
10 do para formar el tubo de entrada de catalizador en el  
conducto de retirada. Este es soldado a una abertura en el  
conducto con un ángulo de 30° con respecto al eje longitu-  
dinal del conducto. El conducto es instalado con la abertu-  
ra orientada perpendicularmente a la circulación de reaccio-  
15 nantes. La parte superior del conducto de retirada es obtu-  
rada con una caperuza soldada de 2,5 cm, y el extremo supe-  
rior del tubo de calibre 16 es centrado dentro del conduc-  
to de retirada. El conducto de retirada es obturado mediante  
una válvula esférica de acero inoxidable de 3,7 cm con tapa y  
20 asientos metálicos extendidos. El colector de muestras es una  
sección de 45,7 cm de longitud de tubo de nomenclatura 80 de 5,1  
cm. Esta disposición es apropiada para suministrar una muestra  
de aproximadamente 100 cm<sup>3</sup> de volumen con la diferencia de  
presiones correcta entre el reactor y el colector de mues-  
25 tras. El colector de muestras propiamente dicho está provisto

17 ABR 1976



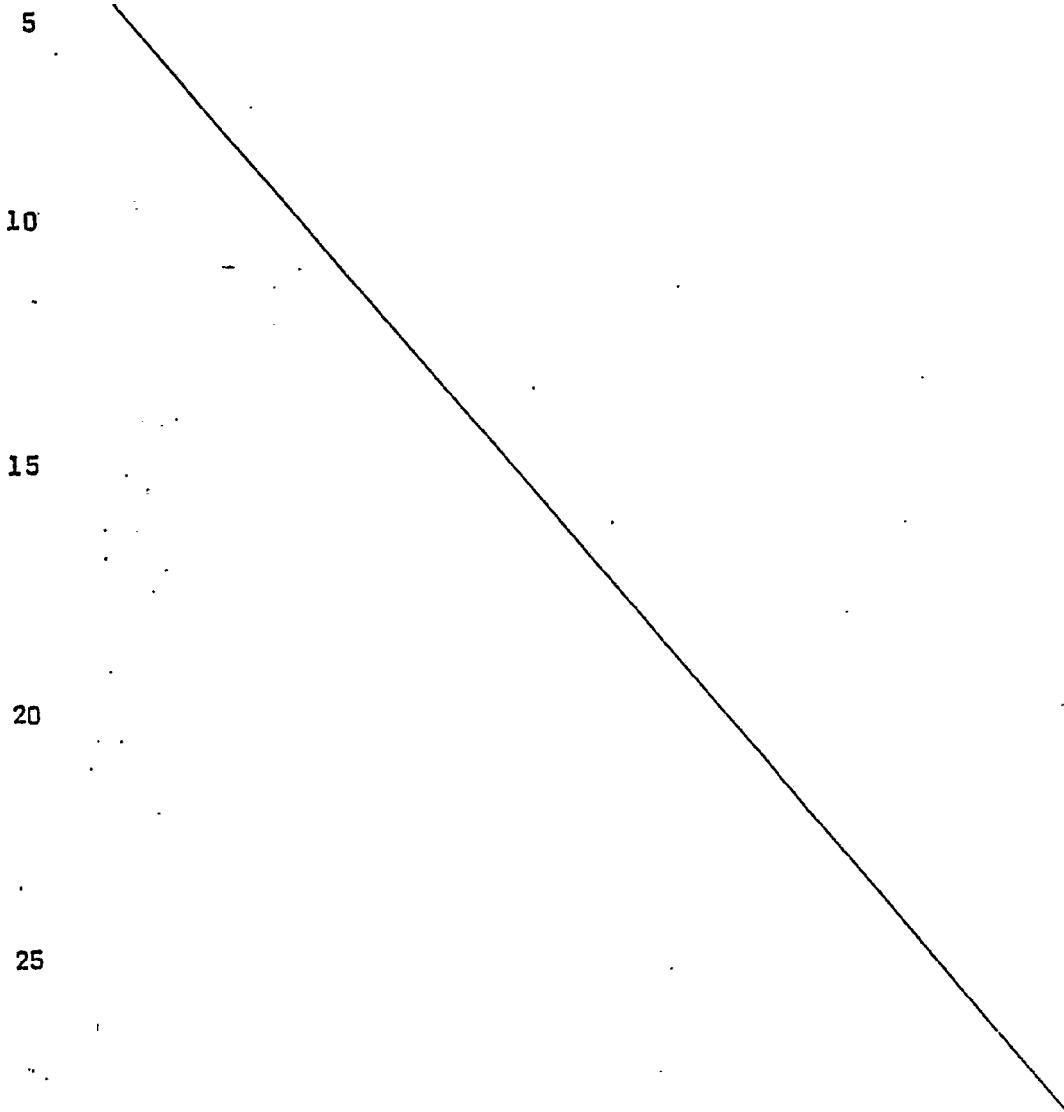
1 con una válvula de compuerta en cada extremo y con un manómetro.

El funcionamiento preferido del sistema comprende fijar primeramente el colector de muestras al conducto de retirada, habiendo sido el colector primero purgado y puesto bajo una ligera presión positiva con nitrógeno. La válvula superior del colector y las válvulas intermedias o de retención son luego abiertas. La conducción de ventilación es cerrada y la válvula principal es luego abierta rápidamente para permitir que una cierta cantidad de los reaccionantes penetre rápidamente dentro del colector de muestras y de las conducciones asociadas. Esto produce un corto impulso de circulación de gas dentro del conducto de retirada, que fluidifica una cierta cantidad de catalizador y transfiere esta cantidad dentro del conducto de retirada a través de la lumbrera de entrada de catalizador y del tubo que se extiende hacia arriba. Luego el catalizador es arrastrado hacia abajo por el gas, o cae simplemente a través del conducto de retirada y dentro del colector de muestras. Después la válvula principal es cerrada y la conducción de ventilación es abierta. La conducción de ventilación es mantenida abierta y la segunda válvula situada justamente por encima del colector de muestras es cerrada como una precaución de seguridad. Esto obliga a que cualquier fuga a través de la válvula principal sea llevada a la atmósfera en lugar de entrar en contacto con la persona que reti-

5  
10  
15  
20  
25

17 ABR 1976

1 ra el colector de muestras. El colector es dejado enfriarse y después es retirado del conducto de retirada. En este momento, el colector es reducido de presión y puede ser purgado con nitrógeno, si esto es deseable.





1

5

- REIVINDICACIONES -

10

12.- Un método de transferir una muestra de catalizador desde un lugar de toma de muestras situado dentro de un recipiente que contiene un lecho de catalizador dentro de un conducto de retirada, y de transferir la muestra de catalizador dentro de un colector de muestras situado fuera del recipiente, el cual método comprende las operaciones de (a) obturar el conducto de retirada con respecto a circulación de gas en un lugar situado entre el lugar de toma de muestras y el colector de muestras; (b) poner en vacío el colector de muestras y crear en él una presión inferior a la mantenida en el recipiente; y (c) desobturar rápidamente el conducto de retirada y hacer pasar una corta y rápida circulación de gas a través del conducto de retirada, lo cual iguala las presiones dentro del recipiente y del colector de catalizador, y efectuar una fluidificación de catalizador dentro de la lumbrera de entrada del conducto de retirada y la transferencia de

15

20

25

6.4.76

- 17 -

17 ABR 1976

1 catalizador a través del conducto de retirada al colector de  
muestras.

2ª.- El método de la reivindicación 1ª, en  
que el conducto de retirada tiene una lumbrera de entrada de  
5 catalizador orientada hacia abajo.

3ª.- El método de las reivindicaciones 1ª ó  
2ª, en que la presión dentro del colector de muestras es dis-  
minuída a una presión inferior a la atmosférica.

10 4ª.- El método de la reivindicación 3ª, en  
que una porción del conducto de retirada es puesta en vacío.

5ª.- Un método de transferir una muestra de  
catalizador desde un lugar de toma de muestras situado dentro  
de un recipiente.

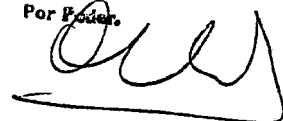
15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que  
antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con  
los fines que se han especificado.

20 Esta Memoria consta de dieciocho hojas es-  
critas a máquina por una sola cara.

Madrid, 17 ABR. 1976

P.A.

Alberto de  
Por Poder.



25

6.4.76

- 18 -

EAS.-



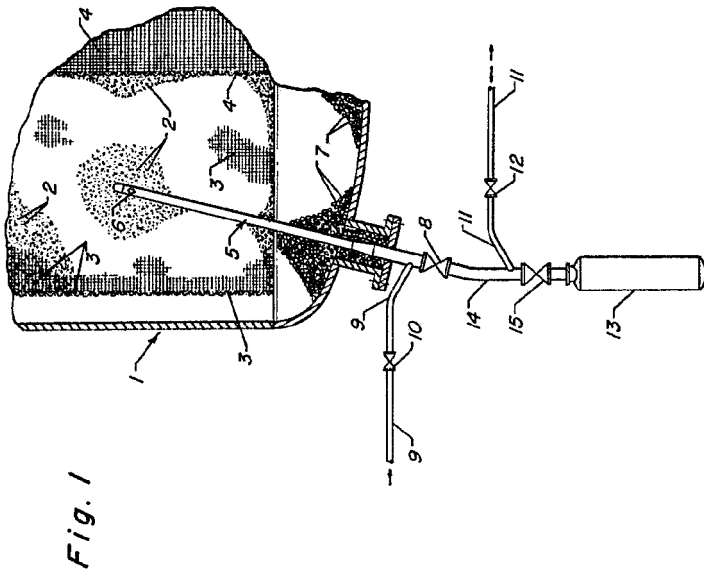


Fig. 1

Fig. 3

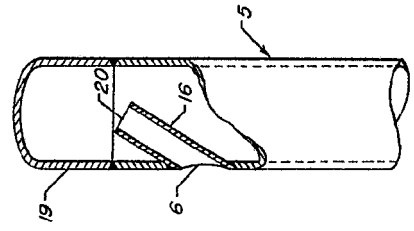
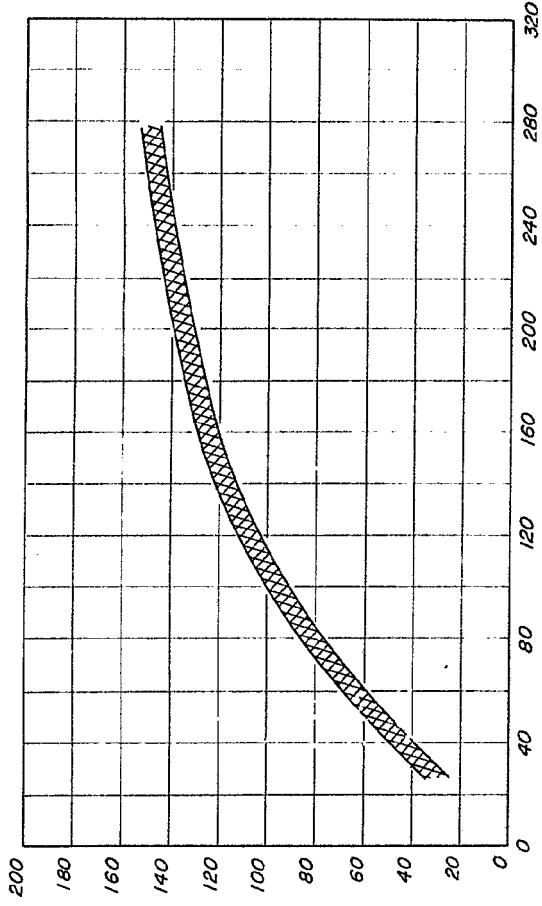
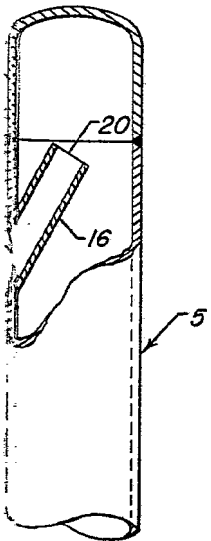
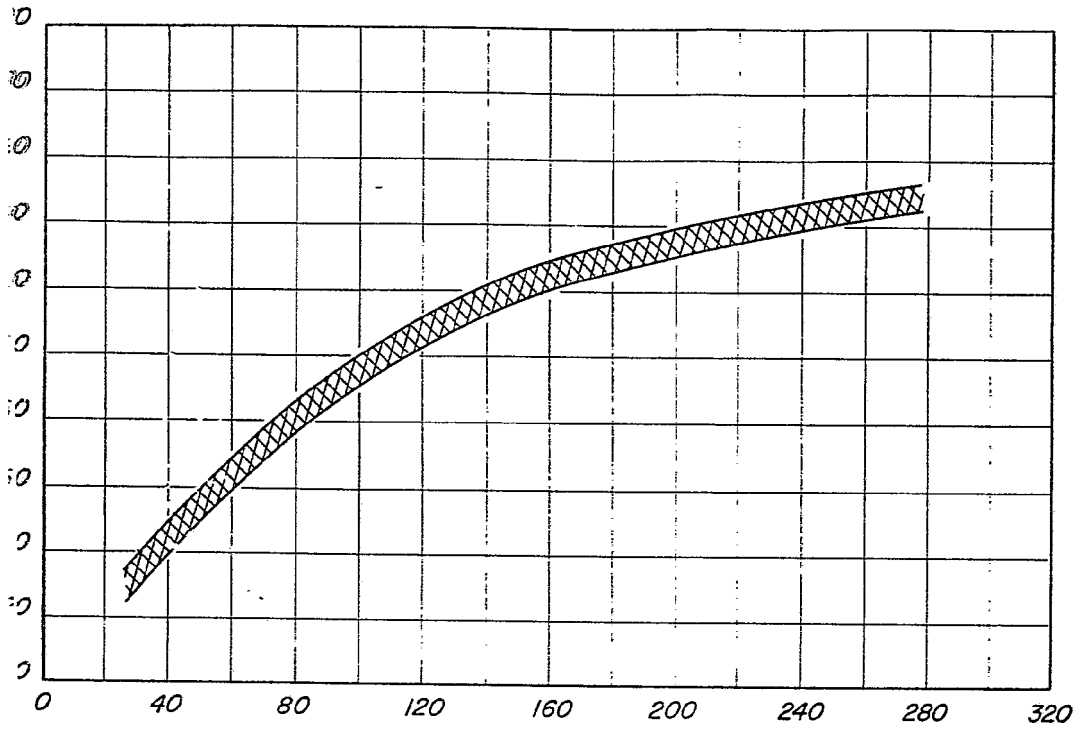


Fig. 2

Algerie 46  
 For [Signature]



Fig. 3



Alperis de ...  
Por ...