



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 334 771**

(51) Int. Cl.:
G01N 31/10 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **02019420 .5**

(96) Fecha de presentación : **30.08.2002**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1293772**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **19.03.2003**

(54) Título: **Procedimiento y dispositivo para la evaluación de las características de catalizadores.**

(30) Prioridad: **31.08.2001 FR 01 11348**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.03.2010

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.03.2010

(73) Titular/es: **Amtec Anwendungszentrum für
Mikrotechnologien Chemnitz Gesellschaft mit
beschränkter Haftung
Annaberger Strasse 240
09125 Chemnitz, DE
CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE**

(72) Inventor/es: **Mirodatos, Claude;
Schuurman, Yves;
Hayaud, Chrystelle;
Holzwarth, Arnold;
Farusseng, David y
Richter, Thomas**

(74) Agente: **Tomás Gil, Tesifonte Enrique**

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento y dispositivo para la evaluación de las características de catalizadores.

La presente invención se refiere a un procedimiento y un dispositivo para el análisis de las características de catalizadores. El objetivo de la invención es el análisis rápido de estas características de catalizadores para optimizar los mismos o descubrir nuevos materiales catalíticos. Se refiere especialmente a la catálisis heterogénea a la que se recurre en un catalizador en fase sólida, mientras que la reacción química, la cual es acelerada por este catalizador, emplea reactivos en fase gaseosa y/o en fase líquida.

Hay un gran número de procesos químicos industriales para los cuales la investigación, a pesar del considerable esfuerzo investigador, no ha encontrado ningún catalizador adecuado. Ello se puede explicar por el hecho de que los catalizadores heterogéneos en fase sólida se caracterizan por varios parámetros que son difíciles de identificar y por ello de optimizar.

El descubrimiento de nuevos catalizadores requiere probar diferentes composiciones que de hecho pueden resultar ventajosas en el marco de los procedimientos industriales. A este respecto son conocidos dos métodos diferentes.

La primera solución consiste en evaluar los diferentes catalizadores mediante métodos cinéticos en un estado estacionario. Para este objetivo hay que enviar un flujo continuo de reactivos por un catalizador dado y entonces hay que modificar progresivamente los diferentes parámetros de funcionamiento de la reacción (temperatura, presión parcial y presión total, caudal).

Sin embargo, este procedimiento de análisis presenta ciertas desventajas. Con respecto a la información obtenida por los diferentes catalizadores analizados no es lo bastante eficiente. Además su aplicación necesita mucho tiempo.

Como alternativa es usual analizar los rendimientos de los catalizadores mediante métodos cinéticos de tipo transitorio. Para esto es necesario introducir una alteración puntual en el flujo de reactivos que alimentan el catalizador analizado y analizar la respuesta o la relajación del sistema en la salida del reactor catalítico, es decir su regreso al estado estacionario.

Se pueden emplear estos métodos transitorios al vacío, como en el marco del análisis temporal de productos "Temporal Analysis of Products" (TAP). Este procedimiento consiste en enviar por lo menos un impulso de un reactivo al catalizador evaluado cuya duración es especialmente corta, por ejemplo menos de 1 milisegundo.

En la zona de arrastre del lecho de catalizador ahora se ve, especialmente mediante un espectrómetro de masas, una curva de respuesta de la que se pueden deducir ciertas características del catalizador.

Este primer método transitorio es conocido de, por ejemplo, J.T. Gleaves, G.S. Jablonski, P. Phanawadii, Y. Schuurman Appl. Catal. A 160 (1997) 55.

Otro procedimiento de este tipo es descrito por P. Ferreira-Aparicio *et al.* en J. Catal. 184 (1999) 202.

Además hay otros métodos transitorios que se emplean con una presión más alta o igual a la presión atmosférica.

A través de la cinética transitoria o el "Steady State Isotopic Transient Kinetic Analysis" (SSITKA) se conoce un análisis del estado estacionario. Tal procedimiento se conoce de, por ejemplo, S.L. Shannon, J.G. Goodwin, Chem. Rev. 95 (1995) 677; S.L. Shannon, J.G. Goodwin, Appl. Catal. 151 (1997) 3.

Este procedimiento conocido consiste en analizar los rendimientos de un catalizador, manteniéndolo bajo condiciones de un estado estacionario mediante el suministro de un flujo continuo de gases reactivos. En un momento dado del análisis se debe sustituir uno de los reactivos por su equivalente isotópico (caracterización por un isótopo estable de uno o varios átomos de la molécula reactiva).

El impulso producido por este cambio reactivo posibilita acceder a ciertas características del catalizador analizado con ayuda del estudio de una curva de respuesta o de una curva de relajación, que se recibe en la zona de arrastre, en particular por un espectrómetro de masas, como es el caso en el análisis temporal de productos descrito arriba.

Como alternativa al proceso SSITKA también es posible cambiar decisivamente la composición del fluido que fluye por el catalizador probado. En este caso el reactivo sustituyente no es ningún isótopo del tipo utilizado originalmente, sino que posee una reactividad química totalmente diferente.

Esto provoca ahora una alteración química del sistema catalítico de modo que la reacción no se realiza bajo condiciones de estado estacionario, a diferencia del proceso SSITKA. Estas pruebas se denominan progresivamente transitorias o "Step Transient".

El análisis de catalizadores mediante métodos transitorios-cinéticos también comprende otras técnicas conocidas. Aquí se trata, entre otros aspectos, de la desorción a temperatura programada o "Temperature Programmed Desorption"

(TPD), de la reacción a temperatura programada o “Temperature Programmed Reaction” (TPRx), así como de la oxidación o reducción a temperatura programada o “Temperature Programmed Oxidation or Reduction” (TPO y TPR).

Los métodos transitorios-cinéticos descritos arriba son ventajosos en comparación con los métodos realizados bajo un estado estacionario, puesto que posibilitan una mejor diferenciación entre los diferentes mecanismos de reacción posibles.

Así, parecen ser más útiles con respecto a la toma de información sobre estos mecanismos, como por ejemplo el tipo de pasos elementales de la reacción que forman parte de estos, al igual que las correspondientes constantes de velocidad.

DE 198 09 477 presenta un procedimiento para analizar bajo condiciones estacionarias las pruebas de catalizadores colocados en paralelo.

La invención tiene la intención de proponer un procedimiento para la evaluación de las características de un catalizador que recurre a métodos cinéticos-transitorios cuyos rendimientos han sido mejorados con respecto al estado de la técnica, en particular en lo que se refiere a la cantidad de información obtenida sobre los catalizadores analizados.

A este efecto ésta se refiere a un procedimiento para el análisis de las características de catalizadores, en el cual las diferentes pruebas de catalizadores están en disposición paralela, y estas diferentes pruebas se analizan una tras otra mediante métodos transitorios-cinéticos según las características de las reivindicaciones 1 y 11.

La invención está descrita a continuación con referencia a las figuras adjuntas, que sólo sirven como formas de realización no-restrictivas, de las cuales la(s):

- Figura 1 es una vista en perspectiva, la cual muestra un dispositivo que representa una primera forma de realización del procedimiento para el análisis de los rendimientos de catalizadores según la invención;

- Figura 2 es una vista esquemática, la cual muestra una válvula con la que está provisto el dispositivo de la Figura 1;

- Figura 3 es una vista en sección longitudinal del dispositivo representado en la Figura 1;

- Figura 4 representa una serie de curvas, la cual muestra una forma de realización del procedimiento según la invención con ayuda del dispositivo mostrado en las Figuras de la 1 a la 3;

- Figura 5 es una vista en perspectiva, la cual muestra un dispositivo que representa una segunda forma de realización del procedimiento para el análisis de los rendimientos de catalizadores según la invención; y

- Figuras 6, 6A y 7 son vistas esquemáticas que muestran dos variantes de formas de realización del dispositivo mostrado en la Figura 5.

El dispositivo mostrado en las Figuras de la 1 a la 3 comprende una cámara de vacío, que está denominada en su totalidad con el número de referencia 2. Esta cámara está provista de una entubación axial 4 que puede funcionar junto con dispositivos, los cuales no representados, para generar el vacío inferior del tipo convencional.

En el interior de la cámara 2 se encuentra una válvula 6, que está provista de un eje 8, el cual puede girar bajo la influencia del motor 10. Esta válvula 6 corresponde a una de las que se venden por la empresa VALCO bajo la referencia SC.

Según muestra la Figura 2, esta válvula 6 posee doce orificios del S1 al S12, que pueden formar salidas o entradas de estas válvulas. Además hay provistos dos orificios más E1 y E2, que pueden formar entradas o salidas. En la forma de realización presente los orificios del S1 al S12 forman las salidas, mientras que los orificios E1 y E2 forman las entradas.

Dependiendo de la posición del eje 8, la entrada E2 está en contacto con una sola salida de las de la S1 a la S12, en la presente forma de realización con la salida S12 de la Figura 2. En cambio, la entrada E1 está en contacto con todas las otras salidas, es decir con las salidas de la S1 a la S11 de la Figura 2.

Además una línea 12 pone la entrada E1 en contacto con una fuente no representada, la cual posibilita la alimentación con gas inerte, que va destinado al pretratamiento. Además, un conducto 14 pone la entrada E2 en contacto con un receptáculo 16, el cual es representado esquemáticamente y posibilita la alimentación con gas reactivo, como se describe en lo sucesivo. A este efecto el conducto de alimentación 14 atraviesa herméticamente una tapa 18, la cual está provista de la cámara de vacío 2.

El receptáculo 16 está provisto de válvulas de alta velocidad no representadas que son capaces de generar impulsos de gas reactivo, cuya duración comprende aproximadamente un milisegundo o menos.

ES 2 334 771 T3

En el ejemplo descrito y representado el receptáculo 16 posibilita la alimentación con un solo gas reactivo. Sin embargo, se puede prever la generación de impulsos sucesivos, recurriendo por lo menos a dos gases reactivos diferentes.

5 La cámara 2 también acoge en su parte inferior, la cual está enfrente del receptáculo 16, un reactor, que en su totalidad es denominado con la referencia 20. El último mencionado es anular y comprende doce canales circunferenciales 22 que pueden recibir los análisis del catalizador.

10 A este efecto cada canal está cerrado por su parte inferior por un fondo no representado, que puede retener la fase sólida de este catalizador y que al mismo tiempo deja que el gas reactivo fluya libremente. Además hay provista una tapa anular 24, que presenta doce orificios 26, de los cuales cada uno está puesto en contacto con un canal 22 correspondiente.

15 Las salidas de los diferentes canales 22 están conectadas de tal manera que forman una única salida axial 28. La última mencionada, la cual se mantiene al vacío, está conectada con un analizador del tipo conocido, por ejemplo con un espectrómetro de masas o también con un cromatógrafo de gases.

Cada canal 22 está puesto en contacto con la válvula 6. Para ello, los doce conductos 30 se extienden desde uno de los orificios del S1 al S12 de esta válvula hasta uno de los orificios 26, los cuales están provistos en la tapa 24.

20 Finalmente están provistos unos dispositivos de calentamiento 32 para el reactor 20. Estos dispositivos de calentamiento, que son anulares, están provistos en la circunferencia de este reactor cerca de la parte superior de este último.

25 La forma de realización del dispositivo de las Figuras de la 1 a la 3 será explicada a continuación.

En primer lugar es necesario colocar diferentes tipos de catalizadores en once de los doce canales 22. El último canal de este reactor no es llenado o sólo lo es con un material inerte del tipo del cuarzo, por lo que se puede formar una referencia para el análisis del recorrido (distribución de tiempos de residencia) de un impulso de gas reactivo en ausencia de reacción.

30 Después hay que realizar un pretratamiento de los once catalizadores que están colocados en el reactor 20. A este efecto se conecta la entrada E2, la cual posibilita la alimentación con el gas reactivo, con la salida S12, la cual está en contacto con el canal que no es llenado por el catalizador.

35 Bajo estas condiciones se conectan los otros once orificios del S1 al S11 con la entrada E1. Ello permite entonces introducir un gas de pretratamiento en estos diferentes canales a través de la entrada E1 y las once salidas de la S1 a la S11.

40 Después, cuando este pretratamiento ha terminado, el eje 8 es girado para conectar la salida S1 a la entrada E2. Así, la entrada E1 ahora está conectada a las salidas S2 a S12.

Ahora se detiene la alimentación con gas de pretratamiento por la línea 12 y la entrada E1. En cambio, un impulso de gas reactivo es producido que va del receptáculo 16 y que es conducido por la entrada E2 y la salida S1 a un primer canal 22 del reactor 20. Ello permite entonces mantener una curva mediante el analizador de la manera conocida, la cual es representativa del catalizador acogido en el canal respectivo.

45 Después de haber probado el primer catalizador, el eje 8 es girado un poco más para poner ahora en contacto la entrada E2 con la salida S2. De esta manera es posible evaluar otro catalizador más, el cual es acogido en este segundo canal alimentado por esta salida S2. Por consiguiente, los once tipos de catalizadores se evalúan uno tras otro.

50 Una forma de realización detallada del dispositivo de las Figuras de la 1 a la 3 es representada en la Figura 4. En esta forma de realización once catalizadores del tipo zeolítico están colocados en canales correspondientes del reactor 20.

55 Una de estas pruebas está provista dos veces para garantizar la reproducibilidad de la medición. Además, el último canal fue llenado con partículas de cuarzo para corregir los datos de paso del reactor sin adsorción.

60 Después se añade a las pruebas una mezcla de un 50% de parte de masa de neón y un 50% de parte de masa de etano. La duración de los impulsos correspondientes comprende unos milisegundos.

Las curvas de la Figura 4 representan las respuestas de los diferentes catalizadores a los impulsos de la mezcla que se cita arriba a unos 100°C. El tiempo es reflejado en la abscisa, mientras la fluidez estandarizada es reflejada en la ordenada.

65 Este método de evaluación mediante el análisis temporal de los productos posibilita evaluar las diferencias del grado de adsorción de las diferentes pruebas del catalizador. Así, mediante la variación de la temperatura, se permite intervenir en la entalpía de adsorción de los diferentes catalizadores.

Hay que destacar que las zeolitas se utilizan especialmente como catalizadores para el craqueo catalítico, las cuales posibilitan transformar las fracciones de oleína pesadas en fracciones más ligeras, como por ejemplo las de la bencina. De esta manera las características de adsorción de estas zeolitas desempeñan un papel fundamental para los rendimientos totales de este tipo de procedimiento.

Por consiguiente, la evaluación mediante un método transitorio-cinético es especialmente adecuada para estos catalizadores. Como comparación estas características de adsorción no pueden ser deducidas de los experimentos realizados en estado estacionario con un flujo continuo de gas reactivo, puesto que estos últimos no experimentan ninguna transformación.

La Figura 5 muestra un dispositivo para otra forma de realización de la invención.

Este dispositivo comprende en primer lugar una válvula superior 106, análoga a la 6 descrita arriba. Esta válvula 106, sin embargo, se diferencia de la otra por el hecho de que ésta posee dieciséis orificios del S'1 al S'16 que representan las salidas en la presente forma de realización. Además esta válvula 106 está provista de dos orificios E'1 y E'2 que forman las entradas. Está provista de un eje 108, el cual se puede girar por la influencia del motor 110.

El dispositivo también comprende un reactor anular 120 en el cual están incorporados dieciséis canales 122 que se extienden verticalmente en el ejemplo descrito. Este reactor 120 está colocado entre dos placas cilíndricas 124, 124', mientras que están provistos unos dispositivos de fijación no representados que posibilitan fijar este reactor y estas dos placas entre sí.

El reactor anular 120 está rodeado de dispositivos de calentamiento anulares 132, mientras que cada placa presenta líneas de refrigeración no representadas que posibilitan reducir los efectos del calentamiento.

Hay provistos dieciséis orificios continuos 126, 126', que se extienden verticalmente, en cada placa 124, 124'. Se debe prestar atención a que cada orificio 126, provisto en la placa superior 124, desemboca en un canal 122 situado en el lado opuesto, que a su vez está en contacto con un orificio 126' situado en el lado opuesto, el cual está provisto en la placa inferior 124'.

También hay provista una válvula inferior 107 análoga a la válvula superior 106. Sin embargo, en la forma de realización descrita los dieciséis orificios del E''1 al E''16, de los que está provista la válvula 107, son utilizados como entradas, mientras que los dos orificios S''1 y S''2 de esta misma válvula son usados como salidas. Esta válvula 107 puede ser girada bajo la influencia de una onda 109 accionada por un motor 111.

Los dieciséis conductos 130 posibilitan poner en contacto cada salida de la S'1 a la S'16 de la válvula 106 con un orificio correspondiente de los orificios 126 provistos en la placa superior. Dieciséis conductos adicionales 131 se extienden entre uno de los orificios 126', provistos en la placa inferior 124', y una orificio correspondiente de los orificios del E''1 al E''16 de esta válvula.

Un primer tipo de alimentación con gas reactivo del dispositivo de la Figura 5 se describe ahora con referencia a las Figuras 6 y 6A.

En primer lugar hay que mencionar que según lo dicho sobre esta válvula 6 la entrada E'2 de la válvula 106 sólo está en contacto con una de las salidas de la S'1 a la S'16, mientras que la entrada E'1 está conectada a todas las otras salidas.

Además, la entrada E'1 es alimentada a través de un conducto I con un primer gas reactivo que puede ser, por ejemplo, monóxido de nitrógeno N¹⁴O¹⁶. La entrada E'2 es alimentada a través de un conducto L con otro gas reactivo el cual representa un isótopo del primero, por ejemplo monóxido de nitrógeno en su forma isotópica N¹⁵O¹⁸.

La salida S''1 de la válvula inferior 107, según la flecha F, es puesta en contacto con un analizador no mostrado, el cual es, por ejemplo, un espectrómetro de masas o un cromatógrafo de gas. La otra salida S''2 de esta válvula 107 garantiza por su parte una función de emisión de los gases reactivos a la atmósfera, representada por la flecha F'.

Hay que prestar atención a que cada salida de la S'1 a la S'16 de la válvula superior 106 está conectada con la entrada correspondiente de la E'1 a la E'16 de la válvula inferior 107 a través de las líneas 130 y 131, los orificios 126 y 126' y los canales 122.

Se da por sentado que la entrada E'2 se encuentra conectada con la salida S'1 en un momento dado (Figura 6). Así, el primer canal 122, del reactor 120, el cual es alimentado por esta salida S'1 absorbe el gas reactivo isotópico, mientras que los otros canales son alimentados con el primer gas reactivo.

Además el gas isotópico que fluye por la salida S'1 es introducido a través de la entrada E''1 y es conducido hasta el analizador a través de la salida S''1. Los gases reactivos no isotópicos son conducidos por su parte a la atmósfera a través de las entradas de la E''2 a la E''16 así como de la salida S''2.

Si se desea generar un impulso en el segundo canal 122₂, el cual es alimentado por la salida S'2, se gira la válvula 106 con ayuda del eje 108, de modo que la entrada E'2 ahora está en contacto con esta salida S'2 (Figura 6A). En este caso las otras salidas S'1 y de la S'3 a la S'16 así como los canales que las alimentan absorben el primer gas reactivo isotópico no mostrado.

Además, se trata de girar la válvula inferior 107 al mismo tiempo que la válvula superior 106 y en una dirección de rotación inversa.

De esta manera la entrada E''2 de esta válvula 107, la cual está conectada al segundo canal 122₂, está en contacto con la salida S''1 y por consiguiente con el analizador. Las otras entradas E''1 y de la E''3 a la E''16 están ahora conectadas a la salida S''2, de modo que el gas reactivo no isotópico, que es introducido en estas entradas, es emitido a la atmósfera.

La Figura 7 representa otra forma de alimentación con gases reactivos del dispositivo de la Figura 5.

Como muestra esta Figura 7, el conducto I para la alimentación con gas reactivo no isotópicos así como la línea L para la alimentación con gases reactivos isotópicos desembocan en dos entradas de una válvula de cuatro vías 113 del tipo conocido. Una primera salida de esta válvula 113 posibilita la emisión a la atmósfera mediante una línea 115, mientras que su otra salida se conecta con la entrada E'2 de la válvula superior 106 a través de una línea 117.

En la Figura 7 la válvula de cuatro vías 113 conecta el conducto I con el conducto 117, de modo que la entrada E'1 es alimentada con gas reactivo no isotópico. Lo mismo sucede con la salida S'1 así como con el catalizador alojado en el primer canal 122₁ del reactor 120.

Además, una línea adicional 119 que transporta gas inerte se conecta con la entrada E'1 de la válvula 106 y por consiguiente con las salidas de la S'2 a la S'16 de la última mencionada. De esta manera las pruebas de catalizador recibidas en los otros canales del reactor son alimentadas con gas inerte siendo éste, por ejemplo, helio o argón.

Si se desea generar un impulso a la altura del primer canal 122₁ del catalizador acogido, hay que inclinar la válvula de cuatro vías 113 para conectar la línea 117 con la línea L, lo cual garantiza la alimentación con gas reactivo isotópico. De esta manera el gas reactivo no isotópico que originalmente fue conducido mediante la línea 115 al catalizador es emitido a la atmósfera.

Si se requiere analizar el segundo catalizador, el cual fue acogido en el segundo canal 122₂, hay que inclinar la válvula superior 106 para conectar la salida S'2 con la entrada E'2 mientras que la válvula de cuatro vías es mantenida en la posición de la Figura 7. Este segundo canal, que originalmente fue alimentado con gas inerte, recibe gas reactivo no isotópico, mientras que los otros canales son alimentados con gas inerte.

Después, la válvula de cuatro vías se inclina, como se describe arriba, para alimentar la línea 117 con gas reactivo isotópico. Bajo estas condiciones, el catalizador que se encuentra en el segundo canal 122₂ está ahora en contacto con el gas reactivo isotópico, por lo cual es posible someterlo a una alteración.

En las Figuras de la 5 a la 7 se describe una forma de realización de la evaluación de catalizadores que recurre a un método transitorio-cinético de tipo isotópico (SSITKA). Como alternativa se pueden aplicar también métodos progresivamente transitorios. En este contexto las líneas de alimentación L e I transportan gases reactivos cuyos compuestos son completamente distintos y como consecuencia no representan variantes isotópicas sencillas.

La invención posibilita realizar los objetivos mencionados arriba, ya que la invención posibilita aumentar el número de pruebas de catalizadores que se pueden analizar durante un periodo de tiempo dado al aprovechar la eficacia de los métodos de evaluación de tipo transitorio.

Así, ésta garantiza una mejor comprensión con respecto a los efectos provocados por las modificaciones de las composiciones y la estructura de los catalizadores en las diferentes fases elementales de una reacción dada.

De esta manera la invención es capaz de ofrecer un complemento satisfactorio a las conocidas técnicas combinatorias que tienen como objetivo el descubrimiento de nuevos catalizadores y la optimización de los catalizadores existentes, estableciendo relaciones entre la información sobre la composición y la estructura de los catalizadores y los parámetros globales de la reacción catalítica, como por ejemplo la selectividad, la venta, el rendimiento, el mecanismo y los parámetros cinéticos internos de la reacción, como por ejemplo las constantes de velocidad internas (número de revoluciones de las áreas activas, energía de activación ...).

Documentos citados en la descripción

Esta lista de documentos citados por el solicitante ha sido recopilada exclusivamente para la información del lector y no forma parte del documento de patente europea. La misma ha sido confeccionada con la mayor diligencia; la OEP sin embargo no asume responsabilidad alguna por eventuales errores u omisiones.

Documentos de patente citados en la descripción

- DE 19809477 [0020]

5 **Documentos, que no se refieren a patentes, citados en la descripción**

- J.T. Gleaves; G.S. Jablonski; P. Phanawadii; Y. Schuurman. *Appl. Catal. A*, 1997, vol. 160, 55 [0009]
- S.L. Shannon; J.G. Goodwin. *Chem. Rev.*, 1995, vol. 95, 677 [0012]
- S.L. Shannon; J.G. Goodwin. *Appl. Catal.*, 1997, vol. 151, 3 [0012]

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la evaluación de las características de catalizadores, en el cual son analizadas diferentes pruebas de catalizadores mediante métodos transitorios-cinéticos, **caracterizado** por el hecho de que este procedimiento comprende las siguientes fases:

colocar las pruebas de catalizadores en paralelo de forma que adopten una disposición para la admisión (20, 120) de varias pruebas de catalizadores; y

realizar análisis de las diferentes pruebas una tras otra mediante métodos transitorios-cinéticos añadiendo un flujo alterado de al menos un gas reactivo a cada prueba analizada (14, 30; I, L, 130), introduciendo el flujo alterado de tal manera que se transmita por lo menos un impulso de al menos un gas reactivo (14, 30) a cada prueba del catalizador puesta al vacío, que las pruebas de catalizador sean alimentadas individualmente por medios para la alimentación individual (14) conectados selectivamente con dispositivos de distribución (30), que desemboken en las disposiciones para la admisión de varias pruebas de catalizador (20).

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** por el hecho de que el impulso dura menos de 10 milisegundos, preferiblemente menos de 1 milisegundo y que cada prueba está colocada bajo una presión de menos de 10 milibares, preferiblemente de menos de 1 milibar.

3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado** por el hecho de que todas las pruebas analizadas son sometidas al mismo tiempo a una única fase de pretratamiento (12).

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones de la 1 a la 3, **caracterizado** por el hecho de que en caso de que el o todos los impulsos sean conducidos a una prueba de catalizador dada, las otras pruebas de catalizadores no se tocan.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones de la 1 a la 4, **caracterizado** por el hecho de que después de que cada gas reactivo fluya hasta cada prueba de catalizador, éste(estos) gas(es) reactivo(s) es/son conducido(s) a un único analizador.

6. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** por el hecho de que en primer lugar un primer gas reactivo (I) y en segundo lugar un segundo gas reactivo de sustitución (L) en el que la presión es más alta o igual que la presión atmosférica son conducidos a una prueba del catalizador dada.

7. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado** por el hecho de que el segundo gas es un isótopo del primer gas.

8. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado** por el hecho de que el segundo gas posee una reactividad diferente a la del primer gas.

9. Procedimiento según una de las reivindicaciones de la 6 a la 8, **caracterizado** por el hecho de que cuando una prueba del catalizador dada es alimentada con el primer gas reactivo o con el segundo gas reactivo, las otras pruebas del catalizador son alimentadas con ayuda del segundo gas reactivo o respectivamente del primer gas reactivo.

10. Procedimiento según una de las reivindicaciones de la 6 a la 8, **caracterizado** por el hecho de que cuando una prueba del catalizador dada es alimentada con el primer gas reactivo o con el segundo gas reactivo, las otras pruebas del catalizador son alimentadas con un gas inerte.

11. Disposición para la evaluación de las características de catalizadores para la realización del procedimiento que comprende disposiciones para la admisión (20, 120) de varias pruebas de catalizador colocadas en paralelo, **caracterizada** por el hecho de que la disposición comprende disposiciones (6, 14, 16, 106, I, L) que posibilitan conducir un flujo alterado a cada prueba del catalizador para probarlos uno tras otro mediante métodos transitorios-cinéticos, **caracterizada** por el hecho de que las disposiciones de admisión (20) están puestas al vacío y que los dispositivos que posibilitan conducir el flujo alterado (16) comprenden dispositivos para la producción de por lo menos un impulso de al menos un gas reactivo, estando conectados los dispositivos para la producción de un impulso a dispositivos para la alimentación individual (14), los cuales están conectados selectivamente a disposiciones de distribución (30), que desembocan en las disposiciones de admisión (20).

12. Disposición según la reivindicación 11 **caracterizada** por el hecho de que los dispositivos para la alimentación individual (14) desembocan en la entrada de alimentación (E2) de una válvula de alimentación (6), comprendiendo esta válvula además varias salidas (S1-S12) las cuales están en contacto con un dispositivo de distribución correspondiente (30), pudiendo estar cada salida conectada selectivamente a la entrada de alimentación (E2).

13. Disposición según la reivindicación 12, **caracterizado** por el hecho de que esta válvula de alimentación (6) comprende además una entrada de pretratamiento (E1) que se puede conectar con todas las salidas de la válvula, a excepción de la salida que está en contacto con la entrada de alimentación.

14. Disposición según una de las reivindicaciones de la 11 a la 13, **caracterizada** por el hecho de que los dispositivos de admisión comprenden un reactor anular (20) al vacío que presenta varios depósitos de admisión (22) para una prueba de catalizador.

15. Disposición según una de las reivindicaciones de la 11 a la 14, **caracterizada** por el hecho de que los dispositivos de admisión a vacío (20) tienen una única salida (28) que puede ser conectada al analizador.

16. Disposición según la reivindicación 11, **caracterizada** por el hecho de que los dispositivos de admisión (120) están dispuestos bajo una presión mayor o igual a la presión atmosférica, mientras que los dispositivos (I, L, 106) que posibilitan conducir el flujo alterado comprenden dispositivos (I) para la alimentación con un primer gas reactivo, dispositivos (L) para la alimentación con un segundo gas reactivo así como dispositivos (106) que posibilitan que el primer o el segundo gas reactivo sea sustituido por el otro de estos gases reactivos.

17. Disposición según la reivindicación 16, **caracterizada** por el hecho de que los dispositivos (1) para la alimentación con un primer gas reactivo desembocan en una primera salida (E'1) de una válvula de alimentación (106), mientras que los dispositivos (L) para la alimentación con un segundo gas reactivo desembocan en una segunda entrada (E'2) de esta válvula,

estando selectivamente conectada esta segunda entrada a una salida determinada (S'2), la cual está conectada a un depósito (122₂) que forma parte de los dispositivos de admisión (120) y que es capaz de admitir una prueba de catalizador dada mientras que la primera entrada (E'1) está conectada a todas las otras salidas (S'1, S'3-S'16) de la válvula las cuales están en contacto con los otros depósitos (122₁, 122₃-122₁₆) de los dispositivos de recibimiento.

18. Disposición según la reivindicación 16, **caracterizada** por el hecho de que los dispositivos (I) para la alimentación con un primer gas reactivo desembocan en una primera entrada de la válvula de cuatro vías (113), mientras que los dispositivos (L) para la alimentación con un segundo gas reactivo desembocan en una segunda entrada de esta válvula de cuatro vías (113), comprendiendo esta válvula además una salida de vertido (115) así como una salida de alimentación (117) conectada selectivamente a un depósito dado (122₁) de los dispositivos de admisión (120).

19. Disposición según la reivindicación 18, **caracterizada** por el hecho de que los dispositivos (119) para la alimentación con un gas inerte desembocan en una primera entrada (E'1) de una válvula de alimentación (106), mientras que la salida de alimentación (117) desemboca en una segunda entrada (E'2) de esta válvula, estando esta segunda entrada selectivamente conectada a una salida dada (S'1) la cual está en contacto con un depósito (122₁) que forma parte de los dispositivos de admisión (120) y que es capaz de admitir una prueba de catalizador dada mientras que la primera entrada (E') está conectada a todas las otras salidas (S'2-S'16) de la válvula que están en contacto con los otros depósitos (122₂-122₁₆) de los dispositivos de admisión.

20. Disposición según una de las reivindicaciones de la 16 a la 19, **caracterizada** por el hecho de que la salida del dispositivo de admisión (120) está conectada a una válvula de descarga (107) la cual está selectivamente conectada a un analizador.

21. Disposición según la reivindicación 20, **caracterizada** por el hecho de que la válvula de descarga posee una salida de análisis (S''1) la cual está en contacto con un analizador, pudiendo estar esta salida de análisis selectivamente conectada a una entrada dada (E''2) de esta válvula, así como con una salida de descarga (S''2), que está en contacto con las otras entradas (E''1, E''3-E''16).

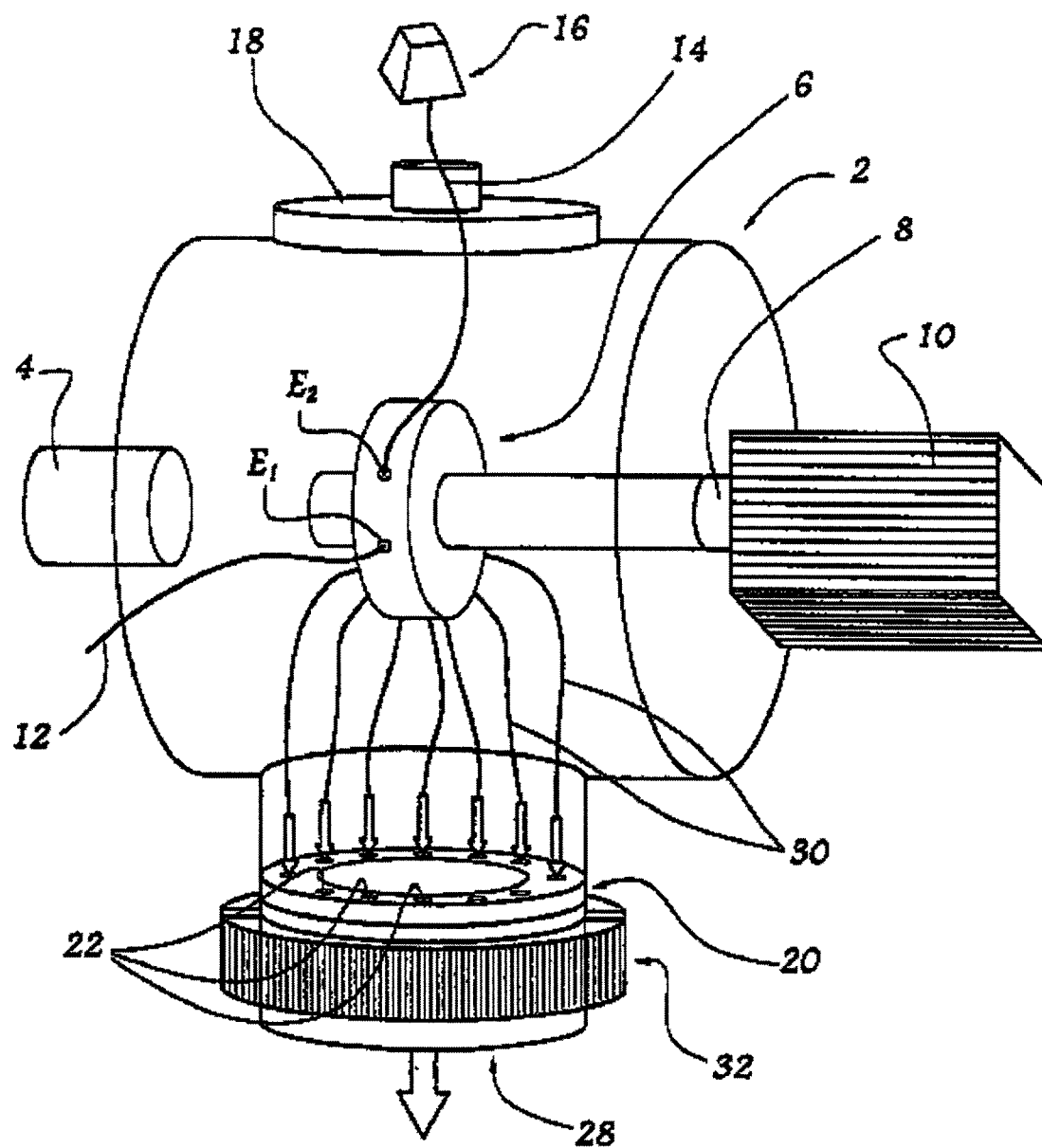


Fig. 1

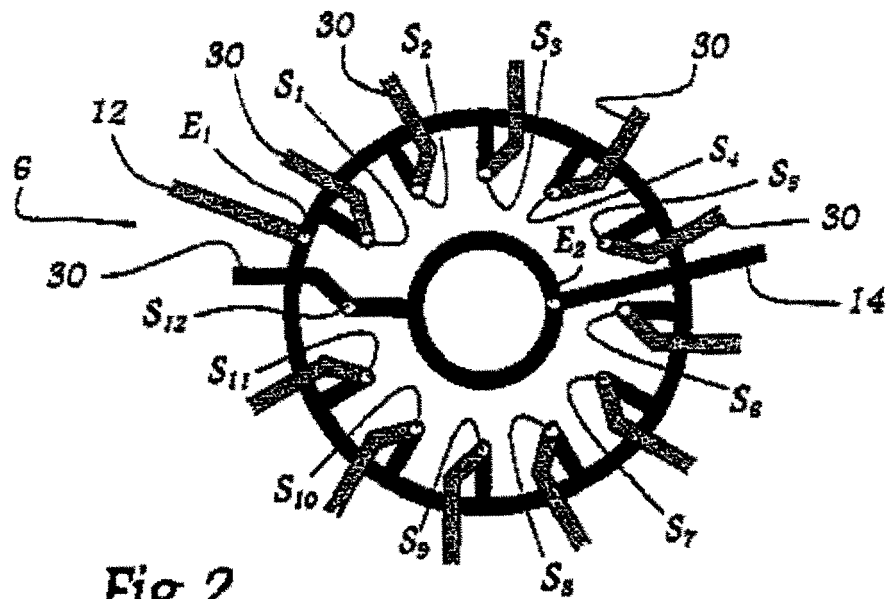


Fig. 2

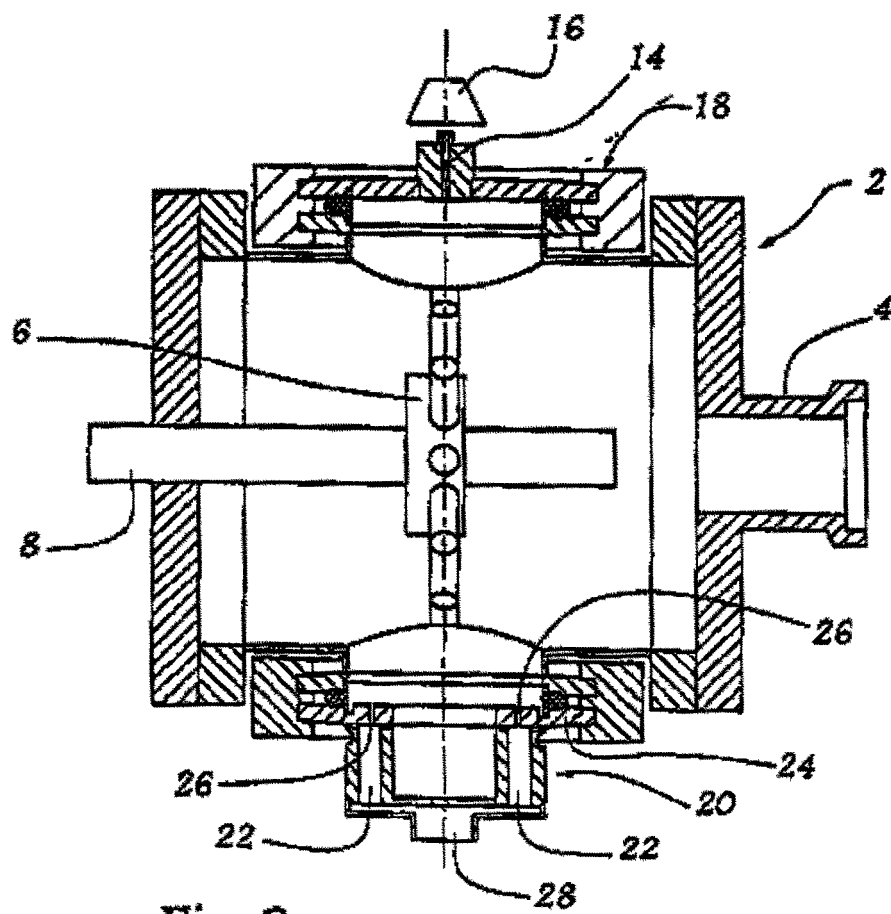


Fig. 3

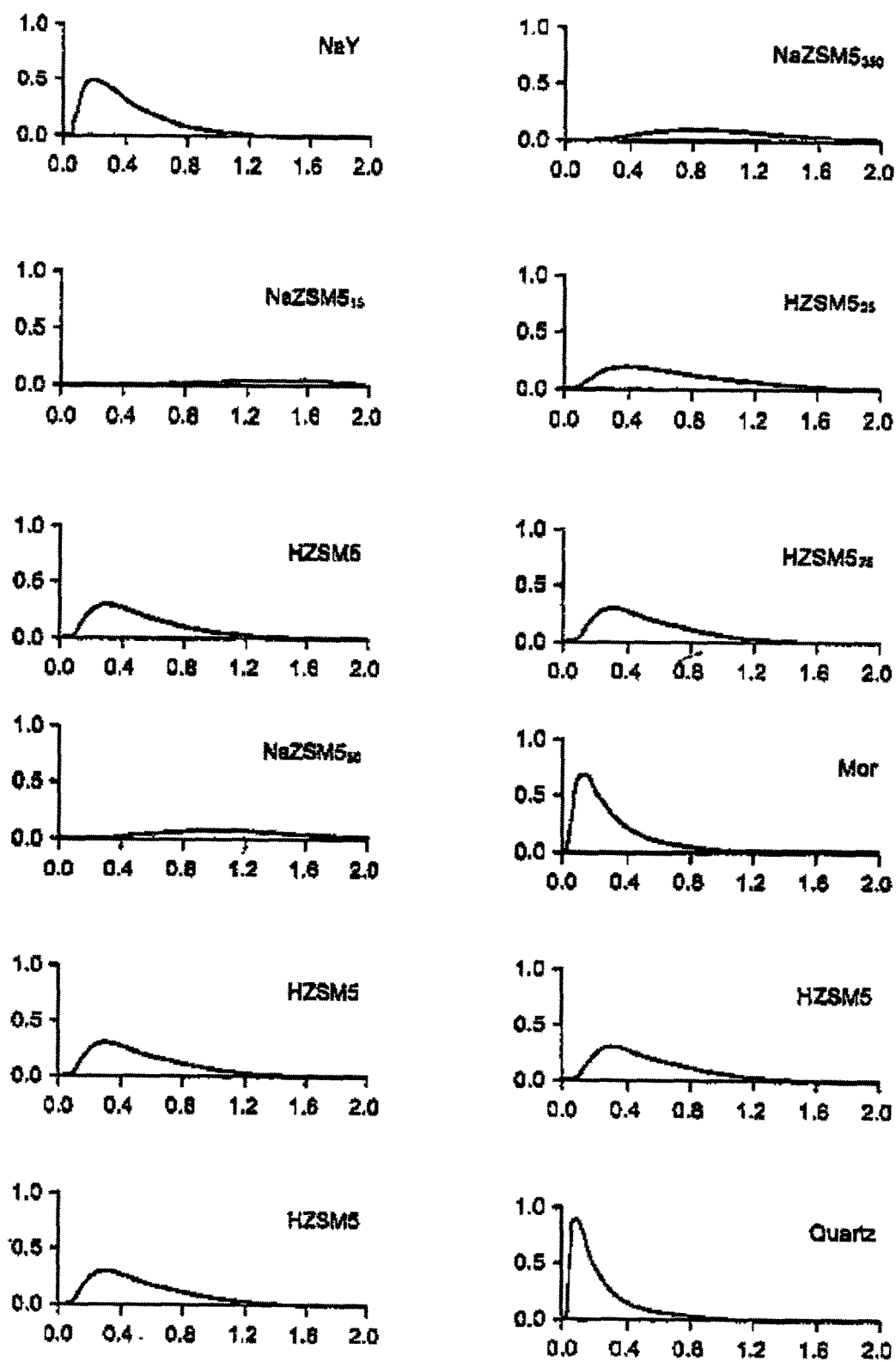


Fig.4

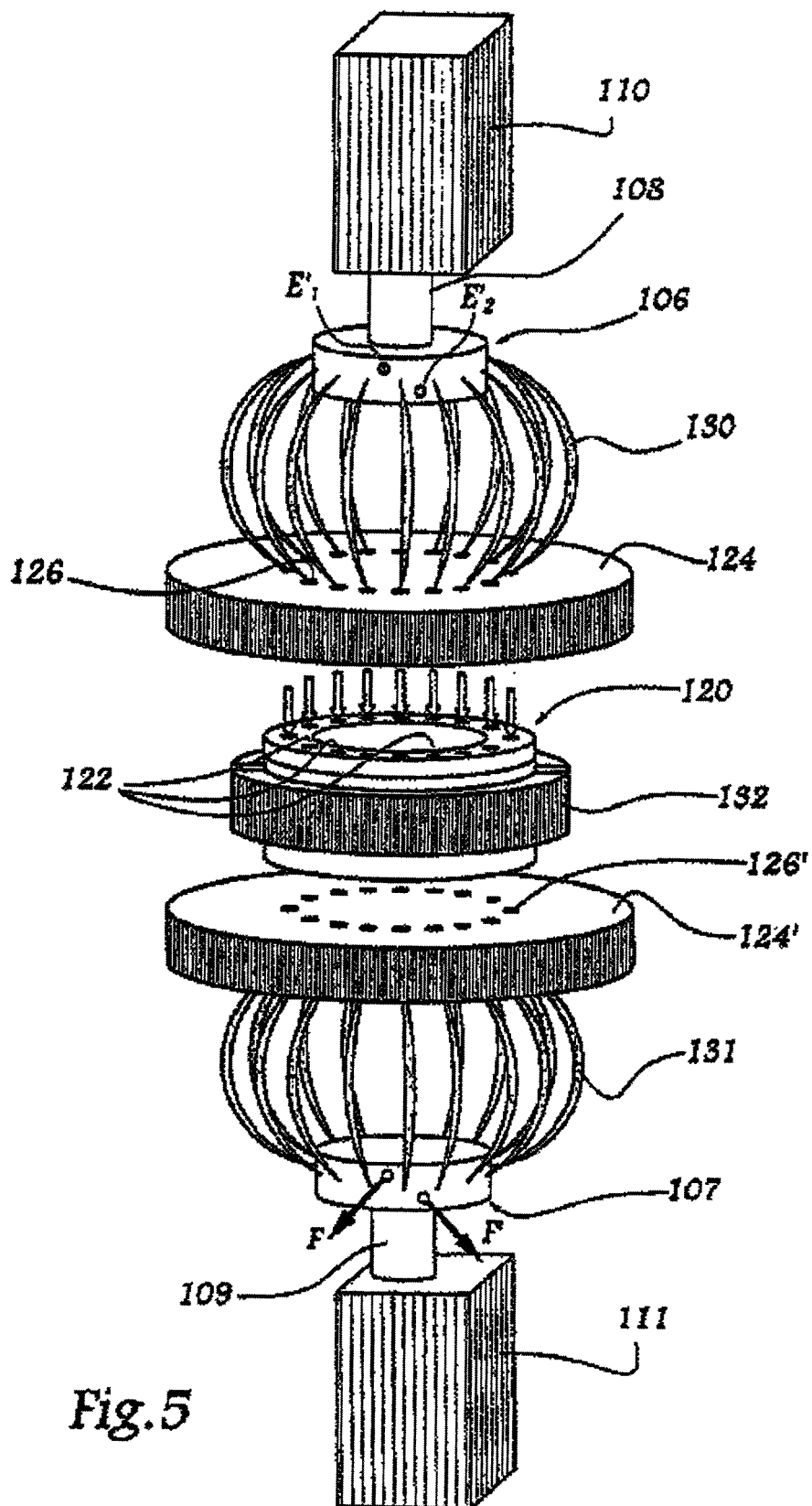


Fig. 5

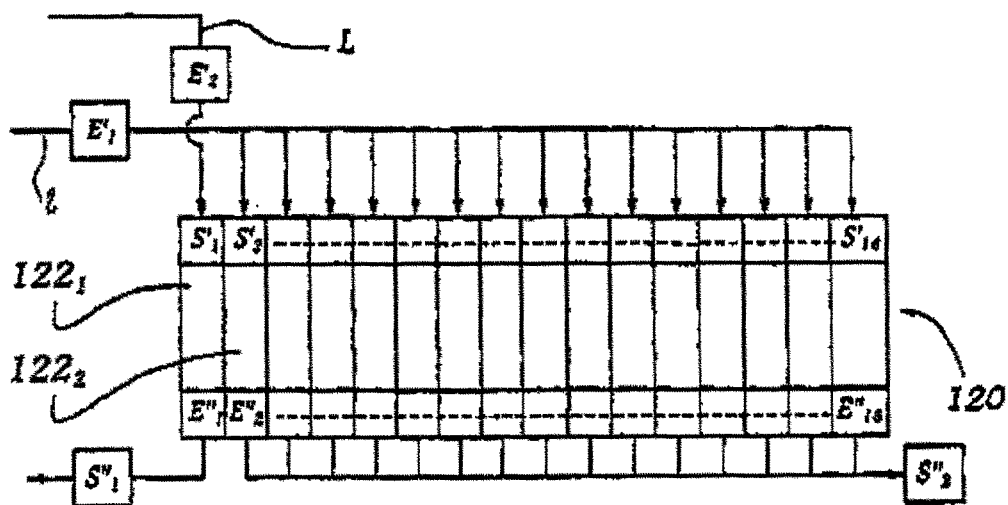


Fig. 6

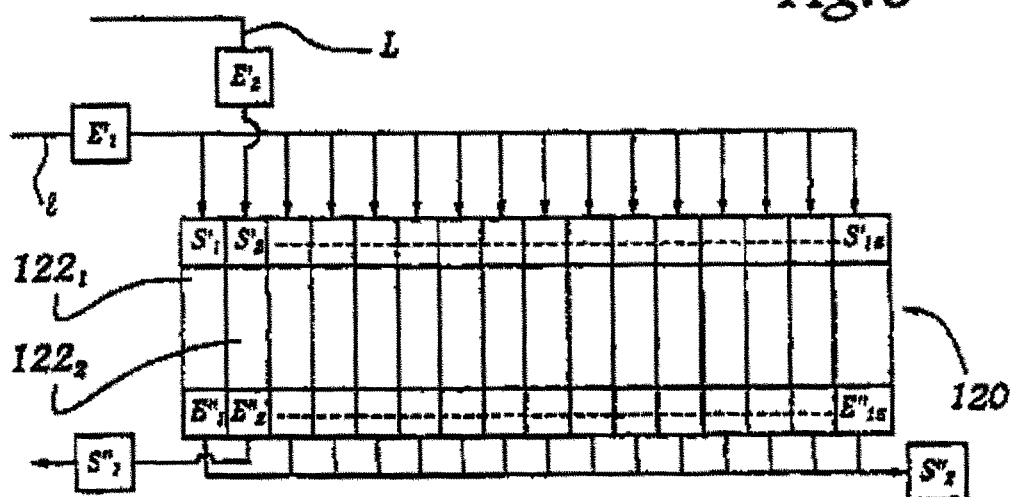


Fig. 6A

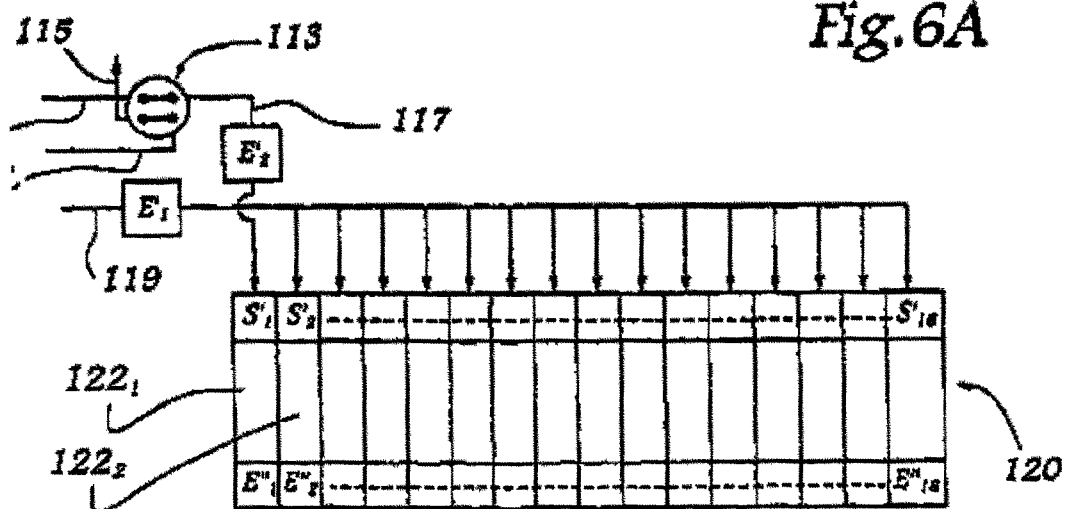


Fig. 7