



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 290 505**

51 Int. Cl.:
B01J 37/00 (2006.01)
B01J 35/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Número de solicitud europea: **03768399 .2**
86 Fecha de presentación : **01.12.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1694442**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **30.08.2006**

54

Título: **Procedimiento de tratamiento térmico de un catalizador óxido metálico para eliminar la materia orgánica a fin de realizar un catalizador poroso.**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.02.2008

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.02.2008

73

Titular/es: **YARA International ASA**
Bygdoy Allé 2, P.O. Box 2464 Solli
0202 Oslo, NO

72

Inventor/es: **Waller, David**

74

Agente: **Curell Suñol, Marcelino**

ES 2 290 505 T3

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).

ES 2 290 505 T3

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de tratamiento térmico de un catalizador óxido metálico para eliminar la materia orgánica a fin de realizar un catalizador poroso.

5 Cuando se diseñan catalizadores industriales reales, en forma de gránulos o de mezclas extruidas, un parámetro importante es la porosidad del catalizador. Esto se debe, en el caso de reacciones rápidas y moderadamente rápidas, a que la velocidad de reacción observada puede depender no únicamente de la reacción entre el reactivo y la superficie del catalizador, sino también a la velocidad a que los reactivos se transportan hacia el interior de la masa del catalizador y los productos se transportan hacia el exterior del catalizador. Para alcanzar el control de la capacidad de transporte de los gases, el volumen de los poros y el tamaño de los poros del catalizador se han de optimizar para la aplicación particular.

15 Cuando se comprimen los gránulos, o se forman por extrusión, se producirán orificios o poros que permanecen en la estructura tras la aglutinación, a temperaturas intermedias. Los poros son simplemente los espacios que se han creado entre las partículas con un relleno al azar. El tamaño de los poros depende del tamaño de las partículas que se compactan entre sí y de la temperatura de aglutinación. Desafortunadamente, no se puede contar únicamente con dicho proceso para obtener la porosidad pretendida. Esto se debe a que los poros que se originan son pequeños (habitualmente con un diámetro inferior a la mitad del tamaño de las partículas que se compactan). Los poros pequeños no resultan estables y tras la aglutinación, el volumen de la fracción porosa comprende únicamente del 40 al 50%. En segundo lugar, los poros pequeños pueden desaparecer con el tiempo cuando se someten a altas temperaturas, de modo que la porosidad se reduce aún más. En tercer lugar, el tamaño pequeño de los poros puede resultar comparable a la longitud media del recorrido libre de las moléculas gaseosas, de modo que el transporte de los gases se produce por difusión de Knudsen, disminuyendo de este modo la capacidad de transporte del reactivo. Para producir un catalizador con el volumen de los poros y el tamaño de los poros pretendido, se introduce un material porógeno antes de, por ejemplo, deshidratar por aspersión, que se elimina durante el tratamiento térmico. El espacio ocupado por el porógeno se convierte en un poro. Se puede utilizar una amplia gama de materiales como porógenos. Se utilizan habitualmente materiales orgánicos tales como almidón, celulosa y polímeros. Sin embargo, se pueden introducir también materiales inorgánicos tales como el nitrato amónico. Las características clave del porógeno son que ha de ser insoluble en el medio líquido del procesamiento; ha de crear unos poros con el tamaño correcto; no ha de dejar residuos no deseados tras su eliminación; ha de ser un material económico y fácilmente disponible.

25 Durante la oxidación del amoníaco en el transcurso de la producción de ácido nítrico, se produce óxido nitroso N_2O , que no se desea, junto con el monóxido de nitrógeno NO pretendido. El N_2O contribuye considerablemente a la degradación del ozono de la estratosfera y al efecto invernadero. Tras la reducción de las emisiones de la industria del ácido adípico, la producción de ácido nítrico constituye la principal fuente de emisiones de óxido nitroso. El objetivo de la protección medioambiental impone por lo tanto una necesidad urgente de soluciones técnicas que permitan reducir las emisiones de óxido nitroso durante la producción de ácido nítrico. Un procedimiento prometedor de eliminación del N_2O de los gases residuales industriales es la descomposición del N_2O en los elementos nitrógeno y oxígeno, con la ayuda de un catalizador apropiado. Dicho catalizador se describe por ejemplo en la patente noruega nº 313 494. Dicho catalizador comprende óxidos de cobalto, hierro y aluminio.

35 La porosidad constituye asimismo un factor importante en el rendimiento de un catalizador del N_2O . Al ser la reacción moderadamente rápida, una porosidad elevada contribuye al transporte del N_2O en el interior de los gránulos de catalizador y aumenta la velocidad a la que los productos de descomposición se transportan desde el interior hasta el exterior de los gránulos. Una segunda ventaja de una porosidad elevada es que, en principio, se reducirán las pérdidas de NO en lo que se refiere a un volumen alojado determinado; existe una menor masa de catalizador alojado. Debido a que las pérdidas de NO resultan son bastante reducidas, resultan difíciles de cuantificar, pero el principio está bien fundamentado.

45 Para crear la porosidad en un catalizador de la descomposición del N_2O , el almidón de maíz satisface los requisitos necesarios de un porógeno. Habitualmente, los granos de almidón de maíz presentan un diámetro medio de 10 a 15 micrómetros. Tras la incorporación en el catalizador, la compactación y la aglutinación, se obtiene habitualmente un diámetro de los poros de 2 micrómetros. Se pueden utilizar otros almidones para crear tamaños de poros superiores o inferiores (almidón de patata o de arroz, respectivamente).

50 La utilización de materiales orgánicos para crear porosidad goza de una larga historia en la producción de cerámica. Los filtros de cerámica y los aislantes de cerámicas constituyen dos áreas muy conocidas. La eliminación del material orgánico de dichos sistemas, a pesar de no ser insignificante, resulta relativamente sencilla debido a que la matriz inorgánica es habitualmente de alúmina o de un aluminosilicato. La matriz inorgánica, por lo tanto, resulta relativamente inerte en relación con la descomposición del porógeno orgánico. De este modo, un calentamiento lento en un horno de tiro natural resulta habitualmente suficiente para eliminar los productos orgánicos. Un ejemplo de eliminación de almidón de una matriz de cerámica inerte se describe en Lyckfeldt y Ferreira, "Processing of Porous Ceramics by Starch Consolidation", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 18, 131-140 (1998).

65 Sin embargo, cuando se produce un material que es un buen catalizador de oxidación, el almidón se descompone muy rápidamente en el aire en presencia del catalizador. El resultado de la descomposición rápida es un aumento incontrolado de la temperatura y la generación de una gran cantidad de gas con los gránulos. Ello tiene como resultado

ES 2 290 505 T3

la formación de unos gránulos muy débiles. Una vez se ha producido algún defecto en los gránulos, el tratamiento térmico no reparará las deficiencias.

Un modo de superar dicho problema es un tratamiento térmico basado en el control de la descomposición exotérmica del almidón controlando la concentración de oxígeno. Ello se describe en la solicitud internacional de patente PCT/NO03/00197. Los gránulos de catalizador se mantienen en cestos realizados de un material metálico termorresistente. El gas nitrógeno que comprende una pequeña cantidad de aire pasa a través de los cestos. El nitrógeno se calienta previamente utilizando un calentador tubular convencional de temperatura elevada. Se realiza el control y el seguimiento de la temperatura de los gránulos de catalizador mediante una combinación del control de la temperatura de los gases entrantes y el contenido en oxígeno de los gases. Las ventajas de dicho procedimiento son: en primer lugar, la magnitud del exotermo debido a la oxidación del almidón se limita a un máximo de 130°C por encima de la temperatura de los gases entrantes; el flujo de gas elimina los productos de descomposición del catalizador y elimina también el calor de los lechos del catalizador. Las desventajas del procedimiento son que se consume una gran cantidad de nitrógeno (de 5 a 20 toneladas de nitrógeno por tonelada de catalizador, en función del contenido en almidón del catalizador y de la magnitud del exotermo que se puede tolerar) y se requiere un horno construido a tal efecto.

El objetivo de la presente invención es obtener materiales catalizadores resistentes porosos. Otro objetivo es obtener un tratamiento térmico controlado del material. Resulta ventajoso que el tratamiento térmico se realice en un horno convencional y económico.

Estos y otros objetivos de la presente invención se alcanzan mediante el procedimiento que se describirá posteriormente. La presente invención se caracteriza además mediante las reivindicaciones de la patente.

La presente invención se describirá haciendo referencia a las figuras adjuntas 1 a 5 en las que

la figura 1 ilustra la aglutinación de un catalizador en contacto con aire y O_2/N_2

la figura 2 ilustra el tratamiento térmico de un catalizador en una atmósfera de O_2/N_2 y CO_2/H_2O

la figura 3A ilustra los orificios practicados a través de la bandeja y la tapa

la figura 3B ilustra la porosidad permeable a través de la bandeja y la tapa

la figura 4 ilustra los gráficos de temperatura en las bandejas superiores

la figura 5 ilustra los gráficos de temperatura en las capas inferiores de catalizador.

La presente invención de este modo se refiere a un procedimiento de tratamiento térmico de un catalizador de óxidos metálicos para eliminar la materia orgánica a fin de realizar un catalizador poroso tal como se define en la reivindicación 1. Las partículas de catalizador se tratan, por lo tanto, en una atmósfera en la que la velocidad de transporte de oxígeno hasta el catalizador se controla por difusión a fin de reducir y controlar la descomposición exotérmica de un porógeno orgánico. El catalizador se encierra en una bandeja, recipiente o gaceta hermética, realizada preferentemente de un material refractario de cerámica. Los materiales preferidos son alúmina, aluminosilicatos, aluminosilicatos magnésicos u otros materiales de cerámica o metálicos termorresistentes.

El transporte del oxígeno hasta el catalizador se controla limitando el acceso del oxígeno al interior de la bandeja, recipiente o gaceta mediante unos orificios o aberturas practicados en la tapa, la base y las paredes. El transporte de oxígeno se puede controlar asimismo por la difusión del oxígeno a través de poros interconectados en la tapa, la base y las paredes de la bandeja, recipiente o gaceta. La porosidad es preferentemente superior al 20%.

Las partículas de catalizador se disponen en un recipiente poroso cerrado, se calienta con un ritmo controlado hasta una temperatura, preferentemente inferior a los 500°C, en la que la fase de formación de poros se descompone térmicamente. La temperatura se mantiene durante un período de tiempo suficiente de modo que la cantidad requerida de oxígeno se pueda difundir en la bandeja, recipiente o gaceta, a fin de descomponer la fase de formación de poros en el catalizador. La temperatura de horno se aumenta hasta una temperatura suficientemente elevada de tal modo que se produzca la aglutinación del catalizador, una vez que se ha eliminado la fase de formación de poros por oxidación. La temperatura del horno se mantiene durante un tiempo suficiente de modo que el catalizador presenta la resistencia mecánica y las propiedades físicoquímicas requeridas. Todos los productos orgánicos que se propagan por la bandeja, recipiente o gaceta se pueden descomponer por contacto con un catalizador de oxidación recubierto en la superficie de la bandeja, recipiente o gaceta.

La presente invención se refiere también a la utilización de una bandeja, recipiente o gaceta realizada de un material refractario con orificios o aberturas o poros interconectados en la tapa, la base y las paredes de la bandeja, recipiente o gaceta para el transporte del oxígeno tal como se define en la reivindicación 15. Preferentemente la porosidad es superior al 20%. Se prefiere que la superficie externa presente un recubrimiento de un catalizador de oxidación.

ES 2 290 505 T3

Un ejemplo de eliminación del almidón de un catalizador de la oxidación se ilustra en la figura 1. Se calienta un gránulo de catalizador a 1°C/min en atmósferas que comprenden distintas concentraciones de oxígeno y se analiza de la pérdida de peso en función de la temperatura. Se observa que en contacto con el aire se produce muy rápidamente y en lo que se refiere a la integridad de los gránulos de catalizador, de forma catastrófica, cuando se calienta en contacto con el aire. Esto se debe a la naturaleza exotérmica de la oxidación del almidón, ya que al descomponerse el almidón, se calienta el gránulo. Esto provoca un aumento de la temperatura del gránulo y el posterior aumento de la velocidad a la que se descompone el almidón restante. Esto da lugar a un desbordamiento térmico. De un modo similar, al calentar en un 5% de oxígeno/N₂, se produce una descomposición extremadamente rápida del almidón. Al reducir la concentración parcial de oxígeno al 1%, la velocidad de la oxidación del almidón se reduce también y el calor generado por la descomposición del almidón puede salir del gránulo. Se ha observado también que la presencia de una pequeña cantidad de fase catalíticamente activa puede reducir la temperatura del inicio de la descomposición del almidón, ya que la pérdida de peso en contacto con el aire en el caso de catalizador es significativamente inferior a la del óxido de soporte puro. Se observa en la figura 2 que la velocidad de descomposición del almidón se reduce aún más si la atmósfera comprende CO₂ o CO₂ y vapor de agua.

El nuevo procedimiento de tratamiento térmico se basa en un procedimiento utilizado en la aglutinación de gránulos que comprenden almidón en hornos de laboratorio. En las preparaciones de laboratorio, se prepararon pequeñas cantidades de gránulos en bandejas de alúmina densa, que se sellaron parcialmente utilizando una lámina de alúmina. Se dejó una pequeña abertura para permitir un transporte lento del oxígeno hacia la bandeja y para permitir la difusión hacia el exterior de los productos de descomposición.

Se propone que dicho procedimiento se puede utilizar también en una producción a gran escala. Los gránulos se disponen en bandejas de cerámica, conocidas como “gacetas” en la industria de la cerámica. Éstas se ilustran en la figura 3. Las bandejas 1 que comprenden los gránulos se disponen en un horno de tiro natural estándar y se calientan tanto mediante quemadores de gas como mediante elementos eléctricos. La superficie superior 2 de la bandeja y la superficie inferior de la tapa 3 presentan una superficie plana para formar una junta sin pérdidas. Se consideran dos conceptos básicos.

Concepto A. El oxígeno del aire atmosférico del horno se propaga por la bandeja 1, durante la aglutinación, a través de los orificios 4 realizados en la tapa 3 y/o la base 5. El tamaño y el número de los orificios determinan la velocidad a la que se propaga el oxígeno en las bandejas.

El flujo de oxígeno que se propaga por las bandejas cerradas a través de los orificios viene determinado por:

$$\text{Flujo (unidad de volumen de oxígeno/unidad de área del orificio/unidad de tiempo)} = D_{O_2/N_2} [C_0 - C_1]/L \quad \text{Ec. 1}$$

en la que D_{O_2/N_2} es el coeficiente de difusión binaria del oxígeno y el nitrógeno, C_0 y C_1 son las concentraciones de oxígeno en el exterior y el interior de las bandejas, respectivamente, y L es el espesor de la bandeja y de la tapa.

Concepto B. El segundo concepto es que la bandeja presenta un cierto grado de porosidad y el oxígeno se propaga hacia el interior de la bandeja a través de las paredes 6, la base 4 y la tapa 3. La porosidad del material de la bandeja y de la tapa se diseña para que presente las propiedades correctas de transporte de gases. Se podía conectar la porosidad 7 de la bandeja o de la tapa desde el exterior hasta el interior.

El coeficiente de difusión eficaz de un gas a través de un medio poroso se puede representar mediante:

$$D_{\text{eff}} = D_{O_2/N_2} \varepsilon \tau \quad \text{Ec. 2}$$

En la que D_{eff} es el coeficiente de difusión eficaz, D_{O_2/N_2} es el coeficiente de difusión binaria del oxígeno y el nitrógeno, ε es la fracción de vacío en la cerámica porosa y τ es el factor de tortuosidad para el transporte de gases a través de la cerámica porosa.

El flujo de oxígeno que se propaga a través de la cerámica hacia el interior de la bandeja viene dado por:

$$\text{Flujo (unidad de volumen/unidad de área/unidad de tiempo)} = D_{\text{eff}} [C_{\text{ext}} - C_{\text{int}}]/L \quad \text{Ec. 3}$$

Dicho concepto proporcionará el producto más uniforme debido a que se evitan las zonas con un gran desprendimiento de calor. El aumento de la temperatura exotérmica, provocado por la oxidación del porígeno orgánico, se reduce aún más cuando la bandeja, gaceta o recipiente desarrolla una atmósfera rica en CO₂ y vapor de agua, al oxidarse el almidón. Se observa en la Figura 2 que ello reduce la velocidad de oxidación de la fase orgánica y, por lo tanto, reduce la magnitud del aumento de temperatura durante la oxidación de las fases orgánicas.

ES 2 290 505 T3

Ejemplos

Se ha realizado un cierto número de experimentos en una estufa (horno) industrial caldeada por gas de 1 m³ utilizando bandejas con distintas combinaciones de orificios, proporcionando distintas áreas de "orificios". Se realizó el seguimiento del alcance de la reacción, determinando la temperatura en la parte superior y la parte inferior del lecho de gránulo utilizando termopares. Las bandejas (20 x 20 x 7 cm) se llenaron con 2 kg de gránulos de catalizador y se dispusieron en el horno. Los gránulos de catalizador comprendían sales de aluminio y de cobalto, en un soporte de óxido de cerio, y comprendían un 15% en peso de almidón de maíz, sobre la base de óxido de cerio. Se calentó el horno en varias etapas. En las primeras etapas se eliminó el porógeno de almidón de maíz, y en la etapa final, a 980°C, se aglutinaron los gránulos. La duración total del tratamiento térmico fue de 50 horas.

El programa de temperaturas se ilustra en la tabla 1

TABLA 1

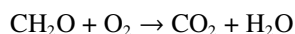
Programa de temperaturas para el horno

Etapa	Velocidad de calentamiento°/min	Temperatura/°C	Permanencia/horas
1	2	150	0
2	0,5	200	19
3	0,5	300	6
4	0,5	350	0
5	2	400	2
6	2	980	6
7	Enfriamiento rápido (8 horas)	Temperatura ambiente	

Los exotermos para los termopares superior e inferior de las bandejas, con distintas áreas de orificios, se ilustran en las figuras 4 y 5. Se puede observar que en el caso de la capa superior de gránulos, el exotermo se produce cuando la temperatura supera de 160 a 190°C. En el caso de las capas inferiores de gránulos, el exotermo se produce cuando la temperatura supera los 140°C.

En el caso de la capa superior de gránulos, se puede observar que con un área de orificios de 9,8 cm², la temperatura aumenta rápidamente desde 173 hasta 300°C a 2,8°/min, y de 300 a 490°C a 1,7°/min. La temperatura a continuación descende rápidamente hasta la temperatura del horno. En cambio, la bandeja con un área de orificios de 5,3 cm², presentó un exotermo de 70°C desde 198 hasta 268°C, a una velocidad de 5,3°/min, seguido por un aumento hasta 330°C durante un período de 3 horas. Tras 11 horas la temperatura volvió a la temperatura del horno. De un modo similar, en el caso de los gránulos de la capa inferior, la bandeja con un área de orificios de 9,8 cm² experimentó un exotermo desde 137 hasta 568°C, a una velocidad de 13,5°/min, antes de descender a la temperatura del horno. En el caso de la bandeja con un área de orificios de 5,3 cm², el exotermo resultó mucho más reducido.

Las bandejas que comprendían 2 kg de gránulos, contenían 300 g de almidón. Dando por supuesto que el almidón consiste en unidades de -CH₂O-, para realizar la combustión completa se requiere un O₂ para cada unidad de -CH₂O-:



Por lo tanto, 300 g de almidón requieren 320 g o 10 moles de oxígeno (224 litros). En el caso de la bandeja con 5,3 cm² de orificios, un flujo de oxígeno equivalente a 18,6 litros por hora se debería propagar en el interior de la bandeja (basándose en la ecuación número 1.). Por lo tanto, harán falta 12 horas para realizar la combustión de todo el almidón. A partir de las figuras 4 y 5, se observa que en el caso de la bandeja con 5,3 cm² de orificios, el exotermo realmente terminó tras aproximadamente 12 horas.

Con un sistema de bandeja que comprenden 5,3 cm² de orificios, el exotermo observado en las capas superiores e inferiores resultan comparables a los observados cuando se utiliza el procedimiento basado en aire diluido en nitrógeno. La resistencia, la porosidad y el carbono de los gránulos, preparado utilizando el nuevo procedimiento son los mismos, o incluso superiores, a los producidos utilizando el horno de nitrógeno (véase Tabla 2).

ES 2 290 505 T3

TABLA 2

Propiedades físicas de los gránulos

5

10

15

20

25

30

Muestra		% En peso de carbono	Área superficial $m^2 \cdot g^{-1}$	% Porosidad	Resistencia a la compresión radial/N
Procedimiento del nitrógeno		0,02	4,5	68	2,5
9,8 cm ² de orificios	Capa superior	0,018	5,1	67	2,8
	Capa inferior	0,017	4,7	67	2,9
6,8 cm ² de orificios	Capa superior	0,018	5,5	67	3,4
	Capa inferior	0,019	3,9	67	3,2
5,3 cm ² de orificios	Capa superior	0,023	4,8	68	3,7
	Capa inferior	0,022	4,9	70	3,4

35

Resumiendo las ventajas del nuevo procedimiento:

1. La aglutinación se puede realizar en hornos estándar caldeados por gas, sin utilizar el costoso nitrógeno.
2. El período completo de tratamiento térmico para cada carga puede ser de solamente 50 horas.

40

Las propiedades físicas del catalizador resultan comparables o incluso superiores a la de los producidos utilizando el procedimiento del nitrógeno.

45

La descomposición del almidón provoca inevitablemente la producción de algunos compuestos orgánicos volátiles. Si se utiliza un horno de nitrógeno en procedimientos de producción a gran escala, la salida de gases se debería tratar (combustión) a la perfección. Sin embargo, para conseguir esto, se ha de añadir oxígeno a la salida de gases de tal modo que se produzca la oxidación de los productos orgánicos, en vez de la pirólisis. Desde un punto de vista práctico, la mejor opción sería un dispositivo de retención para concentrar los materiales orgánicos, antes de realizar una combustión "de cargas intermitentes". Sin embargo, la mayoría de hornos industriales caldeados por gas, diseñados para la industria de la cerámica, presentan un postquemador para consumir la materia orgánica. Sin embargo, si se utilizan las bandejas del *Concepto B*, en las que el oxígeno se transporta hacia el interior de la bandeja mediante la difusión a través de la pared de la bandeja, se puede realizar el tratamiento térmico en un horno eléctrico, depositando un recubrimiento de un catalizador de oxidación sobre la superficie de la bandeja. Debido a que los productos orgánicos se propagan hacia el exterior de la bandeja, entran en contacto con el catalizador de oxidación y se descomponen en CO₂ y H₂O. Los catalizadores de oxidación apropiados comprenden el platino hiperdisperso, tal como Pt al 1% en Al₂O₃ y óxidos de cobalto y manganeso, otros óxidos de metales de transición y óxidos mixtos.

55

A pesar de que este procedimiento se presenta a título de ejemplo haciendo referencia específica a un tratamiento térmico con catalizadores de N₂O, resulta aplicable en líneas generales a cualquier catalizador de óxidos metálicos.

60

65

ES 2 290 505 T3

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de tratamiento térmico de un catalizador de óxidos metálicos para eliminar la materia orgánica a fin de realizar un catalizador poroso, en el que las partículas de catalizador están contenidas en una bandeja, recipiente o gaceta hermética que presenta unos orificios o aberturas o poros interconectados en su tapa, base y se calientan en una atmósfera en la que la velocidad de transporte de oxígeno hacia el catalizador se controla mediante la difusión del oxígeno a través de los orificios o aberturas o poros interconectados a fin de reducir y controlar la descomposición exotérmica de un porógeno orgánico.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la bandeja, recipiente o gaceta hermética se realiza a partir de un material de cerámica refractaria.

3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en que la bandeja, recipiente o gaceta hermética se realiza a partir de alúmina, aluminosilicatos, aluminosilicatos magnésicos u otros materiales de cerámica o metálicos termorresistentes.

4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el transporte de oxígeno hasta el catalizador se controla limitando el acceso del oxígeno al interior de la bandeja, recipiente o gaceta mediante unos orificios o aberturas practicados en la tapa, la base y las paredes de la bandeja, recipiente o gaceta.

5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la velocidad de transporte de oxígeno hasta el catalizador, en el interior de la bandeja, recipiente o gaceta, se determina mediante el tamaño y el número de orificios o aberturas practicados en la tapa, la base y las paredes de la bandeja, recipiente o gaceta según

$$\text{la velocidad de transporte de oxígeno (unidad de volumen/unidad de tiempo)} = D_{O_2/N_2} [C_0 - C_1] n A/L$$

en la que D_{O_2/N_2} es el coeficiente de difusión binaria del oxígeno y el nitrógeno, C_0 y C_1 son las concentraciones de oxígeno en el exterior y el interior del recipiente, n es el número de orificios, A es el área de los orificios y L es el espesor de la tapa, la pared y la base de la bandeja, recipiente o gaceta.

6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el transporte de oxígeno hasta la bandeja, recipiente o gaceta se controla mediante la difusión del oxígeno a través de los poros interconectados de la tapa, la pared y la base de la bandeja, recipiente o gaceta.

7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 ó 6, en el que el transporte de oxígeno hasta la bandeja, recipiente o gaceta se produce mediante la difusión del oxígeno a través de la tapa, la pared y la base de la bandeja, recipiente o gaceta según

$$\text{el flujo de oxígeno hasta el interior de la bandeja (unidad de volumen de oxígeno/unidad de área de la bandeja/unidad de tiempo)} = D_{\text{eff}} = [C_0 - C_1]/L$$

en la que D_{eff} es el coeficiente de difusión eficaz del oxígeno a través de la bandeja porosa, C_0 y C_1 son las concentraciones de oxígeno en el exterior y el interior de la bandeja y L es el espesor de la tapa, la pared y la base de la bandeja, y D_{eff} viene dada por

$$D_{\text{eff}} = D_{O_2/N_2} \varepsilon \tau$$

en la que D_{O_2/N_2} es el coeficiente de difusión binaria del oxígeno y el nitrógeno, ε es la fracción de vacío en la cerámica porosa y τ es el factor de tortuosidad.

8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, 6 ó 7, en el que la porosidad de la bandeja, recipiente o gaceta y tapa resulta suficientemente elevada como para que la porosidad conecte las superficies exterior e interior, a fin de permitir la difusión del oxígeno desde un horno hasta la bandeja, recipiente o gaceta.

9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el que la porosidad de la bandeja, recipiente o gaceta y tapa es superior al 20%.

10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que cualquier producto orgánico que se propague hacia el exterior de la bandeja, recipiente o gaceta se descompone mediante el contacto con un catalizador de oxidación recubierto en la superficie de la bandeja, recipiente o gaceta.

11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las partículas de catalizador se disponen en un recipiente poroso cerrado, se calientan a una velocidad controlada hasta una temperatura, preferentemente inferior a 500°C, descomponiéndose la fase de formación de poros térmicamente.

ES 2 290 505 T3

12. Procedimiento según la reivindicación 11, en el que la temperatura se mantiene durante un período de tiempo suficiente para que la cantidad requerida de oxígeno se pueda difundir en el interior del recipiente, para descomponer la fase de formación de poros orgánica del catalizador.

5 13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las partículas de catalizador se disponen en un horno y la temperatura del horno se eleva hasta una temperatura suficientemente elevada de tal modo que se produce la aglutinación del catalizador, una vez que la fase de formación de poros se ha eliminado por oxidación.

10 14. Procedimiento según la reivindicación 13, en el que la temperatura del horno se mantiene durante suficiente tiempo para que el catalizador presente la resistencia mecánica así como las propiedades físicoquímicas requeridas.

15 15. Utilización de una bandeja, recipiente o gaceta hermética (1), realizada a partir de un material de cerámica refractaria y que presenta unos orificios o aberturas (4) o poros interconectados (7) en la tapa (3), una base (5) y unas paredes (6) de la bandeja, recipiente o gaceta para realizar el transporte controlado de oxígeno en un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14.

16. Utilización de una bandeja, recipiente o gaceta hermética según la reivindicación 15, en el que la porosidad es superior al 20%.

20 17. Utilización de una bandeja, recipiente o gaceta hermética según las reivindicaciones 15 ó 16, en el que la superficie exterior presenta un recubrimiento de un catalizador de oxidación.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Figura 1. Aglutinación de catalizadores en contacto con el aire y O_2/N_2

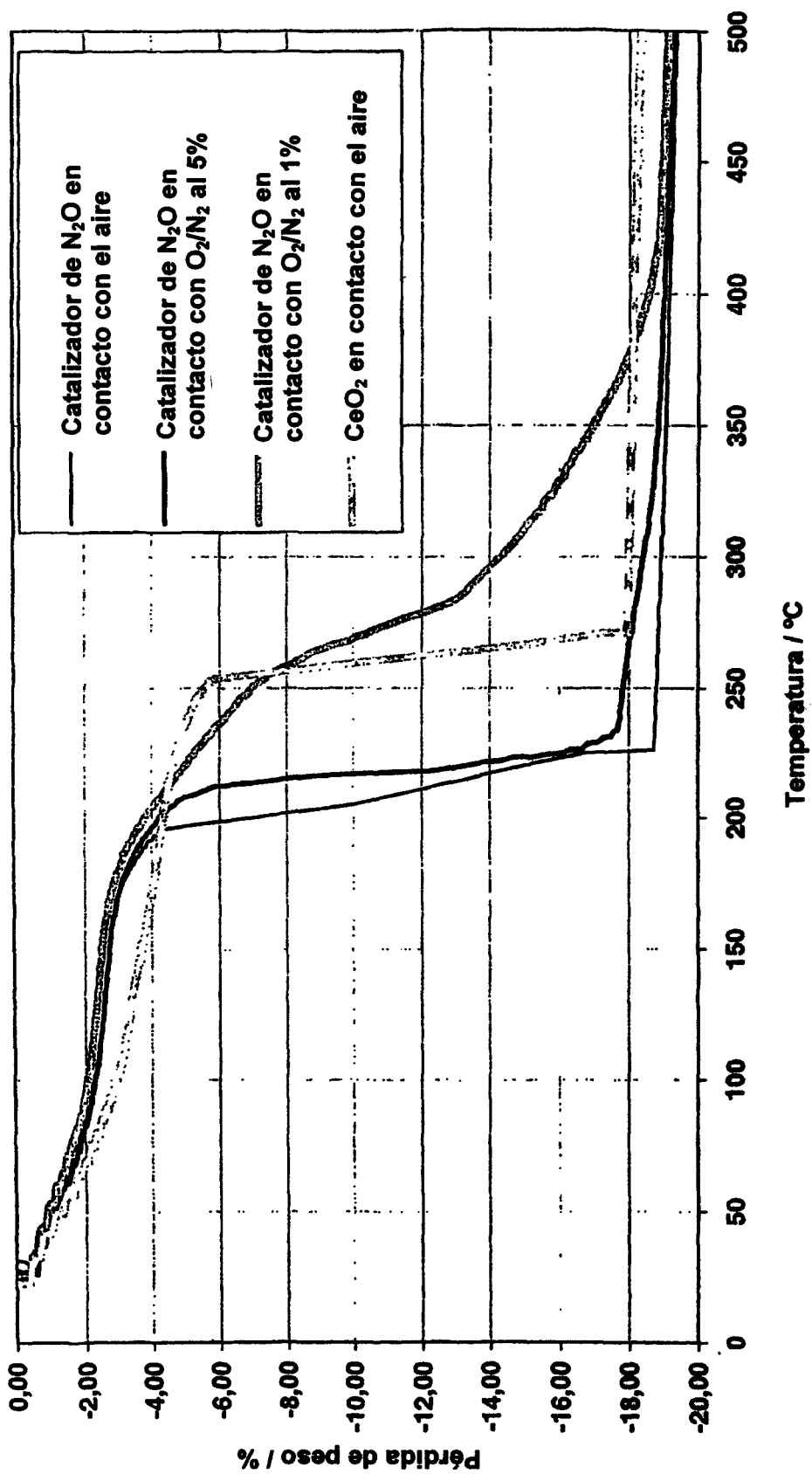
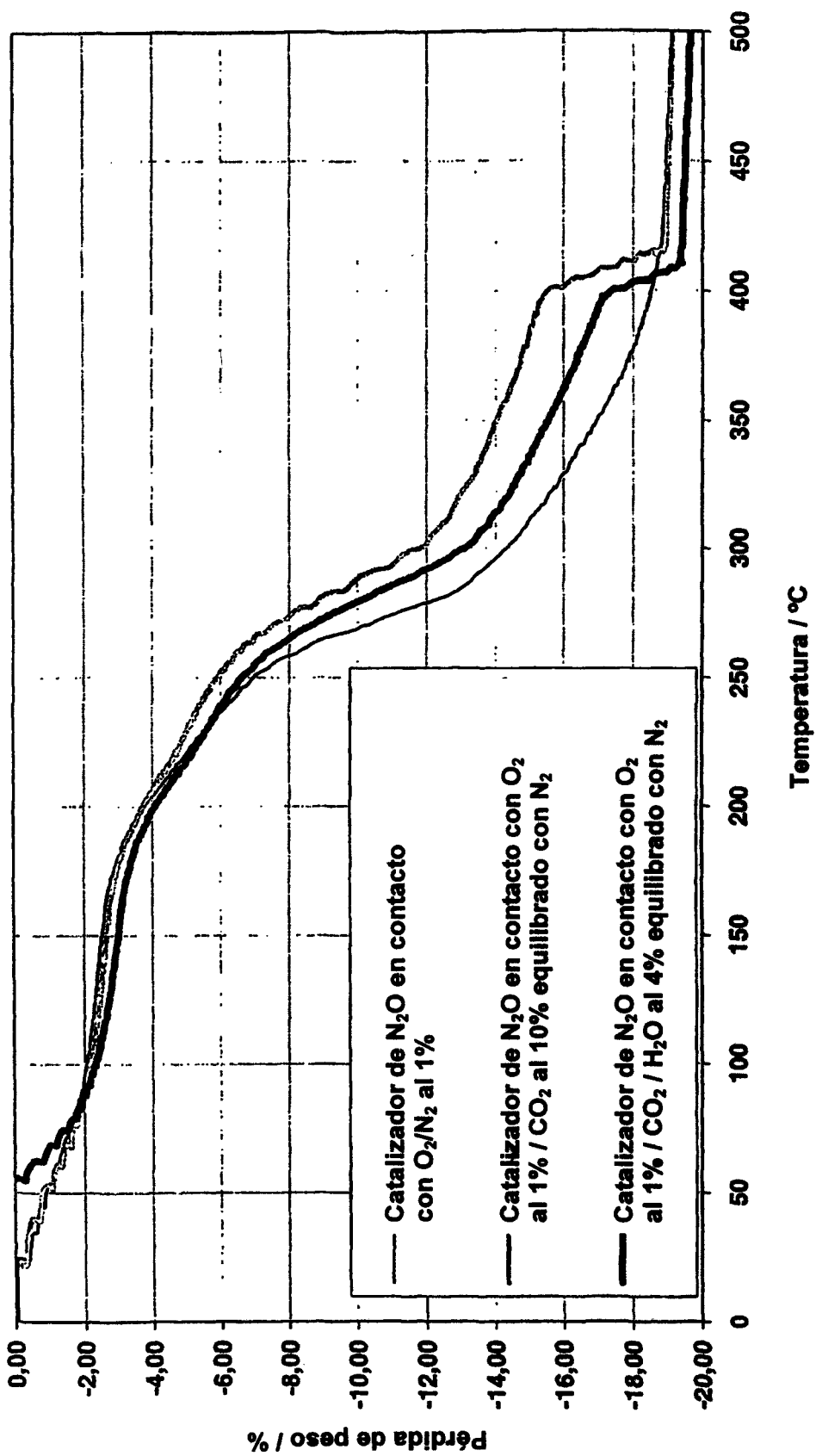


Figura 2. Tratamiento térmico de catalizadores en atmósferas de O₂/N₂ y CO₂/H₂O



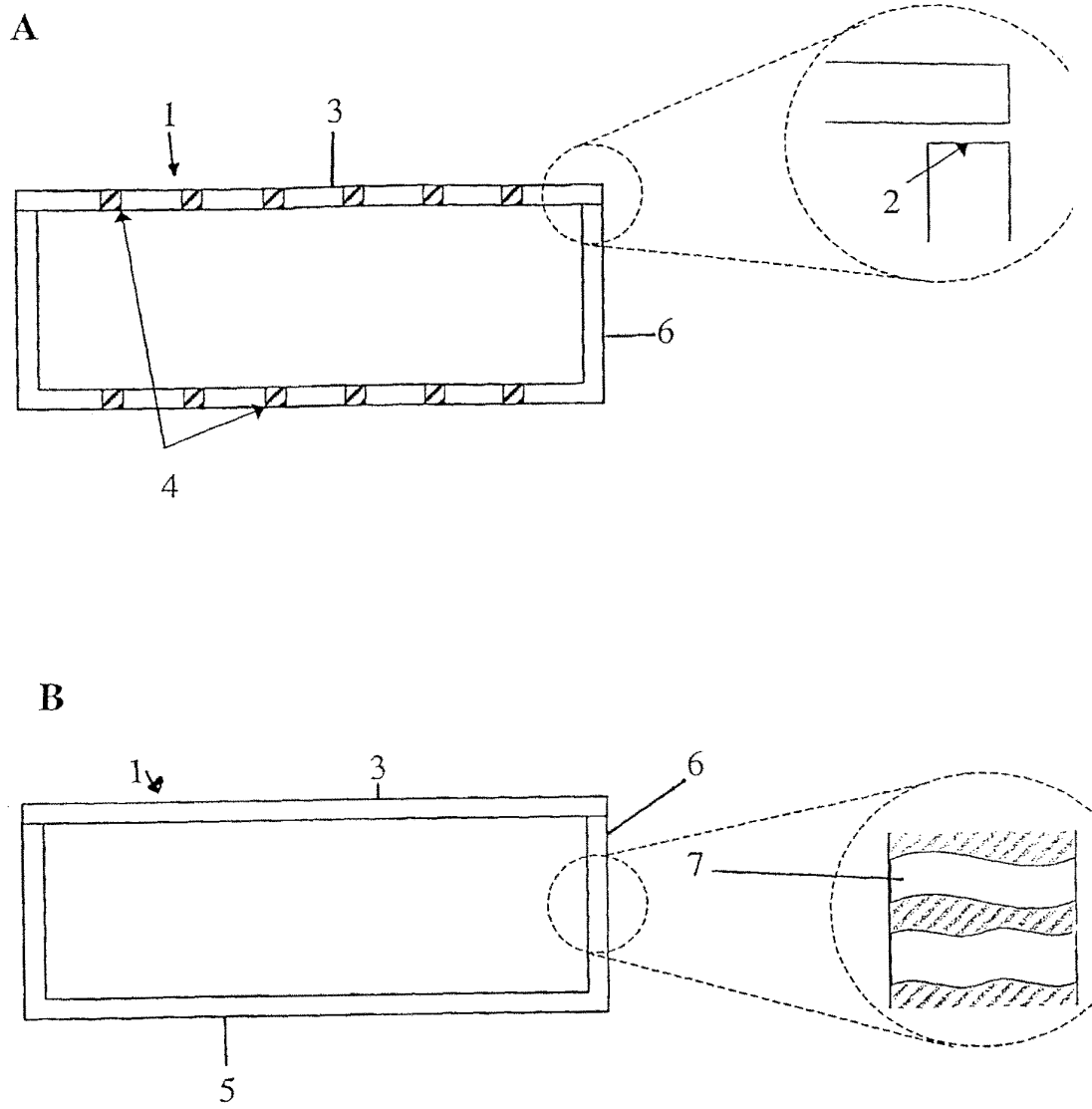


Figura 3

Figura 4. Exotermo en la capa superior de la bandeja

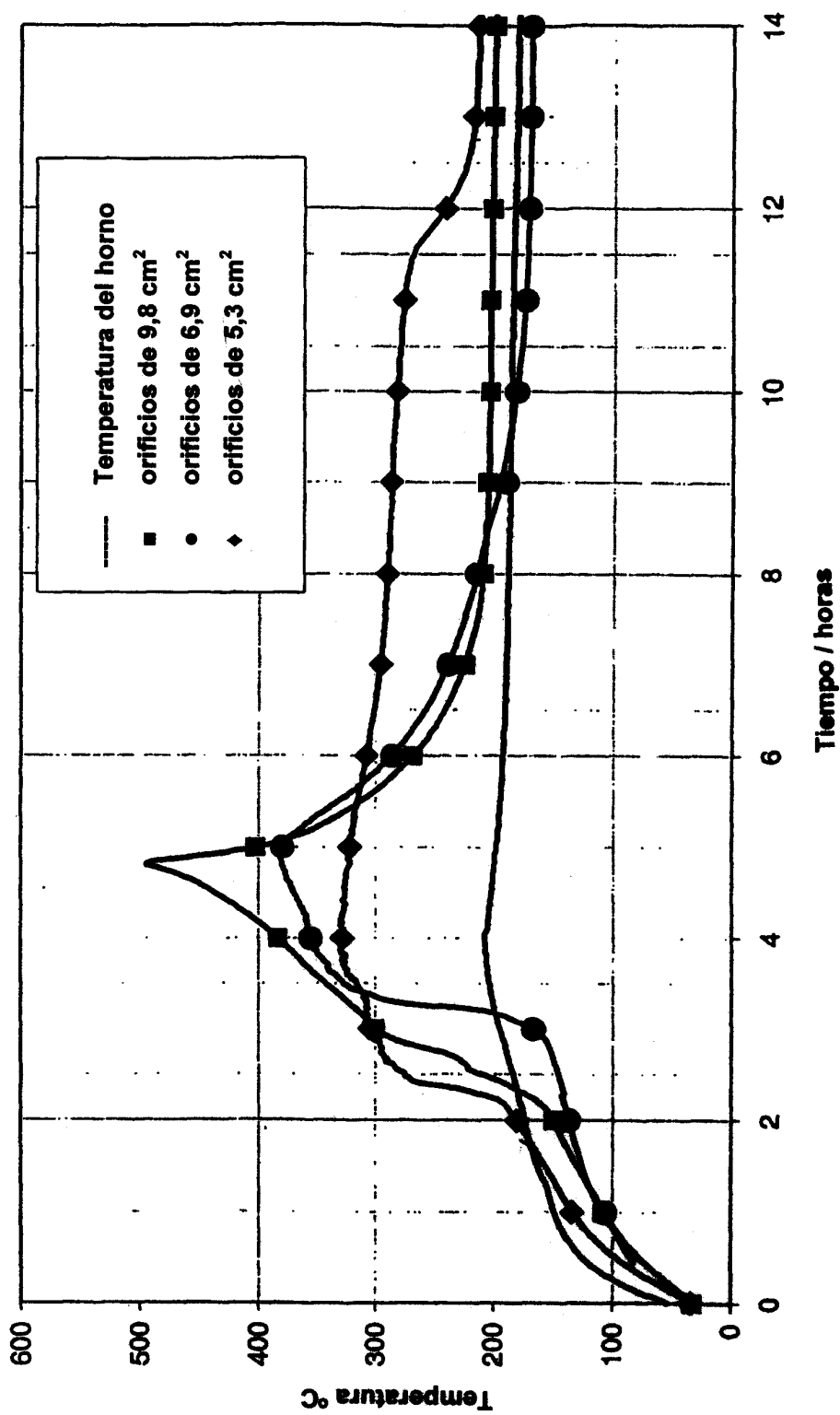


Figura 5. Exotermo en la capa inferior de la bandeja

