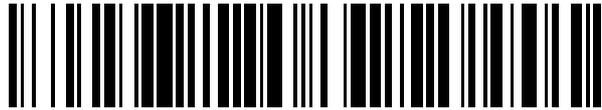


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 396 634**

51 Int. Cl.:

F01N 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.12.2009 E 09799699 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.10.2012 EP 2376754**

54 Título: **Procedimiento y aparato para probar un material catalítico**

30 Prioridad:

12.12.2008 GB 0822626

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.02.2013

73 Titular/es:

**THE QUEEN'S UNIVERSITY OF BELFAST
(100.0%)
University Road
Belfast BT7 1NN Northern Ireland, GB**

72 Inventor/es:

**DOUGLAS, ROY y
WOODS, ANDREW**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 396 634 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).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento y aparato para probar un material catalítico

La presente invención se refiere a un procedimiento y a un aparato para probar un material catalítico, en particular pero no exclusivamente para envejecer un catalizador.

- 5 El material catalítico se usa en muchos emplazamientos y procedimientos. Un ejemplo común es el material catalítico usado un catalizador para la corriente de escape de un motor de combustión interna en vehículos tales como coches, motocicletas, camiones, etc. Otros procedimientos y aplicaciones de material catalítico incluyen los de las industrias químicas y petroquímicas, generadores de electricidad, motores utilitarios, aplicaciones marinas, aplicaciones aeroespaciales, etc.
- 10 Los catalizadores son comúnmente más conocidos por su uso en tubos de escape de vehículos automóviles para reducir la toxicidad de emisiones a partir de un motor de combustión interna. Su objetivo es reducir los niveles de gases dañinos tales como el monóxido de carbono (CO), hidrocarburos (HC) y varios óxidos de nitrógeno (NOx) convirtiéndolos en dióxido de carbono (CO₂), agua, nitrógeno y oxígeno.
- 15 Un material catalítico común usado en un catalizador consiste en una fina capa de meta(es) preciso(s) disperso(s) en una capa portadora de alumina altamente porosa, (Al₂O₃), revestimiento que a su vez está unido a un sustrato cerámico. Otros portadores que son comúnmente usados como una alternativa a la alumina son dióxido de silicio, (SiO₂) Dióxido de titanio, (TiO₂) y zeolitas (compuestos de aluminio, silicio y oxígeno); sin embargo la alumina sigue siendo la elección más popular. El sustrato puede ir en forma de monolítica o de pastilla: sin embargo la estructura monolítica en forma de panal de abeja es la más usada. El material usado en este tipo de estructura puede también
- 20 variar. Algunos fabricantes de catalizadores optan por monolitos metálicos que están compuestos por aceros revestidos de aluminio resistente a altas temperaturas, mientras que la mayoría eligen la estructura cerámica. Los metales preciosos más comunes para este material catalítico en esta aplicación son el platino, *Pt*, paladio, *Pd*, rodio, *Rh* y óxido de vanadio, V₂O₅,
- 25 Debido a la cada vez mayor preocupación pública en asuntos medioambientales, los gobiernos están constantemente actualizando la legislación sobre emisiones introduciendo regulaciones de emisiones más estrictas para los automóviles. De este modo, hay una atención creciente la prueba del rendimiento de los catalizadores, tal como su envejecimiento y su vida útil.
- 30 Un procedimiento de prueba de un catalizador es hacer funcionar de manera continua un motor de combustión interna en una instalación de prueba y situar el catalizador en su sistema de escape. Lo ejemplos públicos incluyen el ciclo de envejecimiento ZDAKW (Centro de investigación conjunta de la Comisión europea), el ciclo de envejecimiento LNT (Laboratorio nacional Oak Ridge), y el ciclo de envejecimiento STRAWMAN, aunque los fabricantes también desarrollan sus propios ciclos y normalmente estos no son de dominio público y están considerado "secretos comerciales"
- 35 Sin embargo, los costes operativos de combustible para envejecer completamente un catalizador hasta el punto de desactivación pueden ser superiores a 50.000 dólares.
- El documento US2005/0204804 A1 divulga un procedimiento para envejecer artificialmente un dispositivo catalítico para su uso en un banco de prueba catalítico para convertir gases de escape. El gas caliente de envejecimiento es suministrado por un quemador tal como una turbina de gas, y el gas que sale del dispositivo catalítico es parcialmente recirculado y mezclado con el gas de envejecimiento para alimentar el dispositivo catalítico.
- 40 Un problema con la invención mostrada en el documento US2005/0204804 A1 es que la mayoría del gas caliente de envejecimiento sigue basándose en la combustión de un combustible que contiene carbono, es decir petróleo, diesel u otro material de gasolina, que a combinación se quema en un quemador. Siguen siendo necesarios costes significativos para proporcionar tal combustible.
- El documento D1 divulga un procedimiento y un aparato según el preámbulo de las reivindicaciones 1, 15.
- 45 Un segundo problema con la invención mostrada en el documento US2005/0204804 A1 es que la combustión de un combustible que contiene carbono requiere un quemador, el cual debe ser controlado en el entorno del bando de pruebas. La combustión de un combustible en una escala de bando de pruebas no proporciona un control preciso de las proporciones de constituyentes gaseosos que pasan al dispositivo catalítico.
- 50 Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento de envejecimiento de material catalítico más eficiente y más preciso.
- Según un aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento de envejecimiento de un material catalítico según la reivindicación 1.
- El uso de al menos un gas de hidrocarburo puro y un gas que contiene oxígeno permite que la presente invención

maximice la recirculación de la corriente de salida a partir del material catalítico para su reutilización, mientras se mantengan las proporciones correctas de C, H y O proporcionada en la corriente combinada para reproducir el uso realista del material catalítico.

5 La presente invención reduce, asimismo, el calentamiento de la corriente gaseosa necesario de su contacto con el material catalítico, por reacción exotérmica que se produce tras la combustión del al menos un gas de hidrocarburo puro y el gas que contiene oxígeno en un catalizador para la corriente de escape de un motor de combustión interna en vehículos tales como coches, motocicletas, camiones, etc. Otros procedimientos y aplicaciones de material catalítico incluyen los de las industrias químicas y petroquímicas, generadores de electricidad, motores utilitarios, aplicaciones marinas, aplicaciones aeroespaciales, etc. incluyendo reacciones químicas en laboratorio.

10 El material catalíticos es proporcionado, por lo general, con un portador, opcionalmente dispersado en una capa portadora, y opcionalmente soportado por un sustrato tal como los descrito anteriormente, pero se limita a los mismos. La presente invención no está limitada por la conformación, dimensión soporte, naturaleza, forma o suministro del material catalítico, en la medida en que se puede usar en un ciclo de envejecimiento de manera conocida para el experto en la técnica. Ejemplo de materiales catalíticos bien conocidos incluyen un catalizador de tres vías para coches, etc., catalizadores de oxidación de diesel, catalizadores LNT (trampas de NOx), catalizadores SCR, etc.

La presente invención se puede usar asimismo, para envejecer componentes de post-tratamiento de motor tales como varios sensores y similares, y la presente invención se extiende a un procedimiento y un aparato para probar tales componentes usando las mismas etapas y realizaciones descritas en el presente documento.

20 La corriente gaseosa puede comprende cualquier combinación de gases. Por lo general, la corriente gaseosa comprende uno o más constituyentes conocidos por ser parte de la corriente que atraviesa o que atravesará el material catalítico en uso. Por ejemplo, en un catalizador de automóvil, la corriente de escape de motor comprende por lo general, una combinación de materiales que contienen carbono tales como monóxido de carbono, hidrocarburos, y uno o más óxidos de nitrógeno (NOx) con un fondo de N₂, H₂O y CO₂.

25 En la presente invención, la corriente gaseosa comprende uno o más gases sintéticos tales como dióxido de carbono y nitrógeno, proporcionado a partir de una o más fuentes de tales gases. Los gases sintéticos o artificiales son bien conocidos en la técnica, y por lo general son suministrados embotellados listos para su uso.

30 El término "gas de hidrocarburo puro" tal como se usa en el presente documento se refiere a un gas de hidrocarburo que no tiene más del 3% o el 2% o el 1% de impurezas inertes, tal como nitrógeno o argón, y que no tiene más del 0,5% o el 0,4% o el 0,3% , o el 0,2% o el 0,1% de impurezas activas, es decir componentes o agentes tales como aceite, plomo, azufre o fósforo, etc., que son conocidos que dañarían un material catalítico.

El o los gases de hidrocarburo puros se pueden añadir a la corriente gaseosa calentada en la cantidad del 0,1% en volumen al 10% en volumen de la corriente gaseosa calentada, preferiblemente en el intervalo del 0,15 en volumen al 5% en volumen, más preferiblemente en el intervalo del 0,3% en volumen al 1,5% en volumen.

35 El gas que contiene oxígeno puede ser añadido a la corriente gaseosa calentada en la cantidad correcta para su reacción con el gas de hidrocarburo y para facilitar el ciclo pobre y rico de protocolos de envejecimiento RAT. El experto en la técnica es consciente de la cantidad de gas que contiene oxígeno necesario sobre la base de la cantidad de gas de hidrocarburo, etc.

40 En la presente invención, la corriente gaseosa se calienta en la etapa (a) a 300-1000°C, es decir la corriente gaseosa se calienta sin combustión a una temperatura apropiada tal como en el intervalo de 300-1000°C.

45 Asimismo, la etapa (a) de la presente invención comprende calentar de manera eléctrica una corriente gaseosa, y la corriente gaseosa puede calentarse por uno o más calentadores eléctricos y/o intercambiadores de calor conocidos en la técnica, usando preferiblemente el calentamiento por horno eléctrico. De esta manera, la presente invención evita el uso directo de quemadores o turbinas de gas tal como las usadas en el documento US2005/0204804 A1, así como la necesidad de otras unidades de combustión, dispositivos y aparatos. Esto simplifica considerablemente el procedimiento de la presente invención en comparación con el aparato de envejecimiento catalítico que implica el suministro de corriente gaseosas para la combustión.

50 Según la presente invención, la etapa (a) comprende calentar eléctricamente una corriente gaseosa, que comprende parcialmente, sustancialmente o totalmente uno o más gases sintéticos, preferiblemente los gases sintéticos de dióxido de carbono y nitrógeno.

55 El uso de una o más formas simplificadas de calentamiento de un gas distinta de la combustión también permite que la formación y constitución de la corriente de gas sean proporcionadas y determinadas de manera más precisa. –la corriente gaseosa puede estar constituida a partir de una o más fuentes predeterminadas del o cada gas constitutivo, usando un mecanismo de control tal como válvulas, reguladores y controladores de flujo, para determinar con precisión la cantidad y proporción/relación de cada gas constitutivo que forma la corriente gaseosa final. Esto no es posible usando la combustión de un combustible.

Asimismo hay mayor control de la temperatura de la corriente gaseosa usando el calentamiento eléctrico, que conduce a un mayor equilibrio y mayor estabilidad, y en particular a menos variación de temperatura ya que la corriente gaseosa es alimentada hacia el material catalítico. Esto es en comparación con la consecución de una temperatura elevada de corriente gaseosa puramente o principalmente a través de la combustión de un combustible, cuya variación de temperatura no puede controlarse con gran precisión.

Debido a que la temperatura de la corriente gaseosa puede ser proporcionada y determinada de manera precisa antes de la etapa (b), se puede asimismo cerrar y/o controlar con precisión la cantidad de la corriente de hidrocarburo puro añadir en la etapa (b) para conseguir la temperatura deseada del gas combinado a medida que atraviesa el material catalítico. De este modo, la presente invención puede proporcionar un sistema muy estable que tiene una pequeña cantidad de gas de hidrocarburo adicional, y una combustión adicional tan pequeña del mismo, manteniendo un mayor grado de control y estabilidad respecto del procedimiento general y la temperatura en el material catalítico.

En la presente invención, el paso de la corriente combinada a través del material catalítico proporciona una corriente de salida, y el procedimiento de presente invención comprende, además, la etapa de:

(d) hacer recircular más del 50% en volumen de la corriente de salida como corriente gaseosa.

Más preferiblemente, al menos el 70% en volumen, el 80% en volumen, el 90% en volumen, incluso más preferiblemente más del 95% en volumen o incluso más del 97% en volumen, más del 98% en volumen, o más del 99% en volumen, u opcionalmente toda la corriente de salida se recircula como corriente gaseosa. De este modo, la presente invención puede reducir considerablemente la cantidad de corriente gaseosa necesaria, y por lo tanto reducir considerablemente los costes de funcionamiento del procedimiento y del aparato de la presente invención ya que la mezcla de CO₂/N₂ no se produce y desecha de manera continua.

En particular, la corriente gaseosa se recircula un número de veces para minimizar los requisitos adicionales de gas, tales como en el intervalo de 3-20 veces o más.

En la presente invención que implica al menos alguna recirculación de la corriente de salida como se ha descrito anteriormente, el procedimiento de la presente invención comprende, además, la etapa de:

(e) seleccionar el al menos un gas de hidrocarburo puro y un gas que contiene oxígeno para obtener uno o más productos de reacción después de la etapa (c) capaces de minimizar la variación en la constitución y/o la temperatura de la corriente combinada en la etapa (b) después de la recirculación de la etapa (d).

El procedimiento minimiza la variación tanto en la constitución como la temperatura de la corriente combinada. Preferiblemente, la mezcla de corriente combinada se elige para minimizar la constitución de la mezcla corriente abajo que se usa para su recirculación en la etapa (b), para de este modo proporcionar una mezcla estable. La recirculación y el horno pueden entonces proporcionar una temperatura estable.

En particular, la presente invención puede mantener un entorno estable para la prueba de material catalítico, reduciendo los costes necesarios para una prueba global de envejecimiento del material catalítico. La invención proporciona un entorno estable tal que a concentración y/o temperatura de la corriente de alimentación o la corriente combinada proporcionada al material catalítico tiene preferiblemente una variación de menos de ± el 5%, o menos de ± el 4%, o menos de ± el 3% o menos de ± el 2% o menos de ± el 1% durante un ciclo, preferiblemente un ciclo de temperatura constante.

De este modo, la presente invención proporciona, además, un procedimiento de envejecimiento de un material catalítico que comprende controlar la adición del gas o gases de hidrocarburo puro, y gas que contiene oxígeno, o ambos, a la corriente de gas calentado para proporcionar la corriente combinada (para atravesar un gas catalítico), que comprende las etapas de:

- (i) vigilar la temperatura de la corriente gaseosa calentada, el catalizador y la corriente de salida del catalizador; y
- (ii) controlar el volumen de gas o gases de hidrocarburo puro, gas que contiene oxígeno, o ambos, añadido a la corriente gaseosa calentada para mantener la temperatura catalítica dentro de un intervalo predeterminado.

Preferiblemente, la etapa (ii) comprende controlar el volumen de gas o gases de hidrocarburo puro, gas que contiene oxígeno, o ambos, añadido a la corriente gaseosa calentada después de la recirculación de al menos algo de la corriente de salida del material catalítico dentro de la corriente gaseosa de la etapa (a) para mantener la temperatura catalítica dentro de un intervalo predeterminado.

El intervalo de temperatura predeterminado del material catalítico depende de la naturaleza del material catalítico envejecido y otras condiciones de procedimiento deseadas, pero está por lo general e el intervalo de 400-1100°C, quizás en el intervalo de 500-1000°C, ocasionalmente superior, con picos superiores.

La capacidad de la presente invención para proporcionar la corriente gaseosa a partir de una o más fuentes conocidas del o cada gas constitutivo, y para controlar su cantidad, proporción y/o relación en la corriente gaseosa final, permite también que el o cada gas constitutivo de la corriente gaseosa sea proporcionado a partir de fuentes conocidas y sencillas. Tales fuentes pueden ser bombonas de gas convencional u otras unidades de alimentación conocidas, que son más fáciles de suministrar, mantener y almacenar con seguridad que un suministro de un combustible tal como el petróleo. El hecho de evitar el suministro y el uso de un combustible, y el hecho de evitar su combustión reduce los costes operativos y reduce peligros conocidos.

El o los gases de hidrocarburo puro pueden comprender uno o más del grupo que comprende: metano, etano, propano, propileno, butano, butileno, pentano, etc. Y monóxido de carbono. Preferiblemente, el gas de hidrocarburo puro es propano

El gas que contiene oxígeno puede ser cualquier gas apropiado que contiene oxígeno, incluyendo pero no limitándose oxígeno puro o aire.

La corriente gaseosa y el al menos un gas de hidrocarburo puro y gas que contiene oxígeno se pueden mezclar usando cualquier procedimiento apropiado y/o aparato conocido en la técnica. Esto puede incluir un mezclador dedicado o volumen de mezclado, así como tuberías sencillas tales como piezas en forma de T.

La presente invención engloba todas las combinaciones de varias realizaciones o aspectos de la invención descritos en el presente documento como se define en las reivindicaciones anexas. Cabe entender que cualquiera y todas las realizaciones de la presente invención pueden ser tomadas junto con cualquier otra realización respecto de las realizaciones adicionales descritas de la presente invención como se define en las reivindicaciones anexas.

De este modo, una realización particular de la presente invención es un procedimiento de envejecimiento de un material catalítico que comprende al menos las etapas de:

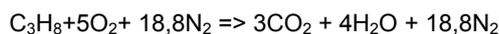
- (a) calentar eléctricamente sin combustión, una corriente gaseosa, parcialmente, sustancialmente o totalmente uno o más gases sintéticos;
- (b) añadir al menos un gas de hidrocarburo puro y un gas que contiene oxígeno a la corriente gaseosa calentada para proporcionar una corriente combinada;
- (c) pasar la corriente combinada a través del material catalítico; y
- (d) hacer recircular más del 50% en volumen de la corriente de salida del material catalítico en la corriente gaseosa de la etapa (a)
- (e) proporcionar en la etapa (b) una mezcla equilibrada de dicho al menos un gas de hidrocarburo puro y un gas que contiene oxígeno para mantener las concentraciones y dicha mezcla de gas de fondo en la corriente de salida recirculada.

Las ventajas de la presente invención incluyen una o más de las siguientes:

1.- Recirculación del flujo: la mayoría de la corriente combinada, típicamente el 98% al 99% en volumen, se puede hacer recircular, y solamente se añade una pequeña cantidad de gas de hidrocarburo adicional y por ejemplo es necesario aire para conseguir el perfil correcto de temperatura de material catalítico. Esto significa que la corriente de gas en el procedimiento de envejecimiento se está reutilizando, normalmente varias veces, y no se produce simplemente y a continuación se descarga.

2.- Con una mezcla de gas de fondo de CO₂ y nitrógeno, el procedimiento de envejecimiento se puede cargar en el inicio, y a continuación se recircula completamente a medida que se sube la temperatura del sistema.

3.- Una vez que el procedimiento de envejecimiento ha alcanzado una temperatura de fondo, la mezcla de gas de hidrocarburo/oxígeno (por ejemplo aire) se puede añadir para producir exotermos catalíticos deseados en el material o lecho catalíticos. La adición del gas de hidrocarburo y por ejemplo aire como mezcla equilibrada puede mantener la correcta concentración de fondo sin un sistema de vigilancia y control sofisticado. Solamente puede ser necesario retirar una pequeña cantidad en el sistema de escape para mantener una presión de funcionamiento. La ecuación de equilibrio para esta situación es:



4.- El control del procedimiento de envejecimiento puede destinarse a tener válvulas de control o mecanismos de desplazamiento en contacto con el gas o los gases calientes. El procedimiento puede destinarse a ser estable de manera inherente, ya que el hidrocarburo/aire puede añadirse en equilibrio y por lo tanto no modifica el equilibrio de la mezcla.

La presente invención proporciona un procedimiento de envejecimiento de un catalizador que se puede adaptar a cualquier régimen de envejecimiento adecuado, incluyendo ciclos de envejecimiento conocidos tales como el ciclo de envejecimiento ZDAKW, el ciclo de envejecimiento LNT, y el ciclo de envejecimiento STRAWMAN descritos anteriormente.

Según un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un aparato para envejecer un material catalítico que comprende al menos:

- 5 (a) uno o más calentadores para calentar una corriente gaseosa;
 (b) un combinador para combinar al menos un gas de hidrocarburo y un gas que contiene oxígeno a la corriente gaseosa calentada para proporcionar una corriente combinada; y
 (c) una trayectoria para hacer pasar la corriente combinada a través del material catalítico.

Preferiblemente, el aparato comprende:

- 10 (a) uno o más calentadores de horno eléctrico para calentar una corriente gaseosa, que comprende parcialmente, sustancialmente o completamente uno o más gases sintéticos;
 (b) un combinador para combinar al menos un gas de hidrocarburo puro y un gas que contiene oxígeno en la corriente gaseosa para proporcionar una corriente combinada;
 (c) una trayectoria para hacer pasar la corriente combinada a través del material catalítico; y
 (d) una trayectoria para hacer recircular más del 50% en volumen de la corriente de salida del material catalítico dentro de la corriente gaseosa de la etapa (a).

15 Ahora se describirá Una realización de la presente invención a título de ejemplo solamente y con referencia a los dibujos anexos en los cuales:

- La figura 1 es una vista esquemática de un procedimiento de envejecimiento de un material catalítico según una realización de la presente invención;
 La figura 2 es una segunda vista esquemática del procedimiento de la figura 1;
 20 La figura 3 es una vista de despiece ordenado en perspectiva de un colector de material catalítico para su uso con una realización de la presente invención;
 La figura 4 es un gráfico de volumen respecto del tiempo para el suministro de propano y oxígeno en una realización de la presente invención;
 La figura 5 es un gráfico de temperatura respecto del tiempo a través de un material catalítico probado por
 25 la presente invención;
 Las figuras 6a y 6b son concentraciones de gas corriente arriba y corriente abajo del material catalítico de la figura 5; y
 La figura 7 es un gráfico del análisis de coste/hora de varios procedimientos de envejecimiento de material catalítico.

30 Para el fin de esta descripción, se asignará un único número de referencia a una línea sí como una corriente en esa línea.

Con referencia a los dibujos, la Figura 1 muestra un procedimiento de envejecimiento de un material catalítico según una realización de la presente invención.

35 La figura 1 muestra el suministro de una corriente gaseosa 10. La corriente gaseosa 10 es superior al 50% en volumen formado a partir de una corriente de salida 40 como se menciona en lo sucesivo.

La corriente gaseosa 10 se calienta en uno o más calentadores 9 para proporcionar una corriente gaseosa calentada 10a. Preferiblemente, uno o más de los calentadores 9 es eléctrico, para proporcionar un calentamiento más seguro y más controlado de la corriente gaseosa 10 que la combustión de un combustible.

40 Un ejemplo de un calentador eléctrico apropiado es un horno de tubo de infrarrojos conocido en la técnica, y capaz de llevar la temperatura de la corriente gaseosa 10 al menos 450°C, tal como en el intervalo de 500 – 800°C.

A la corriente gaseosa calentada 10a se añade al menos un gas de hidrocarburo puro 12 tal como propano a través de una primera línea de alimentación 12. El gas de hidrocarburo puro puede ser proporcionado a partir de una fuente 13, tal como una o más bombonas de gas conocidas en la técnica. Asimismo se añade a la corriente gaseosa calentada 10a un gas que contiene oxígeno 14 tal como aire a lo largo de una línea de alimentación 14. Se puede
 45 alimentar aire desde una segunda fuente 15 tal como una o más bombonas de aire o líneas de aire/compresores de aire conocidos en la técnica.

Cada línea, corriente, unidad, etc. descrita en el presente documento puede incluir uno o más medios de control de flujo o de volumen, tales como válvulas, capaces de controlar la cantidad y/o el flujo y/o el volumen de gas a lo largo de esa línea, etc. El suministro y control de medios de control tales como válvulas son bien conocidos en la técnica,
 50 y por lo tanto no se muestran específicamente o se describen, adicionalmente, en el presente documento.

La mezcla de la corriente gaseosa calentada 10a, el gas de hidrocarburo puro 12 y el gas que contiene oxígeno 14 proporciona una corriente combinada 20, que pasa por un colector de material catalítico 24 que porta el material catalítico 22. El material catalítico 22 puede ser cualquier material catalítico conocido o nuevo, del cual se desea que su envejecimiento dinámico sea sometido a ensayo para favorecer el conocimiento y el entendimiento del I
 55 rendimiento del material catalítico en uso. Tal envejecimiento se ha designado asimismo "envejecimiento artificial" y

está destinado a proporcionar un procedimiento intensivo para recrear el envejecimiento del material catalítico en uso.

Un material catalítico apropiado es un catalizador de tres vías usado en los coches.

5 El colector de material catalítico 24 puede tener cualquier forma, dimensión o diseño apropiado, capaz de situar el material catalítico 22 en línea con la corriente combinada 20. Preferiblemente, el colector de material catalítico 24 comprende una pluralidad de portadores de material catalítico de manera que una pluralidad de muestras catalítica se puede envejecer simultáneamente. Se describe, además, esto en el presente documento en lo sucesivo con referencia a la figura 3.

10 Pasando la corriente combinada 20 a través del material catalítico 22, se proporciona una corriente de salida 30 desde el colector de material catalítico 24. Una característica particular de la presente invención es que mientras una proporción de la corriente de salida 32 puede pasar a la atmósfera y similar como corriente de no retorno 32, al menos más del 50% en volumen o más, opcionalmente todo, de la corriente de salida 30 se recircula como una corriente de recirculación 40 para proporcionar al menos la mayoría, opcionalmente toda, la corriente gaseosa 10.

15 Opcionalmente, la corriente de salida 40 pasa a través de una válvula de cambio de presión tal como una boquilla venturi 42, u otro dispositivo de medición de flujo apropiado, que facilita el cálculo del caudal de gas.

La corriente de recirculación 40a procedente de la boquilla venturi 42 puede ser proporcionada a un depósito 8. El depósito 8 proporciona una localización apropiada para el suministro de la corriente gaseosa 10 con una constitución de gas o gases, así como proporcionar un tampón para estabilizar cualesquiera cambios de flujo.

20 Usando el ejemplo de un motor de combustión interna y un procedimiento de envejecimiento de un catalizador de automóvil, una mezcla de gas de base apropiada para el depósito 8 puede comprender, típicamente, aproximadamente el 80% en volumen de nitrógeno, aproximadamente el 10% en volumen de dióxido de nitrógeno, y aproximadamente el 10% en volumen de vapor de agua. Estos gases constituyen la composición mayoritaria de gases procedentes de un motor de combustión interna.

25 La figura 1 muestra el suministro de dos gases sintéticos en el depósito 8 para favorecer el suministro de la corriente gaseosa 10. En la realización mostrada en la figura 1, puede haber una fuente de nitrógeno 53 como primer gas sintético para proporcionar una corriente de nitrógeno 52, y una fuente de dióxido de carbono 55a como segundo gas sintético a lo largo de una línea de alimentación 54, para proporcionar una corriente de gas sintético combinada 50 en el depósito 8. Estos gases pueden ser suministrados al depósito 8 por medio de válvulas (no mostradas) que incluyen controladores de flujo y válvulas solenoides con fines de control.

30 La o cada fuente de gas sintético puede suministrar el gas requerido en el depósito 8 como parte de la configuración de un procedimiento de envejecimiento, así como ser capaz de garantizar un estado estable o "recargar" el suministro de gas en el depósito 8 durante la ejecución del procedimiento de envejecimiento debido a cualquier pérdida de gas que se pueda producir durante el procedimiento.

35 El esquema mostrado en la figura 1 puede asimismo incluir uno o más dispositivos, unidades o aparatos capaces de proporcionar el desplazamiento de uno o más de los gases, específicamente la corriente gaseosa hacia el material catalítico, y siendo recirculada la corriente de salida. Las unidades apropiadas, etc., son conocidas en la técnica por tal desplazamiento, incluyendo bombas, turbocargadores y ventiladores, tales como ventiladores centrífugos.

40 Como motor de combustión interna proporciona típicamente una corriente de escape que tiene aproximadamente el 80% de nitrógeno, una característica de la presente invención es que puede ser tal recirculación considerable de la corriente de salida 30 desde el material catalítico que se puede reutilizar para proporcionar al menos la mayoría, posiblemente toda, la corriente gaseosa 10. De este modo, el equilibrio crítico de los otros constituyentes de una corriente de escape típica, especialmente la cantidad de dióxido de carbono, se puede mantener cuidadosamente mediante la introducción correcta del al menos un gas de hidrocarburo puro 12 y un gas que contiene oxígeno 14, como se menciona más adelante.

45 Como la corriente combinada 20 entra en contacto con el material catalítico 22, hay combustión del al menos un gas de hidrocarburo puro 12 en combinación con el gas que contiene oxígeno 14, de manera que la reacción exotérmica aumenta la temperatura del material catalítico 22 de manera que es superior en temperatura a la temperatura de la corriente gaseosa calentada 10a. Aunque un catalizador en funcionamiento normal en un coche de gasolina estaría en el intervalo de 500 – 600°C para la mayoría del tiempo, probar un material catalítico a una temperatura superior tal como 800°C – 1000°C consigue resultados más rápidamente, reduciendo de nuevo los costes de la presente invención.

50 La figura 5 muestra un gráfico de temperatura del material catalítico 22 a lo largo del tiempo, que varía entre aproximadamente 800°C y 950°C, mientras que la temperatura de la corriente combinada 20 a través de la entrada del colector de material catalítico 24 la temperatura de salida de la corriente de salida 30 están a proximidad de 500°C.

- 5 La variación de la temperatura a través del material catalítico en la figura 5 puede ser proporcionada pulsando la introducción del al menos un gas de hidrocarburo puro 12 y el gas que contiene oxígeno 14 para de ese modo crear “picos” de temperatura de aproximadamente 900°C, y posiblemente de hasta 1000°C. La reacción exotérmica sobre la superficie catalítica entre el gas que contiene carbono y el gas que contiene oxígeno causa un exotermo que eleva en consecuencia la temperatura. Los casos de alimentación pueden ser conmutados entre estequiométricos, de ciclo rico y pobre para envejecer el material catalítico en línea con prácticas convencionales o industriales.
- 10 El o los gases de hidrocarburo puro y el gas que contiene oxígeno pueden ser proporcionados de manera continua, en uno o más ciclos u operaciones de pulsos, o una combinación de los mismos. Se prefiere que el suministro del al menos un gas de hidrocarburo puro 12 y el gas que contiene oxígeno 14 proporcione al menos proporciones de dióxido de carbono y nitrógeno del gas alrededor del material catalítico 22 en proporciones que reflejan las proporciones de un gas de escape a partir de un motor de combustión interna.
- 15 La figura 4 muestra un ejemplo de las concentraciones de volumen de propano como el gas de hidrocarburo puro 12 y el gas de oxígeno 14 como el aire como el gas que contiene oxígeno en la corriente gaseosa calentada 10a a lo largo de dos ciclos. Las concentraciones y el tiempo del ciclo mostrado en la figura 4 están destinadas a recrear el envejecimiento por la Prueba de envejecimiento rápido (RAT) basada en el uso de un mol de propano en comparación con tres moldes de monóxido de carbono para producir el perfil de temperatura de lecho catalítico conocido. Ciertamente, se requiere menos propano que monóxido de carbono para producir las mismas excursiones de temperatura.
- 20 Las figuras 6a y 6b muestran concentraciones de gas de varios constituyentes de gas en la corriente combinada 20 y la corriente de salida 30 basándose en un procedimiento de envejecimiento RAT A. Estas concentraciones confirman que las reacciones catalíticas se realizan dentro del material catalítico, y que la temperatura del material catalítico está a un nivel deseado, de manera que el procedimiento de la presente invención puede llevar a cabo operaciones y protocolos de calentamiento acelerados.
- 25 La figura 7 indica costes relativos producidos en varios procedimientos de envejecimiento de un material catalítico tal como un catalizador de automóvil, basándose en cifras en dólares en el momento de la prueba. Usando “gas sintético total” sin recirculación, sugiere un coste relativo de “466,99 \$” por hora para proporcionar un envejecimiento equivalente en una realización de la presente invención titulado “AutoCAS”.
- La figura 2 muestra un esquema alternativo para hacer funcionar una realización del procedimiento de la presente invención.
- 30 La figura 3 muestra una vista de despiece ordenado en perspectiva de un colector de material catalítico 24 útil en el procedimiento mostrado en la figura 1. La figura 3 muestra dos conos de extremo 101, que tienen conos internos 102, placas y juntas 103, 104 y seis insertos de muestra de material catalítico 106 podrían ser envejecidos simultáneamente, siendo el material catalítico el mismo o diferente.
- 35 La presente invención es capaz de proporcionar un procedimiento de envejecimiento de una o más muestras de material catalizador que usa una prueba estable y altamente repetible para crear las mismas condiciones de procedimiento de manera repetida. Múltiples muestras se pueden probar simultáneamente. Además, el nivel de dióxido de carbono emitido a la atmósfera por el procedimiento de la presente invención en comparación con un motor de combustión interna o el uso de un quemador es considerablemente reducido.
- 40 El gas sintético para la presente invención está constituido por una mezcla de gas de fondo, tal como CO₂ y nitrógeno, y el sistema cargado con este gas al inicio- Este gas puede entonces ser recirculado totalmente ya que el sistema a medida que el sistema es llevado a temperatura. Una vez que el sistema ha alcanzado la temperatura de fondo de envejecimiento, la mezcla de hidrocarburo/aire se puede añadir para producir los exotermos catalíticos. Esto evita la necesidad de producir de manera continua una nueva combustión de gas para producir la mezcla de gas de envejecimiento, que requiere control de temperatura y que es también difícil de utilizar debido a las
- 45 temperaturas implicadas.
- La presente invención permite proporcionar un hidrocarburo y el aire en forma de mezcla equilibrada; esto mantiene las concentraciones de fondo correctas sin un sistema de vigilancia sofisticado. Se puede necesitar solo una pequeña cantidad de mezcla para ser retirada una pequeña cantidad en el escape para mantener la presión de funcionamiento.
- 50 La presente invención proporciona: un gas de fondo recirculado, el exotermo producido en el lecho catalítico con una pequeña cantidad de “combustible”, y el combustible añadido en un equilibrio exacto con el aire para mantener la mezcla a las concentraciones correctas.
- 55 De este modo, la presente invención es capaz de proporcionar un procedimiento de envejecimiento de un material catalítico usando mínimos recursos adicionales recirculando una cantidad considerable de su corriente de salida, proporcionado el calentamiento de la corriente gaseosa a una temperatura relativamente baja en comparación con la temperatura deseada del material catalítico, y por lo tanto elevando la temperatura del gas mediante la correcta introducción proporcional de un gas o gases de hidrocarburo puro y un gas que contiene oxígeno, cuya reacción

exotérmica en la superficie de los resultados catalíticos en un aumento en la temperatura del lecho catalítico.

5 En particular, la presente invención es capaz de mantener un movimiento estable para la prueba de material catalítico reduciendo el coste requerido para la prueba de envejecimiento total del material catalítico. Esto contrasta con motores reales y sistemas de envejecimiento conocidos, que producen fluctuaciones indeseables tanto en concentración como en temperatura. La presente invención puede proporcionar un gas de fondo muy estable de N₂, CO₂, y agua y calor a una temperatura muy estable en el horno antes de introducir el material catalítico. En la entrada, las cantidades precisas de preferiblemente aire y gas de hidrocarburo producen un exotermo en el material catalítico, Por lo tanto el aire, el gas de hidrocarburo y la temperatura dan lugar a un ciclo o varían con el tiempo, pero de una manera precisa controlada, mientras que un motor o un sistema de envejecimiento conocido produce una variación no deseada superpuesta sobre el ciclo requerido.

10 Varias modificaciones y variaciones en las realizaciones descritas de la presente invención se pondrán de manifiesto para el experto en la técnica sin salirse del alcance de la invención tal como se define en las reivindicaciones anexas. Aunque la invención se ha descrito con relación a realizaciones preferidas específicas, cabe entender que la invención tal como se reivindica no debería limitarse a tales realizaciones específicas.

15

REIVINDICACIONES

- 1.- Un procedimiento de envejecimiento de un material catalítico que comprende al menos las etapas de:
- 5 (a) proporcionar una corriente gaseosa que comprende una mezcla de gas de fondo;
 (b) añadir al menos un gas de hidrocarburo puro y un gas que contiene oxígeno a la corriente gaseosa para proporcionar una corriente combinada;
 (c) hacer pasar la corriente combinada a través del material catalítico; y
 (d) hacer recircular al menos algo de la corriente de salida del material catalítico en la corriente gaseosa de la etapa (a),
- 10 **caracterizado porque** el procedimiento incluye, además;
- (e) proporcionar en la etapa (b) una mezcla equilibrada de dicho al menos gas de hidrocarburo puro y un gas que contiene oxígeno para mantener las concentraciones de dicha mezcla de gas de fondo en la corriente de salida recirculada;
 (f) calentar, en la etapa (a), sin combustión, dicha corriente gaseosa.
- 15 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha mezcla de gas de fondo comprende una mezcla de dióxido de carbono y nitrógeno y en el que, en la etapa (e) dicha mezcla equilibrada de dicho al menos gas de hidrocarburo puro y un gas que contiene oxígeno se selecciona para mantener concentraciones de dióxido de carbono y nitrógeno en la corriente de salida recirculada que son típicas de la corriente de escape de un motor de combustión interna.
- 20 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la etapa (f) comprende calentar eléctricamente dicha corriente gaseosa, preferiblemente usando calentamiento en horno eléctrico,
- 4.- Un procedimiento según la reivindicación 3, en el que la etapa (f) comprende calentar eléctricamente una corriente gaseosa, que comprende parcialmente, sustancialmente o totalmente uno o más gases sintéticos.
- 25 5.- Un procedimiento según la reivindicación 4, en el que la corriente gaseosa comprende los gases sintéticos de dióxido de carbono y nitrógeno.
- 6.- Un procedimiento según la reivindicación 1, que comprende recircular al menos el 70% en volumen, el 80% en volumen, el 90% en volumen, > 95% en volumen, >97% en volumen, >98% en volumen o >99% en volumen de la corriente de salida del material catalítico en la corriente gaseosa.
- 7.- Un procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 6 que comprende, además, las etapas de:
- 30 seleccionar el al menos un gas de hidrocarburo y un gas que contiene oxígeno para obtener un producto o productos después de la etapa (c) capaces de minimizar la variación en la constitución y/o la temperatura de la corriente combinada en la etapa (b) después de la recirculación de la etapa (d).
- 8.- Un procedimiento según la reivindicación 1, 6 o 7, en el que la corriente gaseosa es recirculada en el intervalo de 3-20 veces.
- 35 9.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que el gas de hidrocarburo puro es propano.
- 10.- Un procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, en el que la corriente gaseosa se calienta en la etapa (f) a 300-1000°C.
- 40 11.- Un procedimiento según la reivindicación una o más de las reivindicaciones anteriores, en el que el material catalítico comprende una pluralidad de muestras catalíticas sometidas simultáneamente a envejecimiento.
- 12.- Un procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura del gas combinado a medida que pasa a través del material catalítico en el intervalo de 400-1100°C.
- 13.- Un procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, en el que el o los gases de hidrocarburo puro se añade(n) en el intervalo del 0,1 – 5% en volumen de la corriente gaseosa.
- 45 14.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende, además, controlar en la etapa (b) la adición del gas o gases de hidrocarburo puro, el gas que contiene oxígeno, o ambos, que comprende las etapas de:
- (i) supervisar la temperatura de la corriente gaseosa calentada, el catalizador y la corriente de salida del catalizador; y

- (ii) controlar el volumen de gas o gases de hidrocarburo puro, gas que contiene oxígeno, o ambos, para mantener la temperatura catalítica dentro de un intervalo predeterminado.

15.- Aparato para envejecer un material catalítico que comprende, al menos

- 5 (a) uno o más calentadores para calentar una corriente gaseosa que comprende una mezcla de gas de fondo, que comprende preferiblemente parcial, sustancial o totalmente uno o más gases sintéticos;
- (b) un combinador para combinar al menos un gas de hidrocarburo puro y un gas que contiene oxígeno a la corriente gaseosa calentada para proporcionar una corriente combinada;
- 10 (c) y una trayectoria para hacer pasar la corriente combinada a través del material catalítico, **caracterizado porque** dicho uno o más calentadores consisten en calentadores sin combustión, preferiblemente uno o más calentadores de horno eléctrico, y en el que dicho aparato incluye, además:
- (d) una trayectoria para hacer recircular más del 50% en volumen de la corriente de salida del material catalítico dentro de la corriente gaseosa de la etapa (a), y en el que dicho combinador está dispuesto para proporcionar una mezcla equilibrada de dicho al menos un gas de hidrocarburo puro y un gas que contiene oxígeno para mantener las concentraciones de dicha mezcla de gas de fondo en la corriente de salida recirculada.
- 15

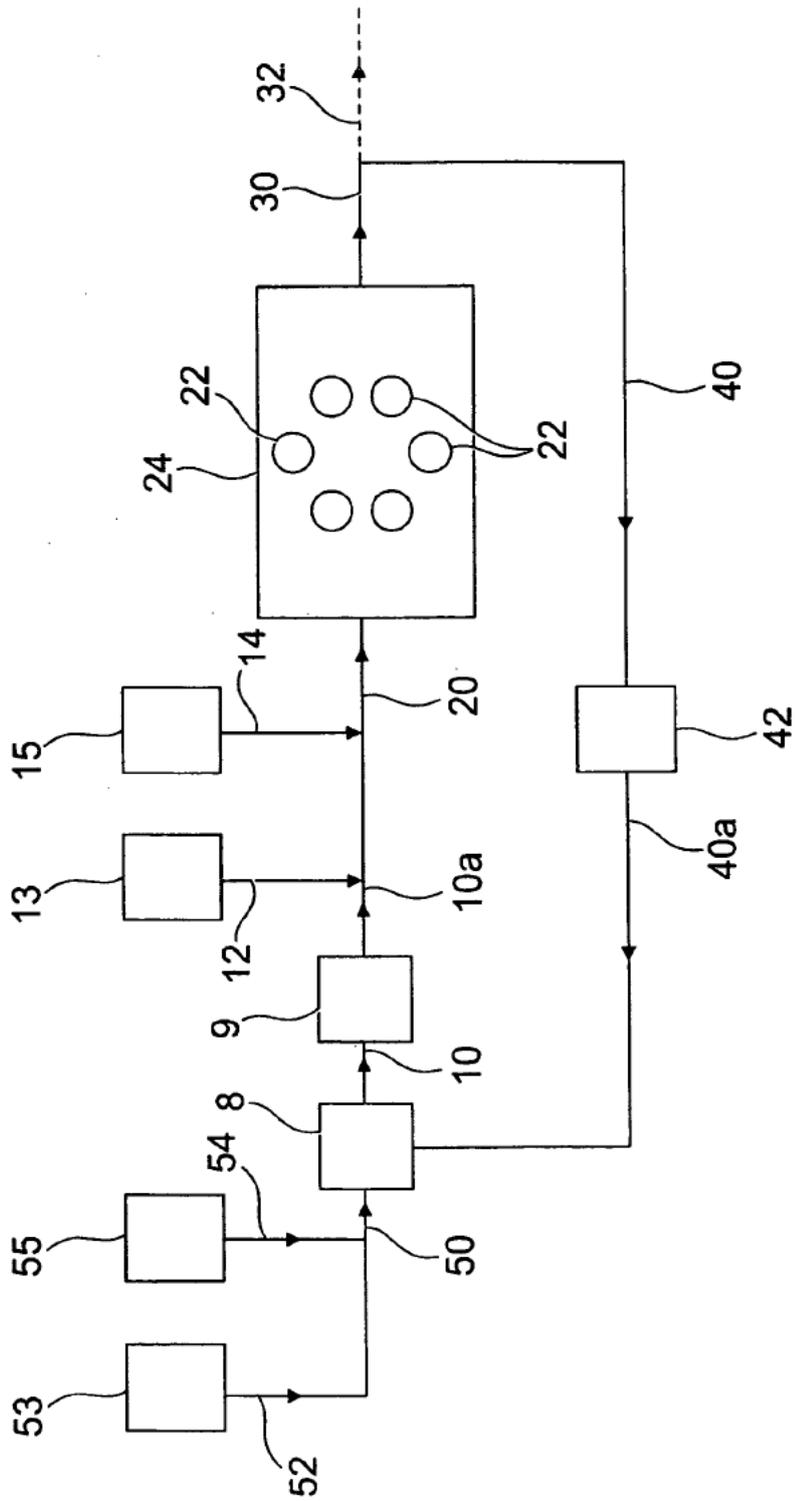


Fig. 1

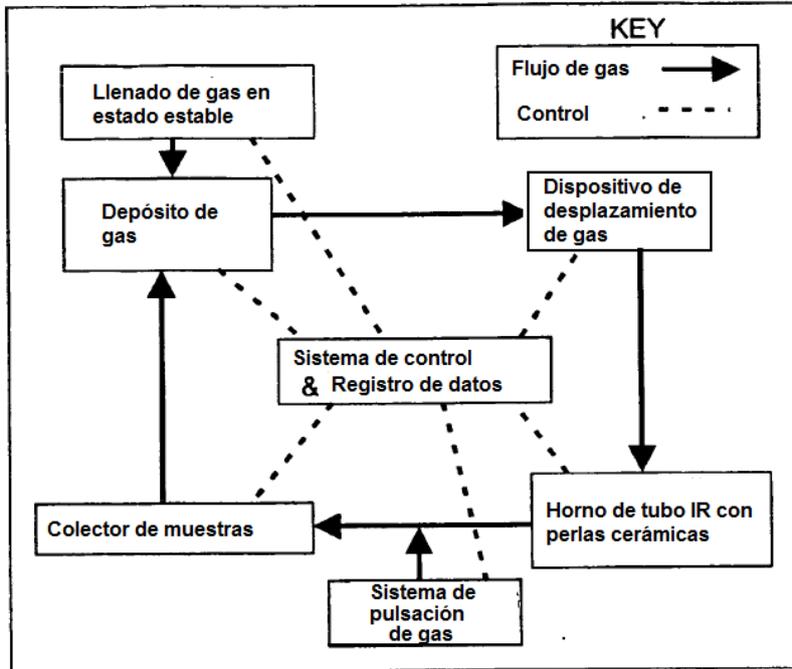


Fig. 2

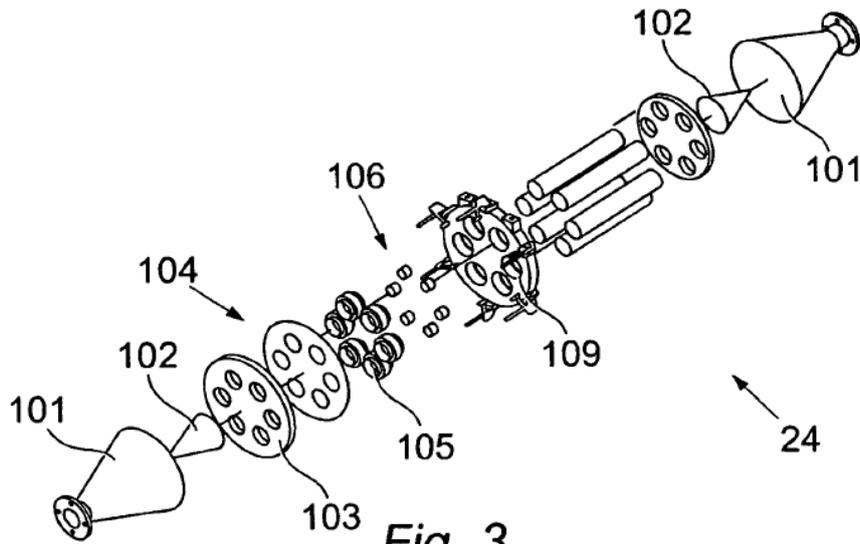


Fig. 3

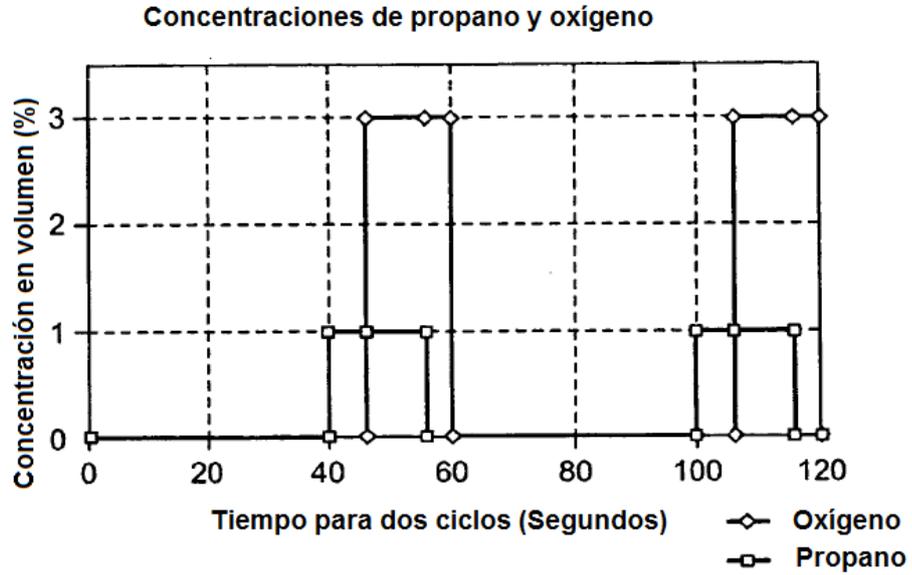


Fig. 4

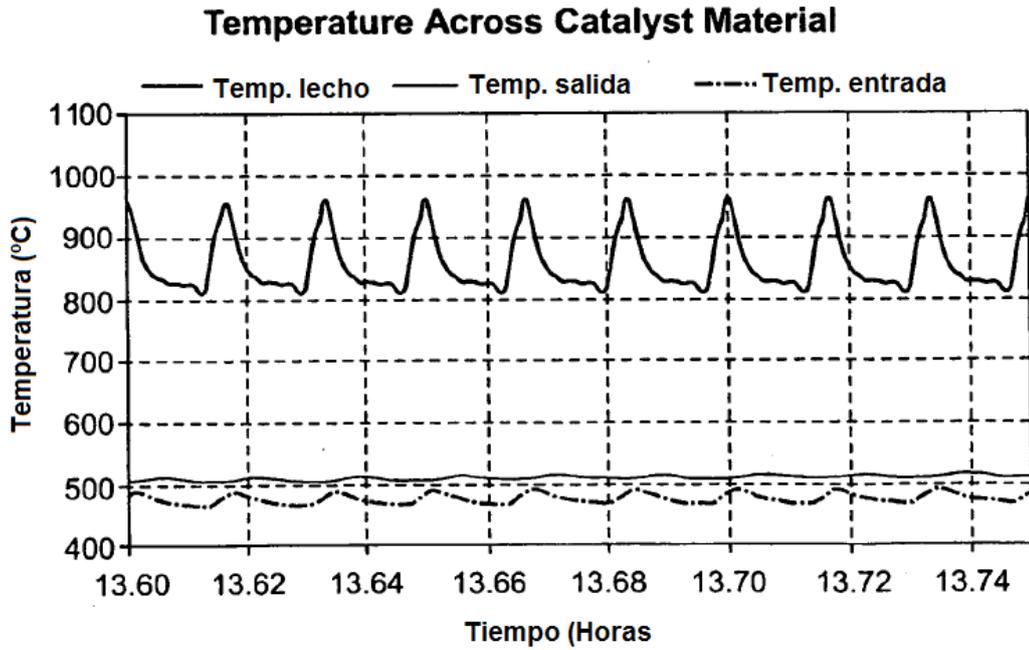
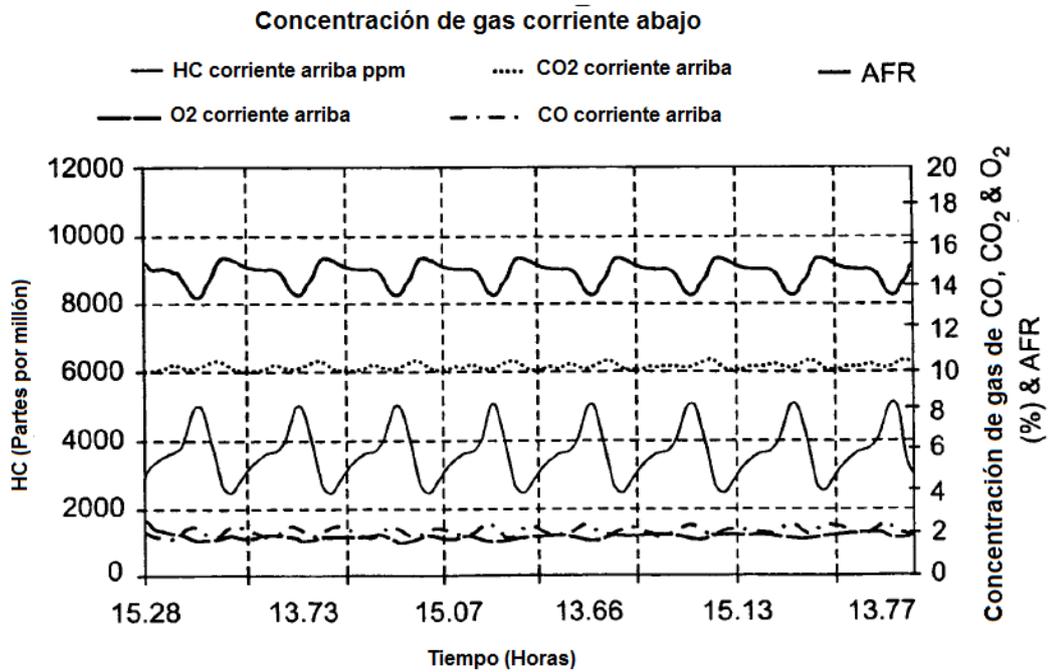
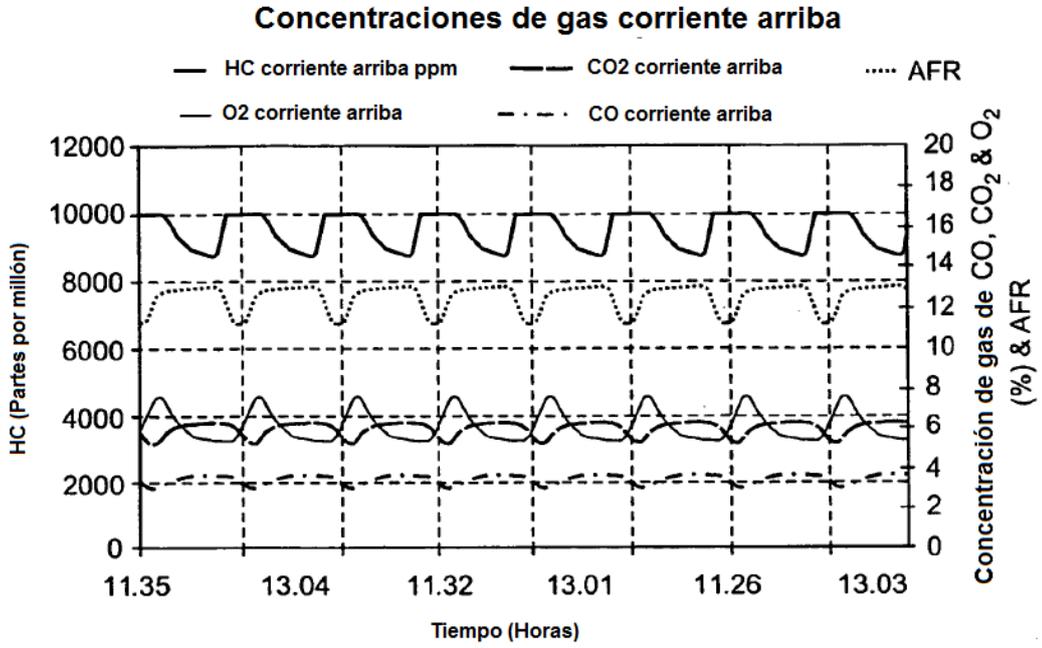


Fig. 5



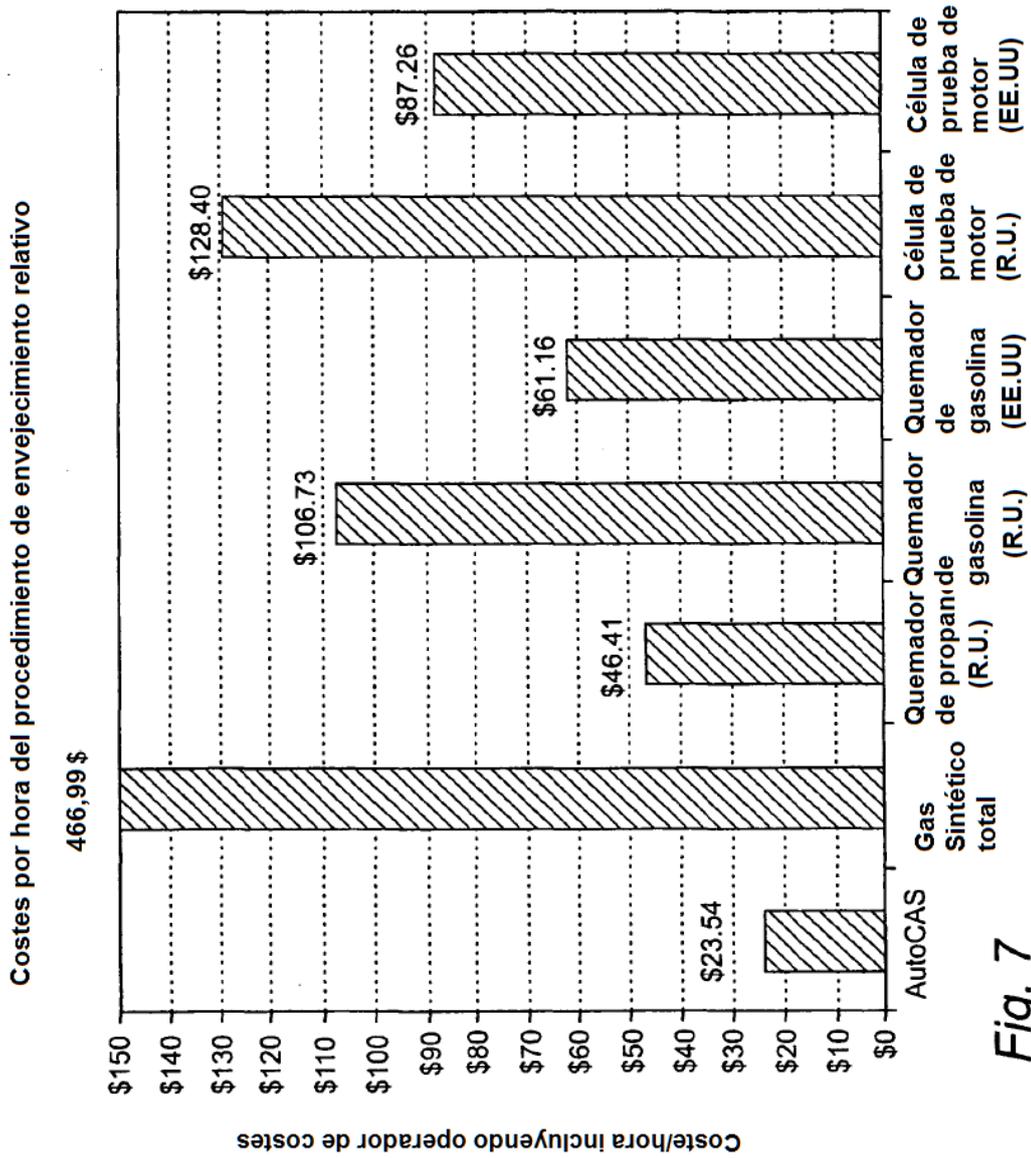


Fig. 7

Procedimiento de envejecimiento