

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 614 277**

51 Int. Cl.:

**B01J 12/00** (2006.01)

**C01C 3/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.05.2008 PCT/EP2008/055730**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.01.2009 WO09013035**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.05.2008 E 08750221 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.11.2016 EP 2170499**

54 Título: **Reactor para la obtención de cianuro de hidrógeno según el procedimiento de Andrussow**

30 Prioridad:

**23.07.2007 DE 102007034715**

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

**30.05.2017**

73 Titular/es:

**EVONIK RÖHM GMBH (100.0%)**

**Kirschenallee**

**64293 Darmstadt, DE**

72 Inventor/es:

**SCHÄFER, THOMAS;**

**WEBER, ROBERT;**

**GROPP, UDO y**

**MERTZ, THOMAS**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 614 277 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

Reactor para la obtención de cianuro de hidrógeno según el procedimiento de Andrussov

5 La presente invención se refiere a un reactor para la obtención de cianuro de hidrógeno (HCN) según el procedimiento de Andrussov, así como a un procedimiento para la obtención de HCN, que se lleva a cabo bajo empleo del reactor según la invención.

10 La síntesis de cianuro de hidrógeno (HCN) según el procedimiento de Andrussov se describe en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, volumen 8, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim 1987, páginas 161-162. La mezcla de eductos, que comprende en general metano o una corriente de gas natural que contiene metano, amoníaco y oxígeno, se conduce a un reactor a través de redes de catalizador, y se hace reaccionar a temperaturas de aproximadamente 1000°C. El oxígeno necesario se emplea habitualmente en forma de aire. Las redes de catalizador están constituidas generalmente por platino o aleaciones de platino. La composición de la mezcla gaseosa de eductos corresponde aproximadamente a la estequiometría de la ecuación de reacción empírica que se desarrolla por vía exotérmica



15 El gas de reacción saliente contiene el producto HCN, NH<sub>3</sub> y CH<sub>4</sub> no transformados, así como los productos secundarios esenciales CO, H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub>, y una gran fracción de N<sub>2</sub>.

20 El gas de reacción se enfría rápidamente a unos 150-200°C en una caldera de recuperación de calor perdido, y a continuación pasa por una columna de lavado, en la que se elimina el NH<sub>3</sub> no transformado y se condensan partes de vapor. También es conocida la absorción de NH<sub>3</sub> con disolución de hidrogenofosfato sódico y subsiguiente reciclaje del amoníaco. En una columna de absorción subsiguiente se absorbe HCN en agua fría, se sintetiza el mismo con una pureza mayor que un 99,5 % en masa en una rectificación conectada a continuación. El agua que contiene HCN producida en la cola de la columna se enfría y se devuelve a la columna de absorción de HCN.

25 En el documento DE 549 055 se describe un amplio espectro de posibles realizaciones del procedimiento de Andrussov. Por consiguiente, también son conocidos reactores para la obtención de HCN según el procedimiento de Andrussov, exponiéndose un ejemplo de tal reactor en el documento EP 1 001 843 B1. Estos reactores comprenden en general una alimentación para los eductos, una descarga para los productos, así como un catalizador, que puede estar realizado, a modo de ejemplo, en forma de varias redes de platino dispuestas en serie. Inmediatamente por encima de la red de catalizador puede estar prevista una capa protectora permeable a gases, que sirve como escudo de calor y como protección al retroceso de llama.

30 Los procedimientos realizados con reactores conocidos proporcionan ya buenos rendimientos con una demanda de energía aceptable. Sin embargo, debido al significado del producto existe un deseo permanente de mejorar el rendimiento y la efectividad de los reactores.

35 Considerando el estado de la técnica, ahora es tarea de la presente invención poner a disposición un reactor que posibilitara una obtención de HCN especialmente sencilla y económica. En este caso se debían aumentar en especial el rendimiento, la productividad (Kg de HCN / h) y el período de aplicación del catalizador. Además era tarea de la presente invención poner a disposición un reactor que posibilitara una producción de HCN con concentración de HCN elevada en el gas de reacción y, por consiguiente, demanda de energía especialmente elevada en el aislamiento de HCN.

40 Estos problemas y otros no citados explícitamente, pero que se pueden derivar o deducir sin problema de los contextos aquí discutidos de manera introductoria, se solucionan mediante un reactor con todas las características de la reivindicación 1. En las reivindicaciones subordinadas se protegen modificaciones convenientes del reactor según la invención. Respecto al procedimiento para la obtención de HCN, la reivindicación 25 ofrece una solución de la tarea subyacente.

45 Por consiguiente, es objeto de la presente invención un reactor para la obtención de ácido cianhídrico según el procedimiento de Andrussov, que comprende una caldera de reactor, al menos una alimentación de gas, que desemboca en una zona de alimentación de gas, una descarga de productos de reacción y un catalizador, estando previstos al menos un elemento de mezclado, así como al menos una capa intermedia permeable a gases dentro de la caldera del reactor entre la zona de alimentación de gas y el catalizador, así como al menos una capa intermedia permeable a gases, y estando dispuesto el elemento de mezclado entre la zona de alimentación de gas y la capa intermedia permeable a gases.

50

Mediante estas medidas se consigue sorprendentemente poner a disposición un reactor que posibilita una obtención de HCN especialmente sencilla y económica. Además se puede aumentar el rendimiento y la productividad (kg de HCH/h) mediante el empleo de un reactor según la invención. Por lo demás, se puede producir HCN con un reactor según la invención con una demanda de energía especialmente reducida. Además se puede prolongar el período de aplicación de los catalizadores mediante las características constructivas del reactor.

El reactor según la invención comprende una caldera de reactor, en la que desemboca al menos una alimentación de gas. La caldera de reactor encierra al menos un elemento mixto, al menos una capa intermedia permeable a gases y al menos un catalizador. Los productos se descargan de la caldera de reactor a través de al menos una salida. La forma de la caldera de reactor no es crítica en sí, de modo que ésta puede presentar una sección transversal rectangular o circular. La caldera de reactor presenta preferentemente una forma cilíndrica. El volumen de la caldera de reactor es dependiente del rendimiento de producción previsto, pudiendo adoptar la caldera de reactor cualquiera de los volúmenes habituales. El volumen de la caldera de reactor se puede situar convenientemente en el intervalo de  $0,01 \text{ m}^3$  a  $50 \text{ m}^3$ . La proporción de altura y diámetro (H/D) de la caldera de reactor se puede situar preferentemente en el intervalo de 0,4 a 1,8, de modo especialmente preferente 0,6 a 1,4. Convenientemente, la caldera de reactor, visto en el sentido de circulación del gas, puede presentar un revestimiento interno constituido por un material estable al calor a partir de la capa intermedia permeable a gases. A modo de ejemplo puede estar prevista una capa constituida por un material fibroso cerámico, como por ejemplo un material fibroso cerámico que contiene Si, que se encuentra disponible bajo el nombre comercial Nefalit®, que protege la caldera de reactor ante una acción térmica.

Los diversos gases de eductos se pueden reunir antes de o en la caldera de reactor. Por consiguiente, en la caldera de reactor pueden desembocar una, dos o más alimentaciones de gas. Los gases dentro de la caldera de reactor se conducen en primer lugar a una zona de alimentación de gases, cuyo volumen no es crítico en sí.

Entre zona de alimentación de gas y el catalizador, según la invención está previsto al menos un elemento de mezclado. Según forma de realización, la zona de alimentación de gas puede formar también una parte del elemento de mezclado. El elemento de mezclado sirve para el entremezclado de los gases de eductos alimentados, pudiéndose emplear todas las formas de realización de mezcladores de gases conocidas.

Debido a una construcción sencilla y de bajo mantenimiento, el elemento de mezclado puede estar realizado preferentemente en forma de elementos de inserción en forma de placas, que comprenden varias capas en placas de modo especialmente preferente. Según un aspecto preferente de la invención, el elemento de mezclado puede presentar tres, cuatro, cinco o más capas en placas. De modo preferente, estas capas en placas están dispuestas esencialmente en paralelo, situándose el ángulo de las capas en placas aisladas respectivamente en el intervalo de  $-10^\circ$  a  $+10^\circ$ , de modo especialmente preferente  $-5^\circ$  a  $+5^\circ$ . La distancia entre placas puede ascender, a modo de ejemplo, a 0,5 cm hasta 200 cm, preferentemente 1 cm hasta 100 cm, y de modo muy especialmente preferente 5 cm hasta 50 cm. En este caso se pueden emplear, a modo de ejemplo, placas perforadas, estando los orificios desplazados, de modo que se obtiene un entremezclado de los gases. De modo especialmente preferente se emplean placas densas. En esta forma de realización, la corriente de gases se puede conducir a través de orificios, que están previstos perpendicularmente al plano de las placas, en las, o bien entre las placas. Los respectivos orificios de las diferentes capas pueden estar previstos, referido a la capa respectiva, alternativamente en el centro de la caldera de reactor, a modo de ejemplo en forma de un orificio dentro de la placa, o en el borde de la caldera de reactor, es decir, entre la respectiva placa y la pared de la caldera de reactor. Esta construcción se puede realizar preferentemente como disposición de anillo-discos (diseño disco-donut), no estando unidos los discos inmediatamente con la caldera de reactor, mientras que los anillos se pueden cerrar con la caldera de reactor. Estas disposiciones pueden comprender preferentemente 2 a 6 discos.

En formas de realización que consiguen un entremezclado de la corriente gaseosa bajo empleo de placas densas, el número de orificios en la respectiva capa es relativamente reducido en comparación con las formas de realización con placas perforadas. Las capas que se realizan en la forma de realización con placas densas presentan preferentemente un máximo de 10, preferentemente un máximo de 5 orificios por  $\text{m}^2$ .

Las formas de realización que trabajan bajo empleo de placas perforadas presentan más orificios por  $\text{m}^2$ . De este modo, las placas perforadas comprenden, a modo de ejemplo, al menos 11, preferentemente al menos 15, y de modo muy especialmente preferente al menos 20 orificios por  $\text{m}^2$ .

El elemento de mezclado comprende preferentemente placas densas, que presentan una superficie que corresponde a al menos un 40 %, de modo especialmente preferente al menos un 60 %, y de modo muy especialmente preferente al menos un 80 % del área de sección transversal del reactor, presentando tal superficie de modo especialmente preferente al menos un 25 %, preferentemente al menos un 50 %, y de modo especialmente preferente al menos un 75 % de las capas en placas contenidas en el elemento de mezclado. El área de sección

transversal de reactor resulta del área de la caldera de reactor, que se mide respectivamente en paralelo a la respectiva capa en placa.

Mediante las construcciones presentadas anteriormente se puede formar preferentemente una circulación turbulenta, de modo que se consigue un entremezclado de gases extraordinario.

5 La caldera de reactor y el elemento de mezclado se pueden obtener a partir de todos los materiales que resisten las condiciones dominantes. Son materiales apropiados en especial metales, como por ejemplo acero. Además, estos componentes del reactor se revisten con materiales que reducen una degradación de gases de eductos, en especial de  $\text{NH}_3$  en las condiciones seleccionadas. Estos materiales se exponen, entre otros, en el documento US 5,431,984. Según la invención, un reactor presenta una capa intermedia permeable a gases tras el elemento de mezclado, visto  
10 en el sentido de la corriente gaseosa. La capa intermedia permeable a gases está configurada de modo especialmente preferente de modo que ofrezca una protección al retroceso de llama. Por lo demás, mediante esta capa se puede obtener una filtración de los gases de eductos, eliminándose en especial partículas reducidas. Además se puede desarrollar una diferencia de presión a través de la capa intermedia permeable a gases, que conduce a una circulación especialmente uniforme de catalizador a través de los gases de eductos. En este caso, el descenso de presión se puede situar en un amplio intervalo, obteniéndose en una medida especialmente elevada las ventajas según la invención en el caso de un descenso de presión más elevado, es decir, en el caso de una formación de una resistencia a la circulación elevada a través de la capa intermedia permeable a gases. Por otra parte, en el caso de una resistencia a la circulación elevada se requiere relativamente mucha energía para la formación de la velocidad de circulación de gases de eductos prevista. Por lo tanto, el especialista ajustará de  
20 manera óptima el valor de diferencia de presión, o bien de la resistencia a la circulación ocasionada a través de la capa intermedia permeable a gases en las condiciones marginales predeterminadas. En este caso, una permeabilidad a gases reducida de la capa intermedia conduce a una diferencia de presión elevada. La capa intermedia permeable a gases puede generar preferentemente un descenso de presión, que se sitúa en el intervalo de 1 a 100 mbar, de modo especialmente preferente 5 a 30 mbar, medidos con un manómetro tubular en U a una  
25 velocidad de circulación de la mezcla de gases de eductos de 1,5 m/s.

Según un aspecto preferente, la distancia entre la capa intermedia permeable a gases y un catalizador de configuración superficial en el reactor puede ascender al menos a 30 mm, preferentemente al menos 60 mm. De modo especialmente preferente, esta distancia se puede situar en el intervalo de 40 mm a 1000 mm, de modo muy especialmente preferente en el intervalo de 60 mm a 100 mm. La capa intermedia permeable a gases puede estar  
30 prevista esencialmente en paralelo al área de catalizador de configuración superficial en el reactor. En este caso, la capa intermedia permeable a gases y el catalizador de configuración superficial en el reactor forman preferentemente un ángulo en el intervalo de  $-10^\circ$  a  $+10^\circ$ , de modo especialmente preferente  $-5^\circ$  a  $+5^\circ$ .

La capa intermedia permeable a gases puede estar configurada, a modo de ejemplo, en forma de un vellón, tejido o una espuma, pudiendo comprender esta capa uno o varios estratos. La capa intermedia puede estar constituida por  
35 cualquier material que resista las condiciones dominantes. A éstos pertenecen en especial metales, a modo de ejemplo acero, así como materiales inorgánicos, como cerámicas o vidrios minerales. Según una forma de realización preferente, la capa intermedia permeable a gases comprende al menos una red metálica dispuesta en el sentido del catalizador, y al menos una capa de lana de vidrio, a modo de ejemplo lana de cuarzo, que está prevista en el sentido de la zona de alimentación de gases. La red metálica dispuesta en la capa intermedia puede presentar  
40 preferentemente una anchura de malla nominal en el intervalo de  $1\ \mu\text{m}$  a  $200\ \mu\text{m}$ , de modo especialmente preferente en el intervalo de  $5\ \mu\text{m}$  a  $100\ \mu\text{m}$ . La anchura de malla nominal se puede determinar, a modo de ejemplo, con el ensayo de burbujas de gas (bubble point test) según la norma ISO 4003. La red metálica puede estar configurada, a modo de ejemplo, como tejido o malla, que se forman a partir de hilo metálico. A éstos pertenecen, a modo de  
45 ejemplo, tejidos trenzados o tejidos trenzados sólidos. El grosor de capas de lana de vidrio se puede situar preferentemente en el intervalo de 0,5 cm a 10 cm, de modo especialmente preferente en el intervalo de 1 cm a 5 cm. En este caso, las redes metálicas y las capas de lana de vidrio pueden estar encerradas en dos chapas perforadas, que presentan, a modo de ejemplo, un diámetro de orificio en el intervalo de 1 mm a 100 mm, de modo especialmente preferente de 5 mm a 40 mm.

Una vez los gases de eductos han pasado por la capa intermedia permeable a gases, éstos circulan sobre un catalizador. Los catalizadores empleables para la obtención de HCN según el procedimiento de Andrussov son conocidos generalmente, y se describen, a modo de ejemplo, en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, volumen 8, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim 1987.

En general, los catalizadores comprenden al menos un metal noble, en especial un metal del grupo de platino. Al grupo de platino pertenecen en especial platino, paladio, iridio, osmio y rodio, siendo especialmente preferente el empleo de platino. Estos metales se pueden emplear por separado o como mezcla. De este modo, en especial se  
55 pueden emplear aleaciones, que contienen platino y rodio.

De modo preferente, el catalizador puede presentar configuración superficial en el reactor, estando dispuesta el área preferentemente de modo que este área se inunde en lo esencial perpendicularmente por el gas. Este ángulo de circulación se sitúa preferentemente en el intervalo de 70° a 110°, y de modo especialmente preferente en el intervalo de 80° a 100°. De modo preferente, el catalizador de configuración superficial puede estar dispuesto esencialmente en paralelo a los elementos de inserción en forma de placas, que sirven para el entremezclado de gases. El ángulo formado por estos planos se puede situar, a modo de ejemplo, en el intervalo de -10° a +10°. Estos valores se refieren a la capa en forma de placa, que presenta la distancia mínima con la capa de catalizador.

El catalizador configurado superficialmente en el reactor puede estar previsto, a modo de ejemplo, en forma de redes, a modo de ejemplo mallas de alambre, tejidos de alambre o rejillas, láminas metálicas perforadas o espumas metálicas. Preferentemente, en especial se emplean redes que contienen platino. En este caso se pueden emplear una, dos, tres, cuatro o más redes. Las formas preferentes de realización de disposiciones de catalizador conocidas se describen, entre otros, en los documentos EP-A-0 680 767, EP-A-1 358 010, WO 02/062466 y WO 01/80988.

El catalizador se dispone en general sobre una capa. Esta capa se puede elaborar, a modo de ejemplo, a partir de metal o a partir de un material cerámico, siendo preferentes materiales cerámicos. Estas capas se describen, entre otros, en los documentos EP-A-0 680 787, EP-A-1 358 010, EP-A-1 307 401, WO 02/062466 y WO 01/80988.

A modo de ejemplo, el catalizador se puede aplicar sobre una capa que se obtiene a partir de cerámica. La capa cerámica puede presentar preferentemente una estructura de varios estratos, comprendiendo la capa una capa cerámica superior, que está prevista en el sentido del catalizador, y una capa cerámica inferior. La capa cerámica superior puede presentar, a modo de ejemplo, canales de circulación con diámetro más reducido que la capa de cerámica inferior, que está prevista en el sentido de la descarga de productos de reacción. El diámetro de los canales de circulación de la capa de cerámica superior se puede situar, a modo de ejemplo, en el intervalo de 2 mm a 20 mm, preferentemente 4 mm a 12 mm, mientras que el diámetro de los canales de circulación de la capa de cerámica inferior se puede situar en el intervalo de 10 mm a 30 mm, preferentemente 12 mm a 24 mm. El diámetro de los canales de circulación representa un valor medio que se puede determinar mediante medida (calibrado) de un número de canales suficientemente grande desde el punto de vista estadístico, y subsiguiente cálculo del valor medio. La capa de cerámica se puede obtener en especial a partir de cerámicas de  $Al_2O_3$  o cerámicas de silicato de Al con una fracción de  $Al_2O_3$  -Anteil mayor que un 85 %. Según una forma especialmente conveniente de realización del reactor, entre el catalizador y la capa de cerámica puede estar prevista una red metálica, obteniéndose esta red metálica a partir de un material que resiste las condiciones de temperatura dominantes. De modo especialmente preferente, esta red metálica se puede obtener a partir de acero o una aleación de acero, a modo de ejemplo a partir de Mat. 1.4767, o bien Kanthal.

Según otra forma de realización del reactor según la invención, el catalizador puede descansar sobre una capa que comprende al menos una red soporte metálica, que está aplicada sobre una reja soporte de metal. La capa puede comprender preferentemente una, dos, tres, cuatro o más redes soporte. En este caso, la red soporte puede presentar, a modo de ejemplo, una anchura de malla en el intervalo de 1 mm a 50 mm. La red soporte, así como la reja soporte, se pueden obtener preferentemente a partir de acero o una aleación de acero, a modo de ejemplo a partir de Mat. 1.4767, o bien Kanthal o Inconel 600, Mat. 2.4816, debiendo ser estos materiales estables en las condiciones de temperatura dominantes en cada caso.

La reja soporte se puede fijar al fondo de la caldera de reactor, pudiéndose configurar la reja soporte de modo que el catalizador superficial presente una distancia al fondo de la caldera de reactor provisto de orificios que se sitúa en el intervalo de 50 mm a 300 mm.

De modo conveniente, directamente sobre el catalizador se puede aplicar una capa constituida por un material cerámico. Esta capa se puede presentar en forma de uno o varios tejidos cerámicos o de una espuma cerámica.

La caldera de reactor puede presentar un fondo con uno o varios orificios, a través del cual se descargan los productos de reacción de la caldera de reactor. En este caso, el fondo de la caldera de reactor se puede formar también a través de la descarga de productos de reacción. Según una realización preferente del reactor según la invención, la descarga de productos de reacción puede comprender haces de tubos que están configurados en forma de intercambiadores de calor. En este caso, los haces de tubos pueden estar protegidos ante la acción térmica con elementos cerámicos (casquillos) en la proximidad de la caldera de reactor.

El reactor según la invención puede contener otros componentes, en especial un componente para el inicio de la reacción catalítica. A éstos pertenecen en especial bengalas de hidrógeno, electrodos de ignición, o las instalaciones presentadas en el documento EP-B-1 001 843.

5 En la figura 1 se representa una forma preferente de realización de un reactor según la invención. El reactor (1) comprende una caldera de reactor (2), una alimentación de gas (3), que desemboca en una zona de alimentación de gas (4), así como una descarga de los productos de reacción (5). Entre la zona de alimentación de gas (4) y el catalizador (6) están previstos un elemento de mezclado (7), así como una capa intermedia permeable a gas (8). En esta forma de realización específica, el elemento de mezclado (7) está realizado en un diseño disco-donut, estando previstos anillos o discos alternantes. Los anillos presentan orificios en el centro del reactor, y pueden estar en contacto con la caldera de reactor. Los discos están previstos como placas planas, formándose orificios mediante un espacio intermedio entre discos y caldera de reacción.

10 La capa intermedia impermeable a gases (8) comprende una red metálica (9), que presenta preferentemente una anchura de malla en el intervalo de 1  $\mu\text{m}$  a 200  $\mu\text{m}$ , de modo especialmente preferente 5  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ , y una capa de lana de vidrio (10), que puede presentar, a modo de ejemplo, un grosor en el intervalo de 0,5 a 10 cm, preferentemente 1 cm a 5 cm. Las chapas perforadas (11) se pueden emplear para la fijación de estos elementos, pudiendo presentar las chapas perforadas un diámetro de orificio en el intervalo de 1 mm a 100 mm, de modo especialmente preferente 5 mm a 40 mm.

15 Según la presente forma de realización, la caldera de reactor (2) presenta un revestimiento interno (12) de un material resistente al calor a partir de la capa intermedia (8), visto en el sentido de circulación del gas.

20 Una vez el gas ha pasado por la capa intermedia (8), el gas se pone en contacto con el catalizador (6), que está configurado en forma de una superficie. La modificación representada en la figura 1 presenta una capa de un material cerámico (13), que está colocada directamente sobre el catalizador (6) para su fijación. En la forma de realización representada, el catalizador (6) descansa sobre una capa (14) que se elabora a partir de cerámica en el presente caso. La capa de cerámica puede presentar convenientemente una estructura de dos capas, comprendiendo la capa (14) de cerámica una capa de cerámica superior (15) y una capa de cerámica inferior (16).

25 A continuación, los productos de reacción se descargan de la caldera de reactor a través de la salida (5). La presente forma de realización comprende en especial haces de tubos (20) que están configurados en forma de intercambiadores de calor, estando protegidos los haces de tubos (20) ante la acción térmica con elementos cerámicos, como por ejemplo casquillos insertables (21), en la proximidad de la caldera de reactor.

30 Seguidamente, bajo referencia a la figura 2, se describe una segunda forma de realización del reactor (1), que se asemeja esencialmente a la primera forma de realización, de modo que a continuación se aborda únicamente las diferencias, empleándose los mismos signos de referencia para piezas iguales, y siendo válida correspondientemente la anterior descripción.

Al igual que la primera forma de realización, también el reactor representado en la figura 2 presenta una caldera de reactor (2), una alimentación de gas (3), que desemboca en la zona de alimentación de gas (4), una descarga de productos de reacción (5), un catalizador (6), un elemento de mezclado (7), así como una capa intermedia permeable a gases (8).

35 A diferencia de la anterior forma de realización, la modificación representada en la figura 2 comprende una red metálica (17), que está prevista entre el catalizador (6) y la capa (14) de cerámica. De este modo se puede acrecentar sorprendentemente la efectividad del reactor.

40 A continuación, bajo referencia a la figura 3, se describe una tercera forma de realización del reactor (1), que se asemeja esencialmente a la primera forma de realización, de modo que a continuación se aborda únicamente las diferencias, empleándose los mismos signos de referencia para piezas iguales, y siendo válida correspondientemente la anterior descripción.

45 Al igual que la primera forma de realización, también el reactor representado en la figura 3 presenta una caldera de reactor (2), una alimentación de gas (3), que desemboca en una zona de alimentación de gas (4), una descarga de productos de reacción (5), un catalizador (6), un elemento de mezclado (7), así como una capa intermedia permeable a gases (8).

A diferencia de la forma de realización que se representa en la figura 1, la modificación representada en la figura 3 comprende una capa (14), que es elaborada a partir de metal. La capa (14) de metal comprende en especial una red soporte metálica (18), que está apoyada por una reja soporte (19) de metal. La red soporte (18) puede presentar una anchura de malla en el intervalo de 1 mm a 50 mm.

50 La reja soporte (19) está apoyada con los pies sobre los elementos cerámicos (21), que protegen los haces de tubos (20) ante la acción térmica, o sobre el fondo de los haces de tubos (20), que sirven como cambiador de calor. La

distancia entre red de catalizador (6) y el fondo de los haces de tubos (20) puede ascender, a modo de ejemplo, a 50 mm hasta 300 mm.

El reactor se puede emplear en especial para la obtención de cianuro de hidrógeno (HCN) según el procedimiento de Andrussov. Estos procedimientos son conocidos en sí y se explican más detalladamente en el estado de la técnica expuesto con anterioridad.

Para la obtención de HCN se emplea preferentemente un gas que contiene metano. Habitualmente se puede emplear cualquier gas con una fracción de metano suficientemente elevada. La fracción de metano asciende preferentemente al menos a un 80 % en volumen, de modo especialmente preferente al menos un 88 % en volumen. Además de metano, en el gas de eductos se puede emplear también gas natural. En este caso se entiende por gas natural un gas que contiene al menos un 82 % en volumen de metano.

Por lo demás, para la obtención de HCN según el procedimiento de Andrussov se emplea un gas que contiene oxígeno, pudiéndose emplear oxígeno o una mezcla de nitrógeno-oxígeno. En este caso, la fracción volumétrica de oxígeno respecto al volumen total de nitrógeno y oxígeno ( $O_2 / (O_2 + N_2)$ ) se emplea en el intervalo de 0,2 a 1,0 (vol./vol). A modo de ejemplo se puede emplear aire como gas que contiene oxígeno.

Según un aspecto preferente de la presente invención, la fracción volumétrica de oxígeno respecto al volumen total de nitrógeno y oxígeno ( $O_2 / (O_2 + N_2)$ ) se sitúa en el intervalo de 0,25 a 1,0 (vol./vol.). Según un aspecto especial, esta fracción se puede situar preferentemente en el intervalo de más de 0,4 a 1,0. Según otro punto de vista de la presente invención, la fracción volumétrica de oxígeno respecto al volumen total de nitrógeno y oxígeno ( $O_2 / (O_2 + N_2)$ ) se puede situar en el intervalo de 0,25 a 0,4.

La proporción molar de metano respecto a amoníaco ( $CH_4/NH_3$ ) en la mezcla de gas de eductos se puede situar preferentemente en el intervalo de 0,95 a 1,05 mol/mol, de modo especialmente preferente en el intervalo de 0,98 a 1,02.

La temperatura de reacción se sitúa preferentemente entre 950°C y 1200°C, preferentemente entre 1000°C y 1150°C. La temperatura de reacción se puede ajustar a través de la fracción de diferentes gases en la corriente de gases de eductos, a modo de ejemplo a través de la proporción de  $O_2/NH_3$ . En este caso, la composición de la mezcla de gases de eductos se ajusta de modo que el gas de eductos se sitúa fuera del intervalo de concentración de mezclas inflamables. La temperatura de la red de catalizador se mide por medio de un termoelemento o por medio de un pirómetro de radiación. Como punto de medida del pirómetro de radiación sirve un punto libre del catalizador incandescente. Para la medida con un termoelemento, el punto de medida, visto en el sentido de circulación de los gases, se puede encontrar tras la red de catalizador a una distancia de aproximadamente 0-10 cm.

La proporción molar de oxígeno respecto a amoníaco ( $O_2/NH_3$ ) se sitúa preferentemente en el intervalo de 0,7 a 1,25 (mol/mol).

De modo preferente, la mezcla de gases de eductos se puede calentar previamente a un máximo de 150°C, de modo especialmente preferente a un máximo de 120°C.

La velocidad de circulación con la que se conduce el gas de eductos al catalizador se puede situar en un amplio intervalo. Según una modificación preferente del procedimiento según la invención, el gas de eductos se puede conducir al catalizador con una velocidad en el intervalo de 0,5 a 5 m/s, de modo especialmente preferente 0,8 a 2,5 m/s. La velocidad de circulación indicada se refiere a la sección transversal de la sección de reactor, y considera las condiciones de funcionamiento (presión, temperatura) de la mezcla de gases de eductos. Ya que la sección transversal del reactor se puede modificar, estos datos se refieren a la sección transversal promedio del reactor entre el elemento de mezclado y la capa intermedia permeable a gases.

A continuación se debe explicar la presente invención por medio de ejemplos, sin que se deba efectuar una limitación de este modo.

#### Ejemplos

Los resultados de los ejemplos descritos a continuación se hallaron en un aparato de ensayo constituido por una unidad de dosificación con reguladores de flujo másico térmicos para los gases de eductos empleados (metano, amoníaco, aire), una calefacción eléctrica para el calentamiento previo de los gases de eductos a 100°C, así como una caldera de reactor con un diámetro interno de 100 mm. En la caldera de reactor se sometieron a ensayo diversos elementos de inserción.

Ejemplo 1:

5 La alimentación de gas se efectúa desde arriba en la caldera de reactor. El orificio de alimentación tiene un diámetro de 25 mm. Por debajo de la zona de alimentación se encuentra un elemento de mezclado constituido por una disposición alternante de discos y anillos, que están instalados a una distancia de 10 mm en paralelo. Los discos fijados en posición centrada poseen un diámetro de 93 mm. Por consiguiente, la ranura libre en la zona marginal asciende a 3,5 mm. Los anillos ocupan el diámetro interno total (100 mm) y poseen un orificio circular en el centro con un diámetro de 40 mm. En el sentido de circulación están dispuestos los elementos disco-anillo-disco-anillo-disco.

10 El elemento de mezclado se cierra con un deflector marginal (placa de desvío) en forma de un anillo de 10 mm de anchura. Aproximadamente 10 mm por debajo del anillo está instalada una capa permeable a gases. Esta incorporación está constituida por dos chapas perforadas (diámetro externo 100 mm, diámetro de orificio: 5 mm) entre las que está ubicado un tejido trenzado metálico con una anchura de malla nominal de 80  $\mu\text{m}$ , y sobre ésta una capa de lana mineral de aproximadamente 6 mm de grosor.

15 A distancia de 30 mm por debajo de la capa permeable a gases está instalado el catalizador constituido por 6 capas de una red de catalizador de Pt/Rh10 (1024 mallas/cm, 0,076 mm de grosor de alambre). Las redes de catalizador se sujetan por una reja de apoyo metálica con 10 mm de anchura de malla y 2 mm de grosor de alambre, y están introducidas en la zona marginal en masa de sellado de Nefalit (mezcla de Si-fibras cerámicas). La reja de apoyo descansa sobre una capa cerámica con canales de circulación con 6 mm de diámetro. Por debajo de la capa cerámica, el gas de reacción entra en un cambiador de calor de haz de tubos, en el que se enfría el gas de reacción a aproximadamente 200°C.

20

Ejemplo 2:

Como el ejemplo 1, pero el catalizador de red de Pt descansa directamente sobre la capa cerámica sin reja de apoyo metálica.

Ejemplo 3:

25 Como el ejemplo 1, pero con un elemento de mezclado en el que están dispuestos los elementos disco-anillo-disco en el sentido de circulación.

Ejemplo 4:

30 Como el ejemplo 3, pero con un elemento de mezclado constituido por 2 chapas perforadas con un diámetro de 100 mm y con orificios de 5 mm de diámetro. Ambos discos perforados están dispuestos en paralelo a una distancia de 20 mm.

Ejemplo comparativo 1:

Como el ejemplo 4, pero sin elemento de mezclado. La mezcla de gases circulante incide directamente sobre la capa permeable a gases.

Ejemplo comparativo 2:

35 Como el ejemplo comparativo 1, pero sin capa permeable a gases. La mezcla de gases circulante incide directamente sobre las redes de catalizador descritas.

Tras la caldera de reactor, el gas de reacción se enfrió aproximadamente a 200°C en un haz de tubos, y se alimentó a un lavador de HCN conectado a continuación para la neutralización de HCN formado con disolución de NaOH.

40 El gas de reacción se analizó online en un GC. Para el balance de la cantidad de HCN formada se pesó adicionalmente la disolución de NaCN descargada, y se determinó el contenido en CN<sup>-</sup> en la descarga del lavador de HCN mediante titración argentométrica.

Todos los ensayos se llevaron a cabo con una corriente volumétrica de gases de eductos constante de aproximadamente 25 Nm<sup>3</sup>/h y composiciones de gases de eductos iguales, ascendiendo la corriente volumétrica de aire aproximadamente a 18,2 Nm<sup>3</sup>/h, la corriente volumétrica de NH<sub>3</sub> aproximadamente a 3,35 Nm<sup>3</sup>/h, y la corriente

volumétrica de metano aproximadamente a 3,27 Nm<sup>3</sup>/h. La temperatura de gases de eductos ascendía en todos los ensayos a 100°C. La tabla 1 muestra los resultados obtenidos.

Tabla 1

	Rendimiento en HCN [kg/h]	Rendimiento en HCN referido a NH <sub>3</sub> [%]	Rendimiento en HCN referido a metano [%]	Concentración de HCN en el gas de reacción [% en volumen]
Ejemplo 1	2,76	67,8	69,9	7,81
Ejemplo 2	2,67	65,8	67,6	7,63
Ejemplo 3	2,58	64,67	65,46	7,40
Ejemplo 4	2,61	64,25	65,42	7,15
Ejemplo comparativo 1	2,37	58,69	59,95	6,43
Ejemplo comparativo 2	2,11	52,41	53,86	5,77

- 5 Las formas de realización del reactor según la invención (ejemplos 1 – 4) muestran resultados significativamente mejorados respecto a la potencia del reactor y al rendimiento. La concentración de HCN más elevada en el gas de reacción posibilita además un aislamiento de HCN en el proceso de elaboración más ventajoso desde el punto de vista energético.

## REIVINDICACIONES

- 5 1.- Reactor (1) para la obtención de cianuro de hidrógeno según el procedimiento de Andrussow, que comprende una caldera de reactor (2), al menos una alimentación de gas (3), que desemboca en una zona de alimentación de gas (4), una descarga de productos de reacción (5) y un catalizador (6), caracterizado por que dentro de la caldera de reactor (2), entre la zona de alimentación de gas (4) y el catalizador (6), están previstos al menos un elemento de mezclado (7), así como al menos una capa intermedia permeable a gases (8), estando dispuesto el elemento de mezclado (7) entre la zona de alimentación de gas (4) y la capa intermedia permeable a gases (8),
- 10 y por que la capa intermedia permeable a gases (8) comprende al menos una red metálica (9) dispuesta en el sentido del catalizador (6), y una capa de lana de vidrio o lana de cuarzo (10), que está dispuesta en el sentido de la zona de alimentación de gas (4).
- 2.- Reactor según la reivindicación 1, caracterizado por que el elemento de mezclado (7) contiene placas, preferentemente placas densas, que presentan un área que corresponde al menos a un 40 % del área de sección transversal del reactor.
- 15 3.- Reactor según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que las placas están dispuestas en forma de capas, comprendiendo el elemento de mezclado (7) al menos 3 capas en placas, ascendiendo la distancia de placas preferentemente a 1 cm hasta 100 cm.
- 20 4.- Reactor según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el catalizador (6) presenta configuración superficial en el reactor, estando dispuesta el área de modo que el área se inunda por el gas en un ángulo de 70 a 110°, comprendiendo el catalizador (6) preferentemente al menos una red, que contiene platino.
- 5.- Reactor según al menos una de las reivindicaciones 2 a 4, caracterizado por que el catalizador (6) de configuración superficial en el reactor y las placas que están contenidas en el elemento de mezclado (7), y/o la capa intermedia permeable a gases (8) y el catalizador (6) de configuración superficial en el reactor forman un ángulo que se sitúa en el intervalo de -10° a +10°.
- 25 6.- Reactor según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que a través de la capa intermedia permeable a gases (8) se genera un descenso de presión que se sitúa en el intervalo de 5 a 100 mbar, medido por medio de manómetro tubular en U a una velocidad de circulación de la mezcla de gases de eductos de 1,5 m/s y/o por que la capa intermedia permeable a gases (8) comprende al menos una red metálica (9) dispuesta en el sentido del catalizador (6) y una capa de lana de vidrio (10), que está dispuesta en el sentido de la zona de alimentación de gas (4), presentando la red metálica (9) dispuesta en la capa intermedia preferentemente una anchura de malla nominal en el intervalo de 1 μm a 200 μm, de modo especialmente preferente en el intervalo de 5 μm a 100 μm.
- 30 7.- Reactor según la reivindicación 6, caracterizado por que la red metálica (9) y la capa de lana de vidrio (10) están encerradas entre dos chapas perforadas (11).
- 35 8.- Reactor según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la distancia entre la capa intermedia permeable a gases (8) y el catalizador de configuración plana en el reactor (6) asciende al menos a 30 mm.
- 40 9.- Reactor según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la caldera de reactor (2) presenta un revestimiento interno (12) constituido por un material resistente al calor, visto en el sentido de circulación del gas a partir de la capa intermedia (8).
- 10.- Reactor según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, directamente sobre el catalizador (6), está aplicada una capa de un material cerámico (13) y/o por que el catalizador (6) descansa sobre una capa (14), que se obtiene a partir de cerámica, presentando la capa (14) de cerámica preferentemente una capa de cerámica superior (15) y una capa de cerámica inferior (16).
- 45 11.- Reactor según la reivindicación 10, caracterizada por que entre el catalizador (6) y la capa (14) de cerámica está prevista una red metálica (17).
- 12.- Reactor según al menos una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por que el catalizador (6) descansa sobre una capa (14) que comprende al menos una red soporte metálica (18), que está aplicada sobre una reja

soporte (19) de metal, presentando la red soporte (18) preferentemente una anchura de malla en el intervalo de 1 mm a 50 mm.

5 13.- Reactor según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la salida de productos de reacción (5) comprende haces de tubos (20) que están configurados en forma de intercambiadores de calor, estando protegidos los haces de tubos (20) ante la acción térmica, preferentemente en la proximidad de la caldera de reactor, con elementos cerámicos (21).

14.- Procedimiento para la obtención de HCN según el procedimiento de Andrussow, caracterizado por que se emplea un reactor según las reivindicaciones 1 a 13.

10 15.- Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado por que la temperatura del gas en la zona del elemento de mezclado asciende a lo sumo a 150°C.



Figura 2

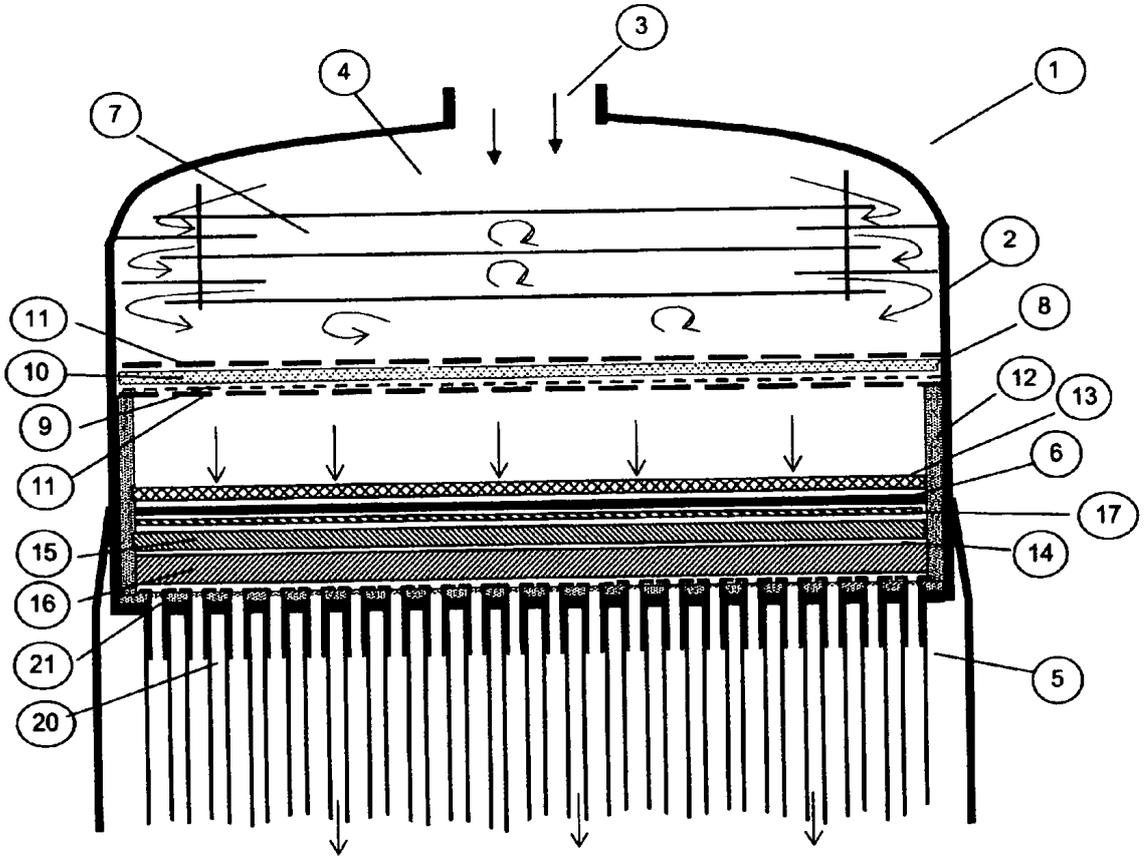


Figura 3

