

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 735 508**

51 Int. Cl.:

**C01B 21/20** (2006.01)  
**B01J 8/00** (2006.01)  
**B01J 8/02** (2006.01)  
**B01J 19/00** (2006.01)  
**B01J 12/00** (2006.01)  
**B01J 15/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.12.2009 PCT/EP2009/008553**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.06.2010 WO10063448**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.12.2009 E 09767960 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.05.2019 EP 2373578**

54 Título: **Dispositivo y procedimiento para reacciones catalíticas en fase gaseosa así como su uso**

30 Prioridad:

**02.12.2008 DE 102008059930**

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

**19.12.2019**

73 Titular/es:

**THYSSENKRUPP INDUSTRIAL SOLUTIONS AG  
(100.0%)  
ThyssenKrupp Allee 1  
45143 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**SCHWEFER, MEINHARD;  
GROVES, MICHAEL;  
FUCHS, JÜRGEN;  
MAURER, RAINER;  
SIEFERT, ROLF y  
HÜNDGEN, BERNHARD**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

ES 2 735 508 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

Dispositivo y procedimiento para reacciones catalíticas en fase gaseosa así como su uso

5 La presente invención se refiere a reactores mejorados para reacciones catalíticas en fase gaseosa y a procedimientos que van a realizarse con ello, en particular procedimientos de oxidación mejorados, tal como procedimientos para la oxidación de amoníaco, que pueden usarse por ejemplo como componentes en la preparación de caprolactama o en particular de ácido nítrico.

10 En la realización de reacciones catalíticas en fase gaseosa se libera en muchos casos calor de reacción. Éste puede llegar a la sección del reactor que se encuentra delante de la zona de reacción, por ejemplo mediante conducción de calor a través de las paredes del reactor calentadas, mediante convección mediada por remolino que se mueve en dirección a contracorriente de los gases de reacción o mediante radiación térmica. Como consecuencia de este transporte de calor puede calentarse mucho el gas de producto de partida ya antes de alcanzar la zona de reacción,  
15 de modo que antes de alcanzar esta zona las consecuencias son ya reacciones secundarias indeseadas o reacciones previas que se desarrollan de manera incontrolada.

Un ejemplo de una reacción en fase gaseosa exotérmica realizada industrialmente a gran escala es la preparación de ácido nítrico ("HNO<sub>3</sub>"). Ésta se realiza a escala industrial en general según el procedimiento de Ostwald mediante oxidación catalítica de amoníaco en catalizadores de platino/rodio. A este respecto se oxida amoníaco ("NH<sub>3</sub>") de manera muy selectiva para dar monóxido de nitrógeno ("NO"), que entonces en el transcurso del proceso posterior se oxida para dar dióxido de nitrógeno ("NO<sub>2</sub>") y finalmente se hace reaccionar con agua en una torre de absorción para dar HNO<sub>3</sub>. Los catalizadores de Pt/Rh están formados como redes delgadas y están fijados en un quemador sobre superficie ancha. Las dimensiones habituales para estas redes se encuentran en el intervalo de 0,5-5 m de diámetro. El grosor del empaquetamiento de red asciende habitualmente, dependiendo del número de redes usadas,  
20 a de pocos milímetros a como máximo 2 centímetros.

A través de las redes fluye una mezcla que contiene oxígeno y amoníaco. La composición de esta mezcla se regula mediante dilución de modo que el límite de explosión inferior quede por debajo siempre a una distancia segura para evitar el riesgo de una explosión o deflagración – también en aparatos y conductos delante de las redes. En la preparación de ácido nítrico y en algunos procedimientos para la preparación de caprolactama sirven como agentes de dilución los componentes inertes del aire, sobre todo nitrógeno, es decir, se mezclan el aire atmosférico y el amoníaco, de modo que se producen mezclas normalmente con aproximadamente el 8 – 12 % de amoníaco. De manera condicionada por la exotermia de las reacciones en las redes se ajusta allí una temperatura en el intervalo de aproximadamente 800 °C – 950 °C. Se conocen sin embargo también procedimientos para la preparación de monóxido de nitrógeno y de sulfato de hidroxilamina como productos intermedios en la preparación de caprolactama, en los que se oxida amoníaco de manera catalítica con oxígeno y la mezcla de amoníaco/oxígeno se mezcla con vapor de agua y así se diluye (véanse para ello los documentos GB-A-1.139.849 y RU-A-2.127.222).  
30

40 El gas de reacción caliente se enfría a continuación en un intercambiador de calor, en el que se genera vapor o se calienta gas de proceso.

El motivo de la geometría de catalizador seleccionada de gran diámetro con muy baja altura de las redes es que la oxidación de NH<sub>3</sub>, debido a la posible reacción secundaria del NO, debe realizarse por un lado con un tiempo de permanencia muy bajo y por otro lado que la pérdida de presión provocada por el flujo a través de las redes así como la carga mecánica de las redes debe mantenerse lo más baja posible. Así se realiza el flujo de través de las redes en el caso de la producción de HNO<sub>3</sub> industrial con velocidad lineal relativamente baja dependiendo del intervalo de presión en el intervalo de aproximadamente 0,4 - 1,0 m/s en condiciones atmosféricas, de aproximadamente 1 - 3 m/s en caso de oxidación con presión media en el intervalo de 3 - 7 bar abs y de aproximadamente 2 - 4 m/s en caso de oxidación con alta presión en el intervalo de 8 - 12 bar abs, pudiéndose entender las indicaciones de velocidad como velocidades en espacio vacío para el gas calentado mediante el calor de reacción. En el caso de un flujo demasiado rápido puede extinguirse la reacción en las redes de Pt/Rh mediante la acción refrigerante del flujo de gas que entra (fenómeno "blow-out").  
45

55 El límite inferior de la velocidad de flujo para la mezcla de amoníaco-oxígeno-sustancia inerte está marcado por la velocidad de la llama de una posible combustión de amoníaco térmica, de modo que se excluya en cualquier caso un retorno de llama de la reacción activada en el catalizador en el espacio de gas libre delante del lecho de catalizador.

60 Además de los catalizadores de red clásicos se describe en la bibliografía científica y de patente también el uso de catalizadores de metal no noble a base de óxidos de metal de transición para la oxidación de amoníaco. Éstos pueden usarse o bien por sí solos o también en combinación con redes de Pt/Rh.

Un resumen con respecto a esto se encuentra por ejemplo en Sadykov *et al.*, Appl. Catal. General A: 204 (2000) 59-87. La fuerza impulsora para el uso de catalizadores de metal no noble es el ahorro de metales nobles, en particular de platino. Los catalizadores de metal noble se consumen concretamente durante la oxidación de amoníaco y deben  
65

así intercambiarse, dependiendo de la carga de las redes, en intervalos de aproximadamente tres meses hasta un año, lo que origina costes considerables.

Habitualmente se atraviesan los catalizadores a base de óxidos de metal de transición al igual que también los catalizadores de red de Pt/Rh con velocidades de flujo relativamente bajas. Por tanto, esto es necesario en este caso en particular para no extinguir de nuevo la oxidación de amoníaco activada antes en los catalizadores. Los catalizadores a base de óxidos de metal de transición son concretamente por regla general menos activos que los catalizadores de metal noble y presentan en comparación con éstos una temperatura de arranque claramente más alta como también una temperatura de extinción más alta.

En el documento WO-A-99/25.650 se describen medidas de cómo puede reducirse la temperatura "blow-out" mediante el uso de pellets de catalizador de grano muy fino, que se han colocado en los denominados cartuchos ("cartridges"), sin que a este respecto pueda aumentar demasiado la pérdida de presión.

En la oxidación catalítica de amoníaco existe además siempre el problema de que se inflama amoníaco antes del contacto con el verdadero catalizador de oxidación, por ejemplo en paredes del tubo calientes y a este respecto se quema de manera no selectiva para dar  $N_2$  y  $H_2O$  o también  $N_2O$ .

En el documento EP-A-1.028.089 se ha descrito que mediante reflexión de la combustión de amoníaco en módulos distribuidores para la alimentación de la mezcla de  $NH_3$ /aire puede llegarse al calentamiento de estos módulos, de manera que se oxida una parte del  $NH_3$  que entra en la superficie de estos módulos para dar  $N_2O$ .

El documento US-A-5.266.291 describe un reactor que presenta en la zona de entrada – denominado allí zona de mezclado – un empaquetamiento de material inerte. En la zona de mezclado puede inyectarse un medio de refrigeración, por ejemplo agua, para reducir las temperaturas en la zona de mezclado. Como alternativa o adicionalmente puede enfriarse la camisa del reactor en la zona de mezclado con agua. Además, este documento describe la posibilidad de que pueda rodearse también la mezcla de reacción con una camisa de refrigeración y que también pueda inyectarse agua en la zona de reacción para disminuir la temperatura en ésta y reducir de esta manera el riesgo de reacciones no controladas. En el reactor se introducen distintos flujos de gas en la zona de mezclado, que se mezclan en el empaquetamiento allí existente y se alimentan entonces a la zona de reacción. Además de la función como mezclador, el empaquetamiento impide también aún la producción de explosiones.

El documento EP-A-334.710 describe un reactor que está constituido por una pared de acero. Ésta está dotada en el lado interior del reactor de un revestimiento de hormigón refractario y éste a su vez se cubre en el lado interior por una envoltura de mullita. Estas medidas están previstas para poder realizar las reacciones en fase gaseosa con alta presión. El reactor descrito en este documento presenta en la zona de entrada – denominada allí zona de dispersión – igualmente un apilamiento así como dos entradas para la introducción de los distintos gases de producto de partida. También en este reactor se introducen distintos flujos de gas en la zona de dispersión, que se mezclan en el empaquetamiento allí existente y se alimentan entonces a la zona de reacción. Además de la función como mezclador, el empaquetamiento impide también en este caso aún la producción de explosiones.

Además puede remitirse al documento WO 2008/148487 o bien CL 2008/001646, y Thiemann *et al.*, Nitric Acid, Nitrous Acid, and Nitrogen Oxides, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 2000.

El problema de la ignición previa de  $NH_3$  es importante en particular con las altas concentraciones de  $NH_3$ , técnicamente relevantes del 8-12 % en volumen, dado que en este caso mediante la exotermia de la reacción puede mantenerse la propia combustión e incluso puede reforzarse.

Además de la verdadera temperatura de ignición, es decir de la temperatura de superficie crítica, por encima de la cual puede producirse una descomposición de  $NH_3$ , es decisivamente importante por tanto también el transporte del calor que se libera mediante la descomposición de  $NH_3$ .

Este transporte pasa a ser mejor cuanto más rápido fluye el flujo de gas cargado con amoníaco a través de las superficies (acción de refrigeración) y cuanto más frío está éste. Además se acorta el tiempo de permanencia del flujo de gas de producto de partida antes del contacto con el catalizador y con ello el tiempo de reacción de la posible reacción previa no selectiva.

En el caso de la preparación industrial de  $HNO_3$  mediante oxidación de amoníaco a través de redes de Pt/Rh, la baja temperatura de encendido de los catalizadores de Pt/Rh altamente activos permite una temperatura de entrada relativamente baja de aprox. 200 °C. De esta manera, la ignición previa de amoníaco a pesar de las bajas velocidades de flujo no representa ningún obstáculo para la realización industrial del procedimiento.

Con el uso de catalizadores con actividad catalítica más baja debe trabajarse sin embargo a temperaturas más altas (calentamiento previo) de la mezcla de gas de producto de partida o con velocidades de flujo más bajas o preferentemente con una combinación de ambas medidas. En estas condiciones aumenta el riesgo de una inflamación previa de amoníaco.

Ciertos ensayos con catalizadores de tipo panal, que en comparación con las redes de platino presentan una sección transversal más pequeña y una profundidad más grande del lecho de catalizador, han mostrado ahora que la selectividad de la formación del  $\text{NO}_x$  deseado es solo muy baja con bajas velocidades de flujo de la mezcla de gas de producto de partida. Por consiguiente se cuestiona la rentabilidad de un procedimiento de este tipo. Este efecto podría compensarse teóricamente mediante aumento de la velocidad de flujo de la mezcla de gas de producto de partida. Sin embargo en la práctica se establecen límites a un aumento de las velocidades de flujo, dado que se produce un aumento desproporcionado de la pérdida de presión y además se consigue probablemente solo una conversión incompleta del amoníaco.

En otras reacciones de fase gaseosa exotérmicas accionadas de manera industrial, tal como por ejemplo otras reacciones de oxidación distintas de la oxidación de amoníaco, epoxidaciones o halogenaciones por radicales de hidrocarburos existen en principio los mismos problemas.

El objetivo de la presente invención es facilitar un reactor y un procedimiento para la realización de reacciones exotérmicas, catalíticas en fase gaseosa, en los que estén reducidos los riesgos de la ignición previa del gas de producto de partida usado o de la mezcla de gas de producto de partida o bien del desarrollo de reacciones secundarias indeseadas.

La presente invención se refiere a un reactor para reacciones exotérmicas, catalíticas en fase gaseosa mediante reacción de un gas de producto de partida de acuerdo con las reivindicaciones 1-12.

#### Gas de producto de partida y entrada (30)

Por "gas de producto de partida" o bien "mezcla de gas de producto de partida" ha de entenderse en el contexto de esta descripción una mezcla de gas que está constituida por varias materias químicas, de las cuales al menos una reacciona de manera deseada en la zona de reacción (2) del reactor de acuerdo con la invención, con formación de uno o varios productos deseados, no estando excluida la formación adicional de productos secundarios indeseados y que contiene al menos un agente oxidante y al menos un componente que va a oxidarse. El gas de producto de partida contiene varias materias químicas que reaccionan entre sí de manera deseada en la zona de reacción (2), concretamente al menos un compuesto que va a oxidarse, tal como amoníaco, y al menos un compuesto oxidante, tal como oxígeno, estando contenidas igualmente en el gas de producto de partida una o varias sustancias inertes para las materias que reaccionan entre sí. Como componentes inertes se prefieren especialmente las partes constituyentes el aire excepto oxígeno, sobre todo nitrógeno. El componente inerte o bien los componentes inertes sirven para quedar por debajo de manera segura de un posible límite de explosión inferior mediante dilución de las materias químicamente activas y así eliminar el riesgo de una explosión en la entrada (30), la zona de entrada (1) o la zona de reacción (2). Otro objetivo que se consigue mediante el o los componentes inertes en caso necesario, es moderar la velocidad de las reacciones que tienen lugar en la zona de reacción para evitar daños del catalizador mediante sobrecalentamiento local, o bien reducir mediante la capacidad térmica adicional de los componentes inertes el aumento de la temperatura en la zona de reacción (2) para impedir un aumento de la temperatura inadmisiblemente alta mediante las exotermias de las reacciones, que podría conducir de lo contrario a temperaturas perjudicialmente altas en partes del reactor o catalizadores.

Es característico del gas de producto de partida o bien mezcla de gas de producto de partida que ya antes o a los más tardar al entrar en la zona de entrada (1) se haya homogeneizado, es decir se haya mezclado materialmente en la medida que esto sea necesario para la realización con éxito de la reacción deseada o bien de las reacciones deseadas en la zona de reacción (2).

Esto se realiza en un aparato dispuesto en la dirección de flujo delante de la o de las entradas (30). Como alternativa a esto puede realizarse el mezclado de las materias directamente antes de la introducción en la zona de entrada (1). En la mayoría de los casos se consigue el mezclado necesario cuando las concentraciones locales en el gas de producto de partida de las materias que reaccionan entre sí en la zona de reacción presentan coeficientes de variación de  $\leq 0,1$ , preferentemente inferiores a 0,05, de manera especialmente preferente inferiores a 0,03. La realización del mezclado o bien los aparatos necesarios para ello y medidas que van a tomarse las conoce el experto. Los aparatos de este tipo para el mezclado son por ejemplo mezcladoras estáticas. En estos aparatos se conducen los gases que van a mezclarse en un canal, en el que están instalados chapas, tubos y otras formas empotrados de manera fija, que mediante la turbulencia generada durante el flujo con gas conducen a un buen mezclado. Otros ejemplos de aparatos para el mezclado son mezcladoras dinámicas. Tales aparatos contienen uno o varios elementos móviles. El movimiento se origina habitualmente mediante energía eléctrica. El movimiento conduce a la turbulencia que conduce al buen mezclado de los gases que entran.

Con el coeficiente de variación de las concentraciones locales de una materia se quiere decir la relación de la desviación estándar de las concentraciones de materia locales con respecto al valor medio de las concentraciones de materia locales. La concentración de materia puede indicarse por ejemplo en  $\text{mol/m}^3$ ,  $\text{kg/litro}$ ,  $\text{ppm}$  u otras unidades de concentración. Dado que el coeficiente de variación incluye la relación de las concentraciones, éste es adimensional y es independiente de la unidad de concentración seleccionada. El coeficiente de variación es una

escala habitual para la calidad de una mezcla o bien para la potencia de un aparato de mezcla. El coeficiente de variación ponderado conseguido de las concentraciones locales en un canal o tubo puede determinarse por ejemplo por medio de las concentraciones locales y velocidades del gas, que se determinan mediante extracción de muestras o bien medición en tubo de Pitot en un número suficiente de puntos de medición bien distribuidos por la sección transversal del canal o tubo. También puede predecirse de manera computacional el coeficiente de variación que ha de esperarse de las concentraciones de materia locales. Los proveedores de aparatos de mezcla indican habitualmente los coeficientes de variación de las concentraciones de materia que han de esperarse con sus aparatos, que se han determinado de manera computacional o mediante ensayos.

#### 10 Zona de entrada (1)

Por zona de entrada (1) ha de entenderse en el contexto de la presente descripción el espacio interior del reactor que se encuentra entre la al menos una entrada (30) para la introducción del gas de producto de partida mezclado materialmente o de la mezcla de gas de producto de partida y la zona de reacción (2). A este respecto se trata por regla general de un espacio vacío. Sin embargo puede presentar ésta también módulos funcionales, tal como dispositivos de conducción de flujo, que no sirven para el mezclado, es decir provocan un posible mezclado solo como efecto secundario adicional. Ejemplos de módulos funcionales son módulos para la homogeneización del flujo de gas por la sección transversal de la zona de entrada, tal como por ejemplo chapas deflectoras o de inversión, chapas perforadas, mallas de alambre, lamelas o rectificadores de flujo. Otros módulos funcionales posibles son dispositivos de medición, tal como por ejemplo sondas de extracción de muestras o instrumentos para la medición de presión o distribución de presión. Otros módulos funcionales posibles son módulos para el enfriamiento o calentamiento de la mezcla de gas mediante intercambio de calor con otros medios que fluyen por tubos u otros canales empotrados en la zona de entrada. Otros posibles módulos funcionales son elementos de calentamiento eléctricos, con los que se calienta la mezcla. Otros posibles módulos funcionales son dispositivos de encendido para el arranque de la reacción catalítica. Otros posibles módulos funcionales son ventiladores para el aumento de la presión de la mezcla de gas. Otros posibles módulos funcionales son turbinas para la recuperación de energía de la mezcla de gas. Puede usarse también una combinación de dos o más de estos módulos funcionales. Los dispositivos de encendido adecuados pueden generar chipas de manera piezoeléctrica o de manea inductiva o generan una alta temperatura de manera termoeléctrica. Debido a ello se genera energía de manera suficiente sobre la mezcla de gas que entra para iniciar las reacciones catalíticas. La energía puede transmitirse también de manera indirecta a la mezcla de gas, alimentándose en primer lugar solo el agente oxidante y eventualmente las sustancias inertes al reactor y se alimenta un gas fácilmente inflamable (denominado en el presente documento "gas de ignición") tal como por ejemplo hidrógeno a través de una entrada separada en el dispositivo de encendido y se provoca la ignición. La llama del gas de ignición que se inflama procedente del dispositivo de encendido calienta el catalizador hasta la temperatura de reacción necesaria. A continuación se alimenta(n) adicionalmente el (los) componente(s) que va(n) a oxidarse de la mezcla de gas al reactor. Cuando las reacciones catalíticas deseadas han comenzado, se finaliza la alimentación del gas de ignición.

Dado que el gas de producto de partida se ha mezclado bien ya antes o al entrar en la zona de entrada (1), puede prescindirse en la zona de entrada (1) de módulos para el mezclado. En particular no son necesarios empaquetamientos inertes para el mezclado o dispersión.

Es característico de la zona de entrada (1) y para la diferencia del término "entrada" (30) o bien "entradas" que sin el uso de una o varias de las medidas descritas en el presente documento para la reducción del transporte del calor producido en la zona de reacción (2) desde la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1), podrían producirse condiciones que podrían conducir a reacciones secundarias indeseadas o inflamaciones previas en la zona de entrada. La entrada (30) o entradas han de considerarse separadas de la zona de reacción (2) en tanto que ésta no tenga ninguna influencia negativa o una influencia negativa despreciable sobre las entradas.

#### 50 Zona de reacción (2)

Por zona de reacción (2) ha de entenderse en el contexto de la presente descripción el espacio interior del reactor que sigue a la zona de entrada (1) y que contiene uno o varios catalizadores para la reacción en fase gaseosa exotérmica. En la zona de reacción (2) se realiza la parte predominante de las reacciones entre los componentes de la mezcla de gas de producto de partida. El modo de posicionamiento del catalizador se realiza por el experto según criterios conocidos. Habitualmente se dispondrá el catalizador en forma de empaquetamientos, apilamientos, redes o panales.

No es forzosamente necesario que la zona de entrada (1) se separe de la zona de salida (3) espacialmente de manera exclusiva por la zona de reacción (2). Más bien se separan de acuerdo con la invención la zona de entrada (1) y la zona de salida (3) adicionalmente por un soporte para el catalizador y para otros módulos en la zona de reacción (2). El soporte de la zona de reacción (2) debe impedir solo de manera fiable que fluya gas de producto de partida desde la zona de entrada (1) directamente a la zona de salida (3) evitando la zona de reacción (2). El lado dirigido a la zona de entrada (1) de la pared o soporte de la zona de reacción (2) pasa a ser la zona de entrada (1) que incluye el lado dirigido a la zona de salida (3) de la zona de salida (3).

La zona de reacción (2) ocupa por tanto solo una parte del diámetro del reactor de acuerdo con la invención. La zona de entrada (1) se convierte en la parte de la sección transversal del reactor que no se ocupa por la zona de reacción (2) directamente en la zona de salida (3).

#### 5 Zona de salida (3)

Por zona de salida (3) se entiende en el contexto de la presente descripción el espacio interior del reactor que sigue a la zona de reacción (2) y en la que se descarga la mezcla de gas que contiene el producto del reactor. A este respecto se trata por regla general igualmente de un espacio vacío. Sin embargo puede presentar éste también módulos funcionales, tal como dispositivo para la sujeción del catalizador o dispositivos la recuperación de calor. A la zona de salida pueden seguir otros reactores o reactores secundarios.

#### Medios para dificultar el retorno del calor

15 El gas de producto de partida reacciona en la zona de reacción (2) total o parcialmente en reacción exotérmica con formación del gas de producto que abandona a continuación por la zona de salida (3) el reactor. Existe el riesgo de que el calor generado en la zona de reacción (2) se transporte mediante conducción, convección y/o radiación al menos parcialmente en contracorriente con respecto al gas de producto de partida hacia la zona de entrada (1) y allí caliente el gas de producto de partida o bien la superficie de la pared del reactor en la zona de entrada (1) de manera inaceptable.

20 Para impedir esto o al menos dificultarlo están previstos de acuerdo con la invención al menos en el área de la zona de entrada (1) medios que reducen el transporte del calor generado en la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1). El reactor de acuerdo con la invención presenta en el área la zona de entrada (1) o en el área de la zona de entrada (1), de la zona de reacción (2) y de la zona de salida (3) medios que reducen el transporte del calor generado en la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1). Como medios para la reducción del transporte del calor producido en la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1) pueden usarse distintos planteamientos de solución.

30 Está previsto de acuerdo con la invención en el área de la zona de entrada (1) un dispositivo para la conducción de un medio de refrigeración. Este dispositivo absorbe parcialmente el calor generado en la zona de reacción (2), de modo que este calor ya no esté a disposición para un transporte de calor en la zona de entrada (1) y/o de modo que este calor se introduzca en un sitio de la zona de entrada (1) en el gas de producto de partida, en el que éste aún está frío de modo que no es crítico un aumento de la temperatura provocado por la introducción del medio de refrigeración, o el medio de refrigeración enfría mucho la zona de entrada (1) adyacente a la zona de reacción (2) o bien a la zona de salida (3) de modo que la temperatura de la zona de entrada (1) permanece en el intervalo no crítico a pesar del calor derivado de la zona de reacción (2). Se prefiere especialmente un reactor con una combinación de las dos medidas. De acuerdo con la invención está previsto en el área de la zona de entrada (1) como medio para la reducción del transporte del calor generado en la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1) un dispositivo para la conducción de un medio de refrigeración, siendo el dispositivo para la conducción de un medio de refrigeración un soporte para el catalizador (4) atravesado por un medio de refrigeración, que separa la zona de entrada (1) y la zona de salida (3).

45 En otra forma de realización preferente están previstos en el reactor de acuerdo con la invención al menos en el área de la zona de entrada (1) o en el área de la zona de reacción (2) medios que reducen el transporte del calor generado en la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1) y las paredes internas del reactor están configuradas al menos en el área de la zona de entrada (1) o en el área de la zona de reacción (2) de un material inerte.

#### 50 Materiales inertes

En otra configuración de la invención están configuradas las paredes internas del reactor al menos en el área de la zona de entrada (1) o en el área de la zona de reacción (2) de un material inerte. Esta forma de realización impide o dificulta la reacción catalítica del gas de producto de partida en las paredes internas del reactor. La configuración de las paredes internas del reactor de materiales inertes puede realizarse por ejemplo mediante un revestimiento o los materiales inertes se encuentran en forma de envolturas en el reactor. También pueden estar constituidas las propias paredes del reactor por materiales inertes.

60 El reactor de acuerdo con la invención está configurado preferentemente en el área de la zona de entrada (1) o en el área de la zona de reacción (2) o en el área de la zona de entrada (1) y de la zona de reacción (2) o en el área de la zona de entrada (1), de la zona de reacción (2) y de la zona de salida (3) de material inerte.

65 Por el término "material inerte" ha de entenderse en el contexto de esta descripción todos los materiales que a las temperaturas imperantes en la zona de entrada (1) en el gas de producto de partida o bien a las temperaturas en las superficies de la pared interna del reactor, preferentemente la pared interna de la zona de entrada (1), no favorecen reacciones secundarias indeseadas. Estos materiales pueden reducir adicionalmente el transporte de calor desde la

zona de reacción (2) o bien la zona de salida (3) hacia la zona de entrada (1). Una forma de realización preferente son materiales inertes y térmicamente aislantes.

5 Ejemplos de materiales inertes son materiales cerámicos, en particular materiales cerámicos sinterizados de manera compacta y además vidrio de cuarzo, arcilla refractaria, esmalte vidriado y materiales con superficies pasivadas y/o pulidas, por ejemplo metales con superficies pasivadas y/o pulidas. Una pasivación puede provocarse por ejemplo mediante tratamiento con ácidos, bases o soluciones salinas.

10 La invención se refiere también a un procedimiento para la realización de reacciones exotérmicas catalíticas en fase gaseosa usando el reactor descrito anteriormente.

El procedimiento presenta las siguientes medidas:

15 i) introducir al menos una mezcla de gas homogénea con respecto a su composición material, que contiene al menos un agente oxidante y al menos un componente que va a oxidarse, como gas de producto de partida por al menos una entrada (30) en una zona de entrada (1) de un reactor,

ii) alimentar el gas de producto de partida desde la zona de entrada (1) hacia una zona de reacción (2) que contiene catalizador (4) en condiciones que se hace reaccionar el gas de producto de partida en la zona de reacción (4) en reacción exotérmica total o parcialmente para dar un gas de producto,

20 iii) descargar el gas de producto por una zona de salida (3) del reactor y

iv) facilitar medios para la reducción del transporte del calor de reacción producido en la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1) y/o configuración de las paredes internas del reactor al menos en el área de la zona de entrada (1) o en el área de la zona de reacción (2) de material inerte.

25 Ejemplos de reacciones químicas que pueden realizarse en el reactor de acuerdo con la invención o bien con el procedimiento de acuerdo con la invención, son reacciones de oxidación de todo tipo incluyendo reacciones radicalarias exotérmicas en fase gaseosa, tal como reacciones de halogenación.

30 Preferentemente se usa el reactor de acuerdo con la invención o bien el procedimiento de acuerdo con la invención para la oxidación de amoníaco, en particular para la preparación de caprolactama y ácido nítrico.

De manera igualmente preferente se usa el reactor de acuerdo con la invención o bien el procedimiento de acuerdo con la invención para la realización de la reacción de Andrussow, en particular para la preparación de ácido cianhídrico a partir de amoníaco, oxígeno e hidrocarburos, preferentemente metano.

35 En la siguiente descripción se describe en más detalle la oxidación de amoníaco para la preparación de ácido nítrico a modo de ejemplo como reacción modelo. En principio son adecuados el reactor y el procedimiento de acuerdo con la invención – tal como se ha descrito anteriormente – sin embargo también para otras reacciones.

40 Como catalizadores pueden usarse todos los catalizadores adecuados para la respectiva reacción objetivo o bien reacciones objetivo. Pueden usarse por ejemplo en forma pura como catalizadores completos o soportados. Pueden usarse también todas las geometrías de catalizador habituales, por ejemplo pellets, granulados, materiales extruidos o polvo en forma de apilamientos, empaquetamientos, redes u otras formas, tal como por ejemplo en forma de cuerpos a modo de panel monolíticos.

45 Los catalizadores usados preferentemente contienen cantidades notables, por ejemplo al menos el 30 % en peso, de óxidos, preferentemente de óxidos de metal, en particular de óxidos de metal de transición.

50 De acuerdo con la invención pueden usarse a este respecto en particular catalizadores que contienen óxido de metal de transición, tal como se han descrito éstos por ejemplo en Appl. Catal. General A: 204 (2000) 59-87, en el documento US-A-5.690.900 o en el documento EP-A-946.290.

55 Son especialmente adecuados catalizadores que contienen cobalto. Como tipo de estructura son ventajosas en particular las perovskitas.

Preferentemente se usan de acuerdo con la invención para la oxidación de amoníaco catalizadores en forma de panel. Éstos pueden encontrarse por ejemplo como catalizadores completos en forma de panel o soportados en forma de soportes en forma de panel, sobre los que y/o en los que se introduce material catalíticamente activo.

60 De manera especialmente preferente se usan catalizadores, por ejemplo en forma de apilamientos, empaquetamientos o paneles, que presentan observados en dirección de flujo una profundidad de al menos 3 cm, preferentemente al menos 5 cm, en particular al menos 10 cm y de manera especialmente preferente de 10 a 200 cm.

65 Los siguientes ejemplos y figuras explican la invención sin limitar ésta debido a ello. Muestran:

la figura 1: un dispositivo no de acuerdo con la invención en corte longitudinal.  
 La figura 2: otro dispositivo no de acuerdo con la invención en corte longitudinal.  
 La figura 3: otro dispositivo no de acuerdo con la invención en corte longitudinal.  
 La figura 4: otro dispositivo no de acuerdo con la invención en corte longitudinal.  
 5 La figura 5: otro dispositivo no de acuerdo con la invención en corte longitudinal.  
 La figura 6: un reactor de oxidación de amoníaco modificado no de acuerdo con la invención en corte longitudinal  
 La figura 7: otro dispositivo no de acuerdo con la invención en corte longitudinal.  
 La figura 8: un dispositivo de acuerdo con la invención en corte longitudinal.

10 Las figuras 1 a 7 son figuras de referencia.

Las figuras se describen en particular en los siguientes ejemplos.

### 15 Ejemplo 1

En la figura 1 se explican por medio de un dispositivo de oxidación de amoníaco no de acuerdo con la invención las principales características.

20 Un dispositivo de oxidación de amoníaco puede dividirse en tres zonas, concretamente en una zona de entrada (1), en una zona de reacción (2) y en una zona de salida (3).

25 La mezcla de gas bien mezclada que contiene amoníaco/oxígeno/sustancia inerte (a continuación "mezcla de gas de producto de partida") se introduce en la zona de entrada (1) a través de una entrada (30) y se tropieza en la zona de reacción (2) que sigue a ésta con el catalizador de oxidación de amoníaco (4). A continuación, la mezcla de gas de producto de las reacciones de oxidación abandona la zona de reacción (2) por la zona de salida (3). La zona de entrada (1) es en esta forma de realización un espacio vacío y no contiene ningún empaquetamiento de material inerte.

30 En la forma de realización representada en la figura 1 están rodeadas las tres zonas (1, 2, 3) del dispositivo de acuerdo con la invención de un revestimiento (5) que adicionalmente es un soporte para el catalizador (4) así como para una camisa aislante (6). El revestimiento (5) puede representar incluso las paredes de un recipiente a presión, o como alternativa puede colocarse el revestimiento en un espacio que está rodeado a su vez incluso por una camisa a presión no representada en la figura 1.

35 Para el desacoplamiento térmico de la zona de entrada (1) y la zona de reacción (2) sirve la camisa aislante (6), que está constituida por un material térmicamente aislante y hermético a los gases. La camisa aislante (6) impide o bien dificulta que se transfiera a la mezcla de gas de producto de partida calor que llega desde la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1) como consecuencia de la conducción de calor por el revestimiento (5). La parte del revestimiento (5) que se encuentra en la zona de entrada si bien se vuelve más caliente mediante la conducción de calor del calor de reacción procedente de la zona de reacción (2), sin embargo la transferencia de calor a la mezcla de gas de producto de partida se inhibe mucho mediante la camisa aislante (6) térmicamente aislante. Dado que la camisa aislante (6) es solo poco conductora de calor, impide o bien dificulta la camisa aislante (6) también el transporte de calor directo a lo largo de la camisa aislante (6) desde la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1). Mediante la elección adecuada de los materiales y del grosor de la camisa aislante (6) permanece la temperatura de la pared del material aislante (6) dirigida a la mezcla de gas de producto de partida por debajo de la temperatura de ignición o bien de reacción de la mezcla de gas de producto de partida y se impiden reacciones indeseadas anticipadas.

### 50 Ejemplo 2

En la figura 2 está representada otra posible forma de realización. Hasta la realización del desacoplamiento térmico entre la zona de entrada y la zona de reacción (1, 2) se asemeja esta forma de realización al dispositivo del ejemplo 1.

55 También en este dispositivo de oxidación de amoníaco se encuentran la zona de entrada (1), la zona de reacción (2) y la zona de salida (3). La zona de entrada (1) es también en esta forma de realización un espacio vacío y no contiene ningún empaquetamiento de material inerte.

60 La mezcla de gas bien mezclada que contiene amoníaco/oxígeno/sustancia inerte se introduce a través de la entrada (30) en la zona de entrada (1). Después se tropieza la mezcla en la zona de reacción (2) con el catalizador de oxidación de amoníaco (4). A continuación, la mezcla de producto de las reacciones de oxidación abandona la zona de reacción (2) por la zona de salida (3).

65 El revestimiento (5) de las tres zonas contiene el catalizador (4). El revestimiento (5) puede representar incluso la pared de un recipiente a presión, o como alternativa puede estar colocado el revestimiento en un espacio, que está rodeado a su vez incluso por una camisa de presión (en este caso no representada).

5 A la altura de la zona de entrada y la zona de reacción (1, 2) se realiza el revestimiento (5) con doble pared. Al final de la doble pared a la altura de la zona de reacción (2) está colocada una entrada (7) para un medio de refrigeración, que es compatible con la mezcla de gas de producto de partida, las reacciones deseadas en el reactor, el catalizador (4) y la mezcla de gas de producto. Para el uso en instalaciones de ácido nítrico puede usarse por ejemplo aire como medio de refrigeración adecuado.

10 El medio de refrigeración fluye por el espacio (9) en la doble pared y enfría debido a ello la pared interna del revestimiento (5). Debido a ello se realiza un desacoplamiento térmico de la zona de entrada (1) de la zona de reacción (2), dado que se transfiere al medio de refrigeración el calor que llega desde la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1) como consecuencia de la conducción de calor por el revestimiento (5).

15 Mediante varias aberturas pequeñas (10) al final de la doble pared a la altura de la zona de entrada (1) entra el medio de refrigeración en la zona de entrada (1) y se mezcla con la mezcla de gas de producto de partida.

20 Mediante elección adecuada de la distancia de la entrada (7) y aberturas (10) así como mediante elección adecuada del tipo, cantidad, velocidad de flujo y temperatura de entrada del medio de refrigeración puede regularse la temperatura en la mezcla de gas de producto de partida y en la superficie interna del revestimiento (5) por debajo de la temperatura de ignición o bien de reacción de la mezcla de gas de producto de partida y se impiden reacciones indeseadas anticipadas.

### Ejemplo 3

25 En la figura 3 está representado un dispositivo no de acuerdo con la invención, que permite un desacoplamiento térmico especialmente eficaz entre la zona de entrada y la zona de reacción.

30 También en este dispositivo de oxidación de amoníaco se encuentran la zona de entrada (1), la zona de reacción (2) y la zona de salida (3). La zona de entrada (1) es en esta forma de realización un espacio vacío y no contiene ningún empacquetamiento de material inerte.

35 La mezcla de gas bien mezclada que contiene amoníaco/oxígeno/sustancia inerte se introduce a través de la entrada (30) en la zona de entrada (1). Después se tropieza la mezcla con el catalizador de oxidación de amoníaco (4) en la zona de reacción (2). A continuación, la mezcla de producto de las reacciones de oxidación abandona la zona de reacción (2) por la zona de salida (3).

El revestimiento (5) de las tres zonas contiene el catalizador (4) y la camisa aislante (6). El revestimiento (5) puede representar incluso las paredes de un recipiente a presión, o como alternativa puede colocarse el revestimiento (5) en un espacio que está rodeado a su vez incluso por una camisa de presión (en este caso no representada).

40 A la altura de la zona de entrada y la zona de reacción (1, 2) se realiza el revestimiento (5) con doble pared. Allí están colocadas conexiones (7a, 7b) para un medio de refrigeración. Los medios de refrigeración adecuados son por ejemplo agua o aire. El medio de refrigeración puede fluir en o contra la dirección de flujo de la mezcla de gas de producto de partida. Para el desacoplamiento térmico de la zona de entrada (1) de la zona de reacción (2) sirven tanto la camisa aislante (6) como también la sollicitación del espacio (9) entre las dobles paredes del revestimiento (5) con un medio de refrigeración.

50 La camisa aislante (6) que está constituida por un material térmicamente aislante y que cubre el revestimiento (5) a la altura de la zona de reacción (2) y la zona de entrada (1) impide que se transfiera a la mezcla de gas de producto de partida el calor que llega desde la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1) como consecuencia de la conducción de calor por el revestimiento (5). Dado que la camisa aislante (6) es solo porco conductora de calor, impide o bien dificulta la camisa aislante (6) también el transporte de calor directo a lo largo de la camisa aislante (6) desde la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1).

55 El medio de refrigeración fluye por el espacio (9) en la doble pared del revestimiento (5) y enfría debido a ello la pared interna del revestimiento (5). Debido a ello se realiza otro desacoplamiento térmico de la zona de entrada (1) de la zona de reacción (2), dado que se transfiere al medio de refrigeración el calor que llega desde la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1) por el revestimiento (5) mediante conducción de calor. Tras atravesar la doble pared sale de nuevo el medio de refrigeración del espacio (9) entre las dobles paredes por una de las conexiones (7a, 7b).

60 Debido a ello se fomenta la acción de la camisa aislante (6) por el enfriamiento mediante el medio de refrigeración. Mediante la elección adecuada de los materiales aislantes y su grosor así como del medio de refrigeración permanece la temperatura de la pared del material aislante (6) dirigida a la mezcla de gas de producto de partida por debajo de la temperatura de ignición o bien de reacción de la mezcla de gas de producto de partida y se impiden reacciones indeseadas anticipadas.

65

**Ejemplo 4**

En la figura 4 está representado un dispositivo similar a en la figura 2. En este caso se realiza el desacoplamiento térmico entre la zona de entrada y la zona de reacción (1, 2) mediante refrigeración de la zona de entrada.

5 También en este dispositivo de oxidación de amoníaco se encuentran la zona de entrada (1), la zona de reacción (2) y la zona de salida(3). La zona de entrada (1) es en esta forma de realización un espacio vacío y no contiene ningún empaquetamiento de material inerte.

10 La mezcla de gas bien mezclada que contiene amoníaco/oxígeno/sustancia inerte se introduce a través de la entrada (30) en la zona de entrada (1). Después se tropieza la mezcla en la zona de reacción (2) con el catalizador de oxidación de amoníaco (4). A continuación, la mezcla de producto de las reacciones de oxidación abandona la zona de reacción (2) por la zona de salida (3).

15 El revestimiento (5) de las tres zonas contiene el catalizador (4). El revestimiento (5) puede representar incluso la pared de un recipiente a presión, o como alternativa puede estar colocado el revestimiento en un espacio, que está rodeado a su vez incluso por una camisa de presión (en este caso no representada).

20 A la altura de la zona de entrada (1) se realiza el revestimiento (5) con doble pared. Al final de la doble pared en la proximidad de la zona de reacción (2) está colocada una entrada (7) para un medio de refrigeración, que es compatible con la mezcla de gas de producto de partida, las reacciones deseadas en el reactor, el catalizador (4) y la mezcla de gas de producto. Para el uso en instalaciones de ácido nítrico puede usarse por ejemplo aire como medio de refrigeración adecuado.

25 El medio de refrigeración fluye por el espacio (9) en la doble pared y enfría debido a ello la pared interna del revestimiento (5) a la altura de la zona de entrada (1). Debido a ello se realiza un desacoplamiento térmico de la zona de entrada (1) de la zona de reacción (2), dado que se transfiere al medio de refrigeración el calor que llega desde la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1) como consecuencia de la conducción de calor por el revestimiento (5).

30 Mediante varias aberturas pequeñas (10) en el extremo de la doble pared colocado contra la dirección de flujo del gas de producto de partida entra el medio de refrigeración en la zona de entrada (1) y se mezcla con la mezcla de gas de producto de partida.

35 Mediante elección adecuada de la distancia de la entrada (7) y aberturas (10) así como mediante elección adecuada del tipo, cantidad, velocidad de flujo y temperatura de entrada del medio de refrigeración puede regularse la temperatura en la mezcla de gas de producto de partida y en la superficie interna del revestimiento (5) por debajo de la temperatura de ignición o bien de reacción de la mezcla de gas de producto de partida y se impiden reacciones indeseadas anticipadas.

40 **Ejemplo 5**

En la figura 5 está representado un dispositivo similar a en la figura 3. En este caso discurre sin embargo la camisa aislante (6) solo a la altura de la zona de entrada (1).

45 También en este dispositivo de oxidación de amoníaco se encuentran la zona de entrada (1), la zona de reacción (2) y la zona de salida (3). La zona de entrada (1) es en esta forma de realización un espacio vacío y no contiene ningún empaquetamiento de material inerte.

50 La mezcla de gas bien mezclada que contiene amoníaco/oxígeno/sustancia inerte se introduce a través de la entrada (30) en la zona de entrada (1). Después se tropieza la mezcla con el catalizador de oxidación de amoníaco (4) en la zona de reacción (2). A continuación, la mezcla de producto de las reacciones de oxidación abandona la zona de reacción (2) por la zona de salida (3).

55 El revestimiento (5) de las tres zonas contiene el catalizador (4) y la camisa aislante (6). El revestimiento (5) puede representar incluso las paredes de un recipiente a presión, o como alternativa puede colocarse el revestimiento (5) en un espacio que está rodeado a su vez incluso por una camisa de presión (en este caso no representada).

60 A la altura de la zona de entrada y la zona de reacción (1, 2) se realiza el revestimiento (5) con doble pared. Allí están colocadas conexiones (7a, 7b) para un medio de refrigeración. El medio de refrigeración puede fluir en o contra la dirección de flujo de la mezcla de gas de producto de partida. Para el desacoplamiento térmico de la zona de entrada (1) de la zona de reacción (2) sirven tanto la camisa aislante (6) como también la sollicitación del espacio (9) en la doble pared del revestimiento (5) con un medio de refrigeración.

65 La camisa aislante (6) que está constituida por un material térmicamente aislante y que cubre el revestimiento (5) a la altura de la zona de entrada (1) impide que se transfiera a la mezcla de gas de producto de partida el calor que

llega desde la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1) como consecuencia de la conducción de calor por el revestimiento (5). Dado que la camisa aislante (6) es solo poco conductora de calor, impide o bien dificulta la camisa aislante (6) también el transporte de calor directo a lo largo de la camisa aislante (6) desde la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1).

El medio de refrigeración fluye por el espacio (9) en la doble pared del revestimiento (5) y enfría debido a ello la pared interna del revestimiento (5). Debido a ello se realiza otro desacoplamiento térmico de la zona de entrada (1) de la zona de reacción (2), dado que se transfiere al medio de refrigeración el calor que llega desde la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1) por el revestimiento (5) mediante conducción de calor. Tras atravesar la doble pared sale de nuevo el medio de refrigeración del espacio (9) en la doble pared por una de las conexiones (7a, 7b).

La acción de la camisa aislante (6) se fomenta por el enfriamiento mediante el medio de refrigeración. Mediante la elección adecuada de los materiales aislantes y su grosor así como del medio de refrigeración permanece la temperatura de la pared del material aislante (6) dirigida a la mezcla de gas de producto de partida por debajo de la temperatura de ignición o bien de reacción de la mezcla de gas de producto de partida y se impiden reacciones indeseadas anticipadas.

### Ejemplo 6

Esta forma de realización es predominantemente adecuada para sustituir la cubierta existente de un reactor de oxidación de amoníaco convencional. En la figura 6 se muestra un reactor de oxidación de amoníaco no de acuerdo con la invención.

Una mezcla de gas de producto de partida bien mezclada que contiene oxígeno/amoníaco/sustancia inerte entra a través de la entrada (30) en el dispositivo. La mezcla se conduce a través de un catalizador de oxidación de amoníaco (4), que está configurado en este caso en forma de panel o se encuentra sobre y/o en un soporte en forma de panel. Allí se convierte el amoníaco mediante reacción con una parte del oxígeno en la mezcla de gas de producto de partida en monóxido de nitrógeno. Mediante la reacción exotérmica tiene lugar un aumento de la temperatura en el catalizador de oxidación de amoníaco (4), que se encuentra en la zona de reacción (2). Es decir, la mezcla de producto entra mediante la abertura (13) detrás del catalizador de oxidación de amoníaco (4) en un espacio (3) que representa la zona de salida. A continuación de este espacio (3) se conduce el gas de producto caliente en una turbina de gas no representada en este caso o uno o varios intercambiadores de calor no representados en este caso para la recuperación de energía o para el uso distinto del calor de proceso.

Para realizar el desacoplamiento térmico del lado de alimentación del producto de partida de la zona de reacción (2), se usa el catalizador de oxidación de amoníaco (4) en una envoltura (14) fabricada de material estable frente a la temperatura, térmicamente aislante, por ejemplo de material cerámico o vidrio de cuarzo. Mediante esto se impiden inflamaciones previas eventuales de la mezcla de gas de producto de partida. El catalizador de oxidación de amoníaco (4) se encuentra a este respecto de manera suelta en la envoltura (14) y se apoya sobre un anillo de apoyo (15) y – en el caso de un catalizador (4) de múltiples partes – varias vigas de apoyo no representadas de material estable frente a la temperatura, por ejemplo material cerámico o vidrio de cuarzo. El anillo de apoyo (15) impide una derivación del gas eventual. Las vigas de apoyo, en el caso de que estén instaladas, están realizadas de modo que éstas bloqueen solo una proporción insignificante de la sección transversal de flujo.

Para el apoyo y para la protección de la envoltura (14) está revestida ésta con una envoltura metálica (16) de material estable a alta temperatura. El extremo inferior de la envoltura metálica (16) está dotada de un borde (17) que sostiene las vigas de apoyo o bien en anillo de apoyo (15) y con ello indirectamente también el catalizador (4). En el extremo inferior de la envoltura metálica (16) está colocado un enrejado (18), a través del cual fluye el gas de producto desde el catalizador de oxidación de amoníaco (4) hacia el espacio (3). El enrejado (18) sirve para la estabilización mecánica de la envoltura metálica (16) y para el apoyo de posibles vigas de apoyo. Para el caso de que el catalizador de oxidación de amoníaco (4) esté constituido no solo por una parte, sino que esté compuesto de varias partes, sirve el enrejado (18) para sostener las partes individuales por medio de las vigas de apoyo. En el caso de la envoltura (14) debiera romperse de manera imprevista, por ejemplo debido a carga térmica, impedirían la envoltura metálica (16), el borde (17) y el enrejado (18) además una caída de la envoltura (14) y del catalizador de oxidación de amoníaco (4) en el espacio (3).

La envoltura (14) y la envoltura metálica (16) están unidas con pernos y tuercas (19) con la camisa de presión (20) del reactor de oxidación de amoníaco. El espacio a presión se cierra hacia el exterior mediante una brida a presión (23) colocada en el recipiente.

Para el cambio de catalizador se separa el tubo de conexión (12) soltando las uniones roscadas. A continuación se sueltan las tuercas o bien los pernos (19) y se separa la envoltura metálica y la envoltura cerámica o bien de vidrio de cuarzo (16, 14) junto con catalizador de oxidación de amoníaco (4) del reactor. Para minimizar la duración de la detención de la instalación (también con respecto a un reactor de oxidación de amoníaco convencional), puede instalarse inmediatamente en el reactor una segunda unidad facilitada antes de la detención que está constituida por

envolturas metálicas y envolturas cerámicas o bien de vidrio de cuarzo (16, 14) y nuevo catalizador de oxidación de amoníaco (4).

5 Para fomentar en caso necesario la reacción de oxidación de amoníaco durante la puesta en marcha, puede calentarse previamente o bien activarse el catalizador de oxidación de amoníaco (4) a través de una lanza de ignición (25). La lanza de ignición (25) está constituida por un tubo delgado, a través del cual se conduce hidrógeno en el reactor de oxidación de amoníaco, y por un dispositivo que puede llevar a ignición el flujo de hidrógeno en el extremo abierto de la lanza de ignición.

10 Para el control del proceso de ignición y para la comprobación del estado del catalizador de oxidación de amoníaco (4) durante el funcionamiento sirve la mirilla (26) montada en el codo del reactor de oxidación de amoníaco. El control puede realizarse manualmente mediante inspección o con ayuda de correspondientes dispositivos de medición tal como fotómetro.

15 Para atenuar la carga de temperatura en el material de la pared del recipiente a presión en el espacio (3) tras el catalizador de oxidación de amoníaco (4) se dota la pared de una refrigeración de tubo de aletas (27) colocada en el lado interno. Por los tubos de la pared de aletas fluye agua u otro medio de refrigeración.

### 20 Ejemplo 7

Esta configuración representada en la figura 7 de un reactor de oxidación de amoníaco no de acuerdo con la invención es especialmente muy adecuada para equipar nuevas instalaciones para la preparación de NO, dado que ya no existe la necesidad de una adaptación al diámetro de un aparato de recuperación de calor ya existente, tal como por ejemplo de una caldera de vapor.

25 La diferencia principal con respecto al reactor del ejemplo 6 se encuentra en que la pared de aletas (27) se adapta a la envoltura metálica (16) y por consiguiente no es necesaria una adaptación al diámetro por regla general más grande de un aparato conectado posteriormente. En esta forma de realización pueden adaptarse los aparatos conectados posteriormente al reactor de oxidación de amoníaco. Como alternativa a la suspensión representada de la envoltura metálica (16) puede colocarse el borde metálico (17) revisto para el apoyo del catalizador (4) directamente en la pared de aletas (27), en lugar de en la envoltura metálica (16). Esto repercute positivamente en la estabilidad mecánica de la construcción.

30 Los demás elementos representados en la figura 7 corresponden a los elementos de la figura 6. A este respecto se trata de abertura (13), el anillo de apoyo (15), el enrejado (18), los pernos y tuercas (19), la camisa de presión (20), la lanza de ignición (25) y la mirilla (26).

### 35 Ejemplo 8

40 En la figura 8 se muestra un reactor de oxidación de amoníaco de acuerdo con la invención. Esta forma de realización es adecuada principalmente para equipar un reactor de oxidación de amoníaco convencional existente con un nuevo catalizador tras la separación de las redes de Pt/Rh.

45 Una mezcla que contiene oxígeno/amoníaco/sustancia inerte entra a través de la entrada (30) en el dispositivo de acuerdo con la invención. La mezcla se conduce a través de un catalizador de oxidación de amoníaco (4), que está configurado en este caso en forma de panel o se encuentra sobre y/o en un soporte en forma de panel. Allí se convierte el amoníaco mediante reacción con una parte del oxígeno en la mezcla de producto de partida en monóxido de nitrógeno. Mediante la reacción exotérmica tiene lugar un aumento de la temperatura en el catalizador de oxidación de amoníaco (4) que se encuentra en la zona de reacción (2). La mezcla de producto caliente entra mediante la abertura (13) detrás del catalizador de oxidación de amoníaco (4) en un espacio que representa la zona de salida (3). A continuación se este espacio se conduce el gas de producto caliente a una turbina de gas no representada en este caso o a uno o varios intercambiadores de calor no representados en este caso para la recuperación de energía o para el uso distinto del calor de proceso.

50 El catalizador se coloca en un soporte (29) estable frente a altas temperaturas. Este soporte (29) se encuentra a su vez de manera hermética a los gases sobre un anillo de apoyo (28) unido con la pared del recipiente.

55 Para realizar el desacoplamiento térmico necesario del lado de alimentación del producto de partida de la zona de reacción (2) y en este caso también de la zona de salida (3), se dota el soporte (29) estable frente a temperatura alta, en el que está colocado el catalizador de oxidación de amoníaco (4), de una o varias cavidades (9) a través de las cuales fluye un medio de refrigeración alimentado en las entradas (7). A este respecto es compatible el medio de refrigeración usado con la mezcla de gas de producto de partida, las reacciones deseadas en el reactor, el catalizador (4) y la mezcla de gas de producto. Para el uso en instalaciones de ácido nítrico puede usarse por ejemplo aire como medio de refrigeración adecuado. El medio de refrigeración fluye por el o los espacios (9) en el soporte (29) y enfría debido a ello las paredes del mismo en los dos lados. Debido a ello se realiza un desacoplamiento térmico de la zona de entrada (1) de la zona de reacción (2) y de la zona de salida (3), dado que la

conducción de calor desde la zona de reacción (2) a lo largo del soporte (29) hacia la zona de entrada (1) se suprime mediante la refrigeración del soporte (29). El enfriamiento suprime también el flujo de calor por el soporte (29) desde la zona de salida (3) hacia la zona de entrada (1).

5 Mediante varias aberturas pequeñas (10) en el lado superior del soporte entra el medio de refrigeración en la zona de entrada (1) y se mezcla con la mezcla de gas de producto de partida.

10 Mediante elección adecuada de las distancias entre entradas (7) y aberturas (10) así como mediante elección adecuada del tipo, cantidad, velocidad de flujo y temperatura de entrada del medio de refrigeración puede regularse la temperatura en el lado del soporte (29) dirigido a la zona de entrada (1) por debajo de la temperatura de ignición o bien de reacción de la mezcla de gas de producto de partida, y se impiden reacciones anticipadas indeseadas.

15 Para regular la temperatura en la pared interna de la cubierta en la zona de entrada (1) por debajo de la temperatura de ignición o bien reacción de la mezcla de gas de producto de partida, se dota la pared de una refrigeración de tubo de aletas (27) colocada en el lado interno. Por los tubos de la pared de aletas fluye agua u otro medio de refrigeración, entrando el medio de refrigeración en la refrigeración de pared a través de la entrada (31) y abandonando la refrigeración de pared a través de la salida (32).

#### 20 **Ejemplos de comparación 9a a 9c y ejemplo de referencia 9d**

25 En el caso de un ensayo con catalizadores a modo de panal de óxido de metal de transición para la oxidación de  $\text{NH}_3$ , en el que se sometió a ensayo, desviándose del dimensionamiento del catalizador por lo demás habitual, focalizar el flujo en una superficie de flujo baja con profundidad comparativamente grande del lecho de catalizador (5 cm), se encontró en el reactor de ensayo en condiciones atmosféricas con una velocidad lineal de 1,0 m/s una selectividad solo baja con respecto a la formación de  $\text{NO}_x$ .

También un aumento de la velocidad lineal hasta 2,0 m/s condujo solo a una mejora insuficiente de la selectividad de  $\text{NO}_x$ . Los resultados están representados en la siguiente tabla 1.

30

Tabla 1

N.º de ejemplo	Velocidad lineal	Velocidad espacial	Conversión de NH <sub>3</sub>	Concentración de partida de NH <sub>3</sub>	Selectividad de NO <sub>x</sub>	Material reactor
9a	1,0 m/s	10.000 h <sup>-1</sup>	~100 %	10 %	47 %	acero inoxidable
9b	2,0 m/s	20.000 h <sup>-1</sup>	~100 %	10 %	59 %	acero inoxidable
9c	1,0 m/s	10.000 h <sup>-1</sup>	~100 %	1 %	38 %	acero inoxidable
9d	1,0 m/s	10.000 h <sup>-1</sup>	~100 %	1 %	100 %	vidrio de cuarzo

Realización de los ensayos

5 A través de un catalizador completo a modo de panal (200 csi (31 células por cm<sup>2</sup>), longitud 5 cm, diámetro 1,8 cm) que está constituido por perovskita LaCoO<sub>3</sub>, que se usó en un reactor tubular de acero inoxidable o bien de vidrio de cuarzo, se hizo fluir una mezcla del 10 % o bien del 1 % de amoníaco en aire. El tubo del reactor estaba colocado en un horno tubular, con cuya ayuda pudieron compensarse las posibles pérdidas de calor. La regulación de la temperatura se realizó a través de un termoelemento, que estaba dispuesto aproximadamente 0,5 cm por debajo del panal de catalizador (en el lado de salida). La temperatura de salida ascendía uniformemente a 900 °C.

10 La composición del flujo de gas que entra y sale se sometió a estudio con ayuda de un analizador FTIR (Modell Avatar empresa Nicolet) con cubeta de gas.

15 El resultado representado en la tabla 1 en ensayos 9a a 9c puede explicarse con que una proporción significativa del NH<sub>3</sub> alimentado antes de la entrada en la zona de catalizador se descompuso en N<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>O, tal como se confirmó mediante un correspondiente experimento en el tubo del reactor vacío. A este respecto, en el tubo de reacción calentado desde fuera también sin presencia del catalizador a modo de panal con una velocidad lineal de 1,0 m/s se registró una conversión completa de NH<sub>3</sub>, que condujo esencialmente a la formación de N<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>O.

20 Si se realiza el ensayo de acuerdo con el ejemplo 9c en un reactor de vidrio de cuarzo, que es un aislante térmico y al mismo tiempo es inerte, entonces se determina sorprendentemente que se eleva drásticamente la selectividad de NO<sub>x</sub> (compárese con el ejemplo 9d no de acuerdo con la invención).

## REIVINDICACIONES

1. Reactor para reacciones exotérmicas, catalíticas en fase gaseosa mediante la reacción de un gas de producto de partida para dar un gas de producto con, observado en dirección de flujo del gas de producto de partida:

- una zona de entrada (1),
- una zona de reacción (2) que contiene al menos un catalizador (4), en el que la zona de reacción (2) ocupa solo una parte de la sección transversal del reactor,
- una zona de salida (3) para el gas de producto,

en el que

- a la zona de entrada (1), que es un espacio vacío o es un espacio que presenta módulos funcionales que no sirven para el mezclado, se alimenta como gas de producto de partida, a través de al menos una entrada (30), una mezcla de gas homogénea con respecto a su composición material que contiene al menos un agente oxidante, al menos un componente que va a oxidarse y al menos una sustancia inerte para las materias que reaccionan entre sí,
- la entrada (30) está unida a una o varias unidades de mezclado para el mezclado del agente de oxidación, del componente que va a oxidarse y de la sustancia inerte y
- como medio para la reducción del transporte del calor generado en la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1) está previsto un dispositivo (9) para la conducción de un medio de refrigeración, en donde el dispositivo (9) para la conducción de un medio de refrigeración es un soporte (29) para el catalizador (4) a través del cual fluye un medio de refrigeración, que separa la zona de entrada (1) y la zona de salida (3).

2. Reactor según la reivindicación 1, **caracterizado por que** la zona de entrada (1) no presenta módulos para el mezclado de la mezcla de gas homogénea, en particular no presenta empaquetamientos inertes para el mezclado o la dispersión de la mezcla de gas homogénea.

3. Reactor según una de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado por que** las paredes internas del reactor están configuradas al menos en el área de la zona de entrada (1) o en el área de la zona de reacción (2) de material inerte, en donde el material inerte se selecciona del grupo de los materiales cerámicos, vidrio de cuarzo, arcilla refractaria, esmalte y materiales con superficies pasivadas y/o pulidas, en particular de los metales con superficies pasivadas y/o pulidas.

4. Reactor según la reivindicación 1, **caracterizado por que** la zona de entrada (1), la zona de reacción (2) y la zona de salida (3) están rodeadas por un revestimiento del reactor (5), que es adicionalmente el soporte para el catalizador (4) así como para una camisa aislante (6), que aísla térmicamente el espacio interno del reactor, en el área al menos de una parte de la zona de entrada (1) o en el área de la zona de reacción (2) y al menos de una parte de la zona de entrada (1), del revestimiento del reactor (5) y así inhibe la transferencia de calor desde la zona de reacción (2) en el gas de producto de partida hacia la zona de entrada (1).

5. Reactor según la reivindicación 1, **caracterizado por que** la zona de entrada (1), la zona de reacción (2) y la zona de salida (3) están rodeadas por un revestimiento del reactor (5) realizado con doble pared a la altura de la zona de entrada (1), o a la altura de la zona de entrada (1) y la zona de reacción (2), y por que en al menos un extremo del revestimiento del reactor de doble pared (5) está prevista una conexión (7) para un medio de refrigeración para su introducción en el espacio (9) formado por el revestimiento del reactor de doble pared, para el enfriamiento de la pared interna del revestimiento del reactor (5).

6. Reactor según la reivindicación 5, **caracterizado por que** en la pared interna del revestimiento del reactor de doble pared (5) está prevista al menos una abertura (10), por la que entra el medio de refrigeración en la zona de entrada (1) y se mezcla con el gas de producto de partida.

7. Reactor según una de las reivindicaciones 4 a 6, **caracterizado por que** el revestimiento del reactor (5) está configurado como pared de un recipiente a presión o está colocado en un espacio que está rodeado por una camisa de presión.

8. Reactor según las reivindicaciones 4 a 7, **caracterizado por que** además de la al menos una camisa aislante (6) está previsto al menos un revestimiento del reactor (5) realizado con doble pared, que es adicionalmente el soporte para el catalizador (4) y que presenta al menos una conexión (7) para un medio de refrigeración.

9. Reactor según la reivindicación 1, **caracterizado por que** presenta una envoltura (14) fabricada de material estable frente a la temperatura y térmicamente aislante, en la que está colocado el catalizador (4).

10. Reactor según una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado por que** el catalizador (4) está configurado en forma de un panel o está colocado sobre y/o en un material de soporte configurado en forma de panel.

11. Reactor según una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado por que** el catalizador (4) contiene al menos el 30 % en peso de óxidos, preferentemente óxidos de metal, en particular óxidos de metal de transición.
- 5 12. Reactor según una de las reivindicaciones 1 a 9 y 11, **caracterizado por que** el catalizador se encuentra en forma de un apilamiento o empaquetamiento con una profundidad observada en dirección de flujo de al menos 3 cm.
13. Procedimiento para la realización de reacciones exotérmicas, catalíticas en fase gaseosa usando el reactor según la reivindicación 1 con las medidas:
- 10 i) introducir al menos una mezcla de gas homogénea con respecto a su composición material, que contiene al menos un agente oxidante, al menos un componente que va a oxidarse y al menos una sustancia inerte para las materias que reaccionan entre sí, como gas de producto de partida por al menos una entrada (30), que está conectada a una o varias unidades de mezclado para el mezclado del agente de oxidación, del componente que va a oxidarse y de la sustancia inerte, en una zona de entrada (1) de un reactor, en donde las concentraciones locales de los componentes en el gas de producto de partida presentan coeficientes de variación inferiores iguales a 0,1, en el que el coeficiente de variación de la concentración local de una materia expresa la relación de la desviación estándar de la concentración de materia local con respecto al valor medio de la concentración de materia local,
- 15 ii) alimentar el gas de producto de partida desde la zona de entrada (1) hacia una zona de reacción (2) que contiene catalizador (4) en condiciones en las que se hace reaccionar el gas de producto de partida en la zona de reacción (2) en reacción exotérmica total o parcial para dar un gas de producto,
- 20 iii) descargar el gas de producto por una zona de salida (3) del reactor y
- iv) proporcionar un dispositivo para la conducción de un medio de refrigeración como medio para la reducción del transporte del calor de reacción producido en la zona de reacción (2) hacia la zona de entrada (1), en donde el dispositivo para la conducción de un medio de refrigeración es un soporte para el catalizador (4) a través del cual fluye un medio de refrigeración, que separa la zona de entrada (1) y la zona de salida (3).
- 25 14. Procedimiento según la reivindicación 13, **caracterizado por que** las concentraciones locales de los componentes en el gas de producto de partida presentan coeficientes de variación inferiores a 0,05, de manera especialmente preferente inferiores a 0,03, en donde el coeficiente de variación de las concentraciones locales de una materia expresa la relación de la desviación estándar de las concentraciones de materia locales con respecto al valor medio de las concentraciones de materia locales.
- 30 15. Procedimiento según una de las reivindicaciones 13 a 14, **caracterizado por que** como gas de producto de partida se usa una mezcla de gas que contiene amoníaco y oxígeno.
- 35 16. Procedimiento según una de las reivindicaciones 13 a 15, **caracterizado por que** se usa un catalizador configurado en forma de panal.
- 40 17. Procedimiento según una de las reivindicaciones 13 a 16, **caracterizado por que** uno de los catalizadores contiene al menos el 30 % en peso de óxidos, preferentemente óxidos de metal, en particular óxidos de metal de transición.
- 45 18. Procedimiento según una de las reivindicaciones 13 a 16, **caracterizado por que** se usa un catalizador en forma de un apilamiento de catalizador o de un empaquetamiento de catalizador que presenta una profundidad, observada en dirección de flujo, de al menos 3 cm.
19. Uso del reactor según una de las reivindicaciones 1 a 12 para la oxidación de amoníaco.
- 50 20. Uso según la reivindicación 19, **caracterizado por que** el reactor está integrado en una instalación para la preparación de caprolactama o de ácido nítrico.

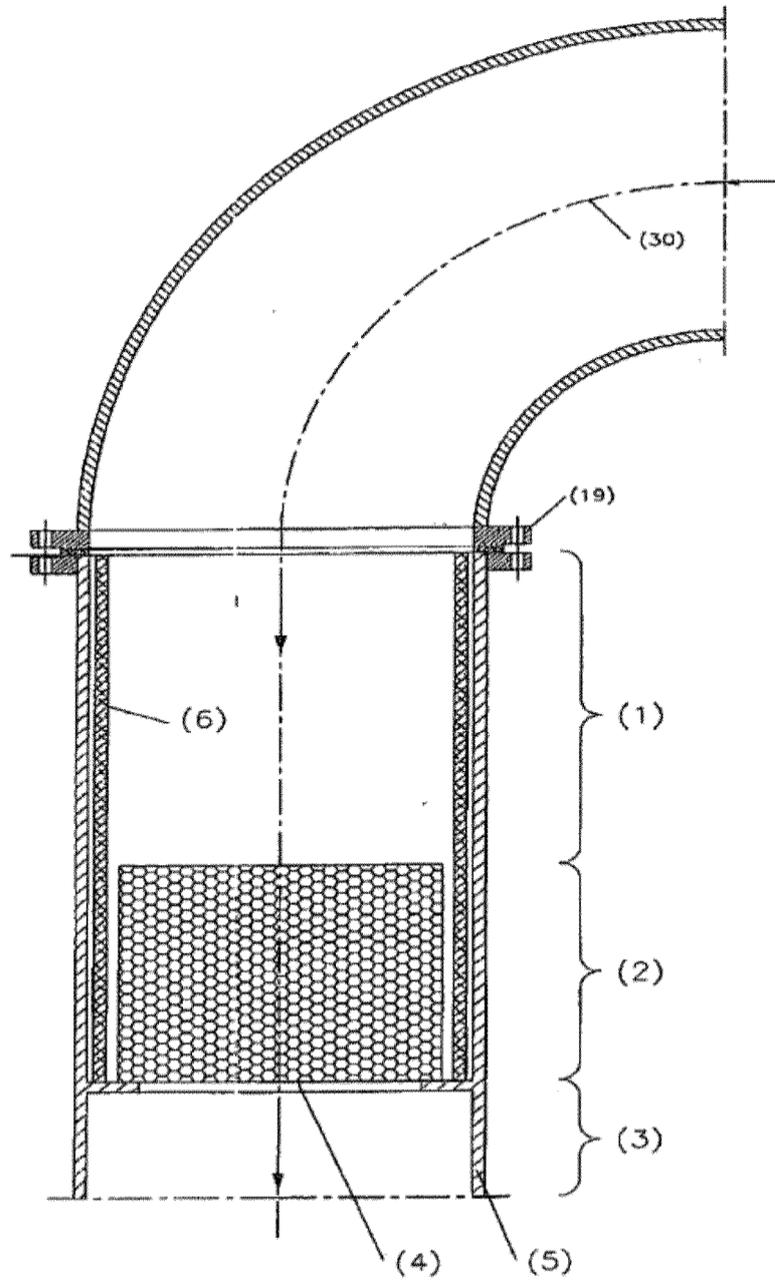


Figura 1

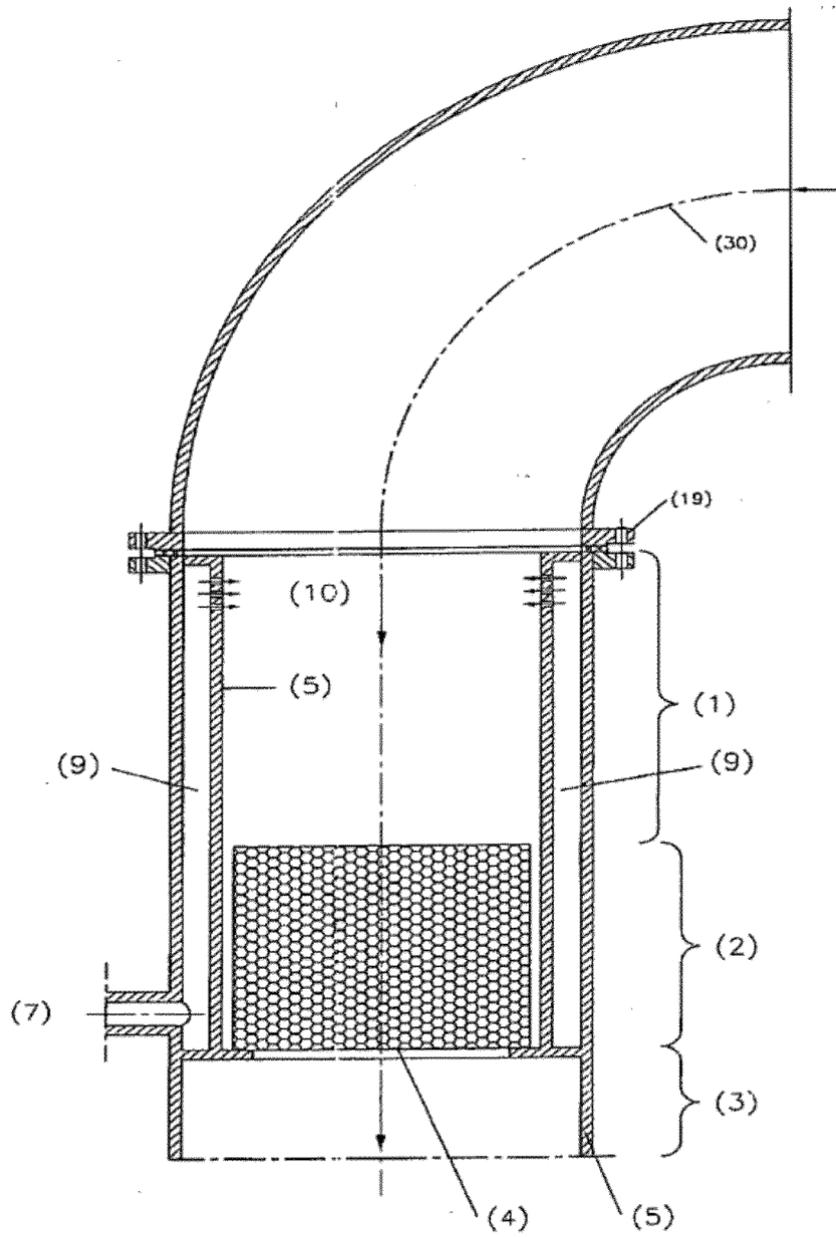


Figura 2

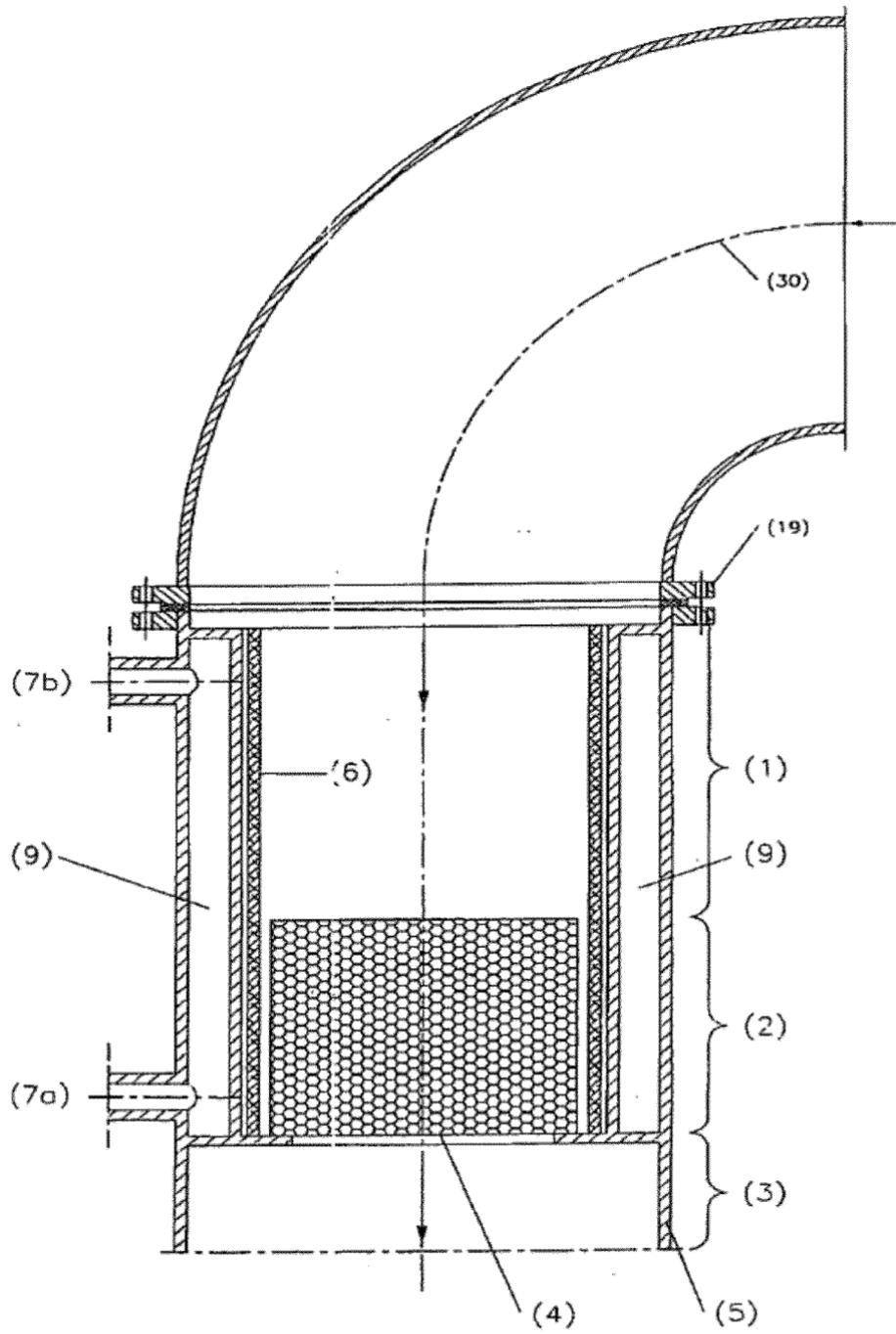


Figura 3

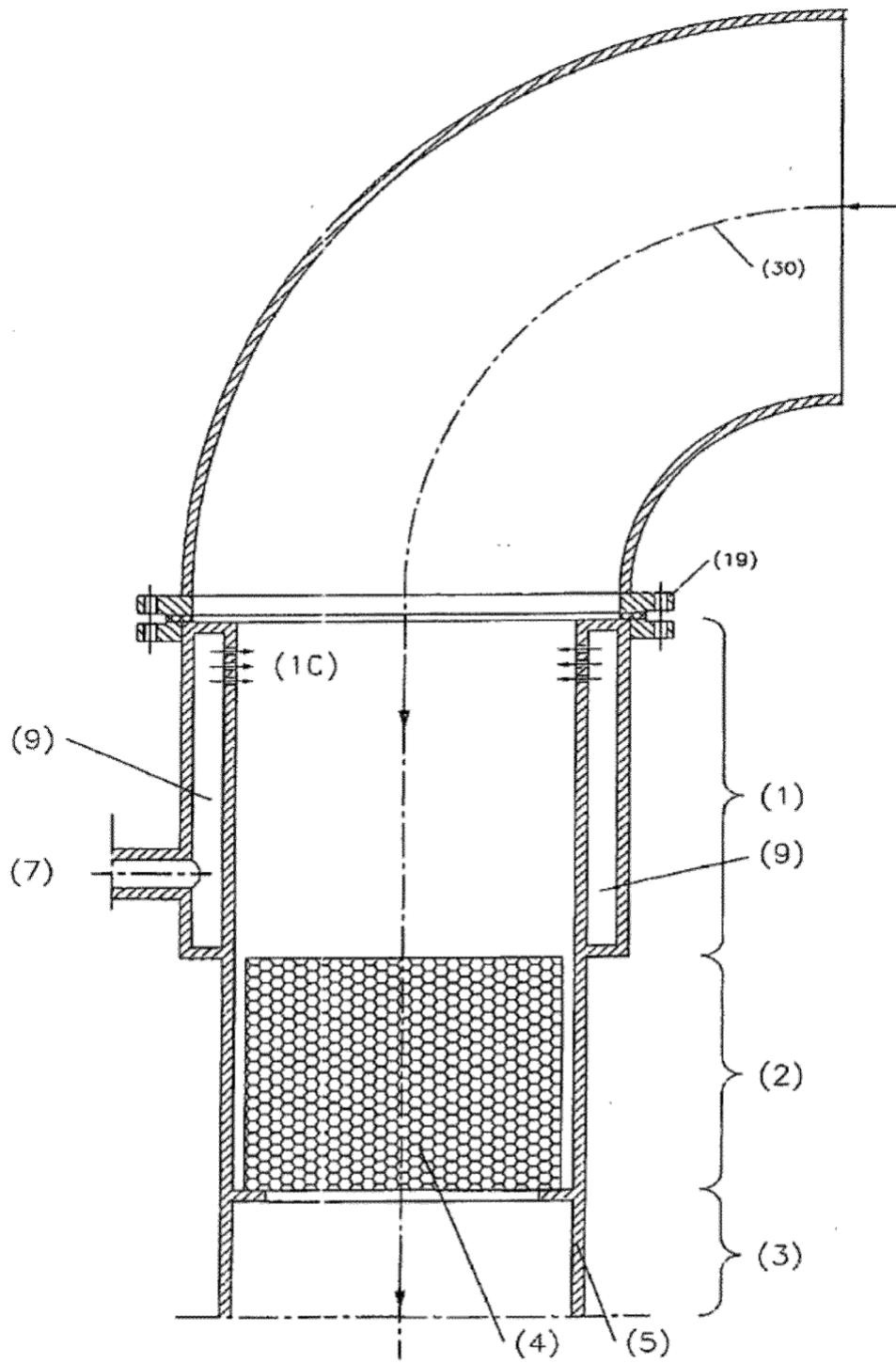


Figura 4

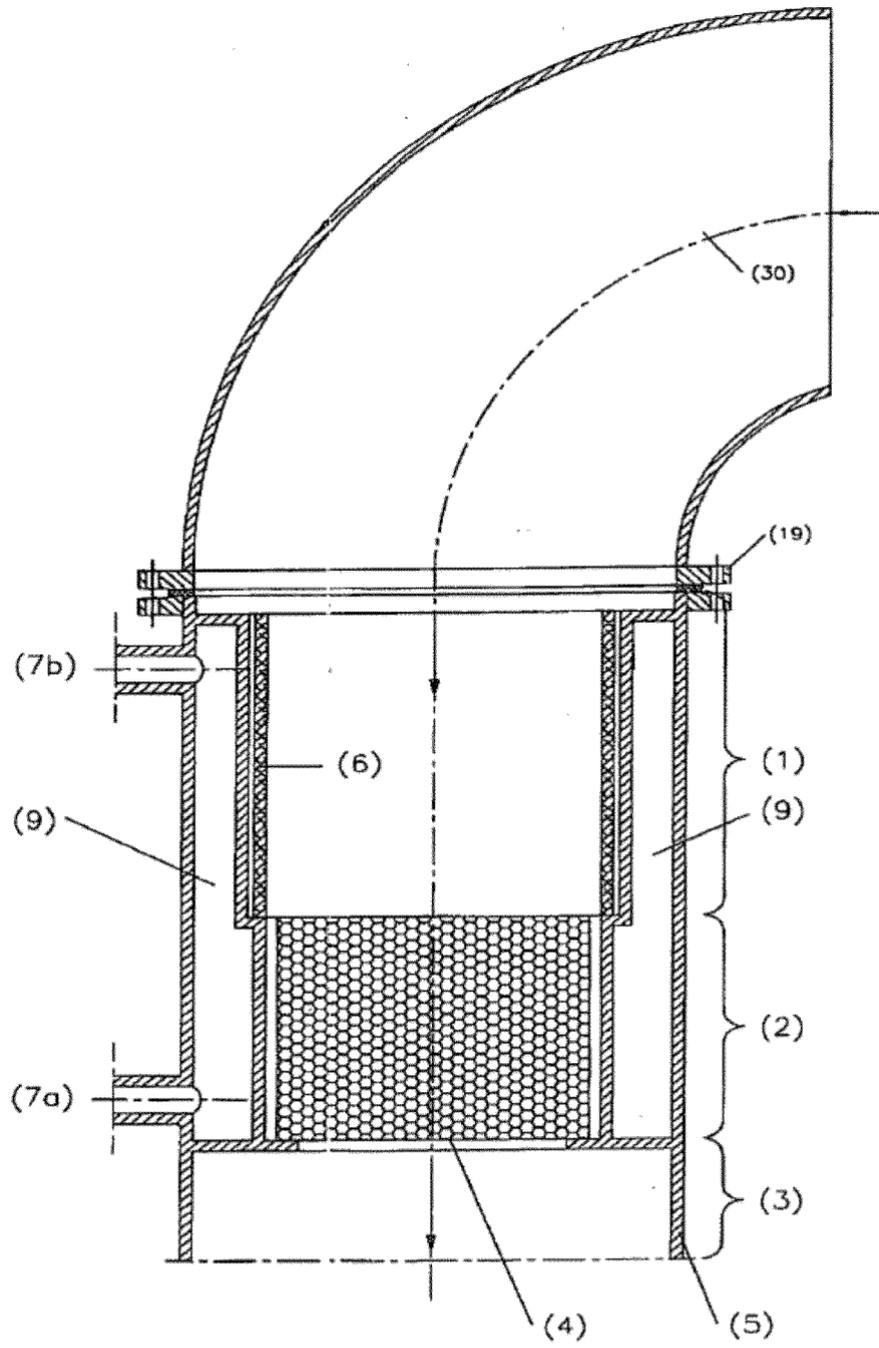


Figura 5

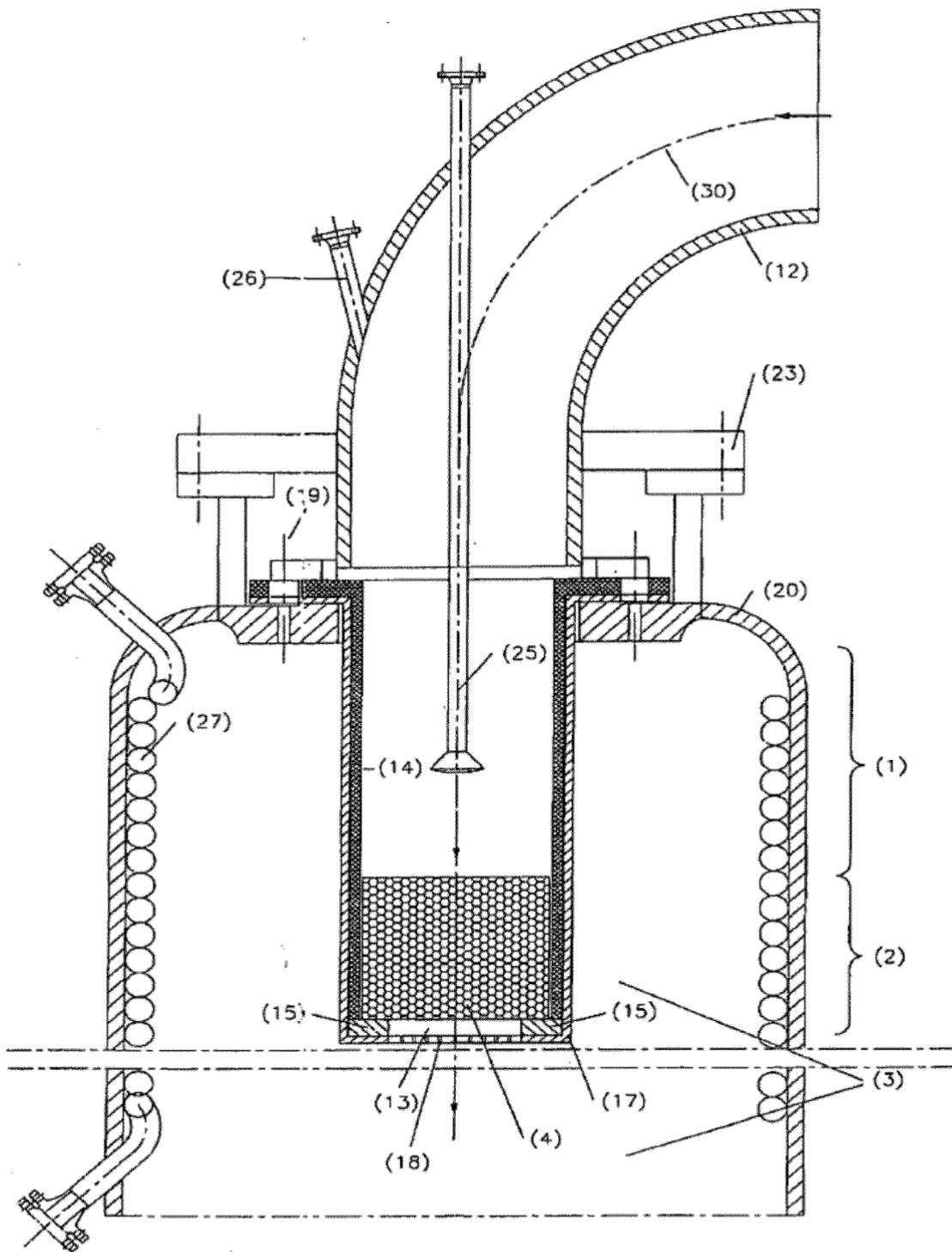


Figura 6

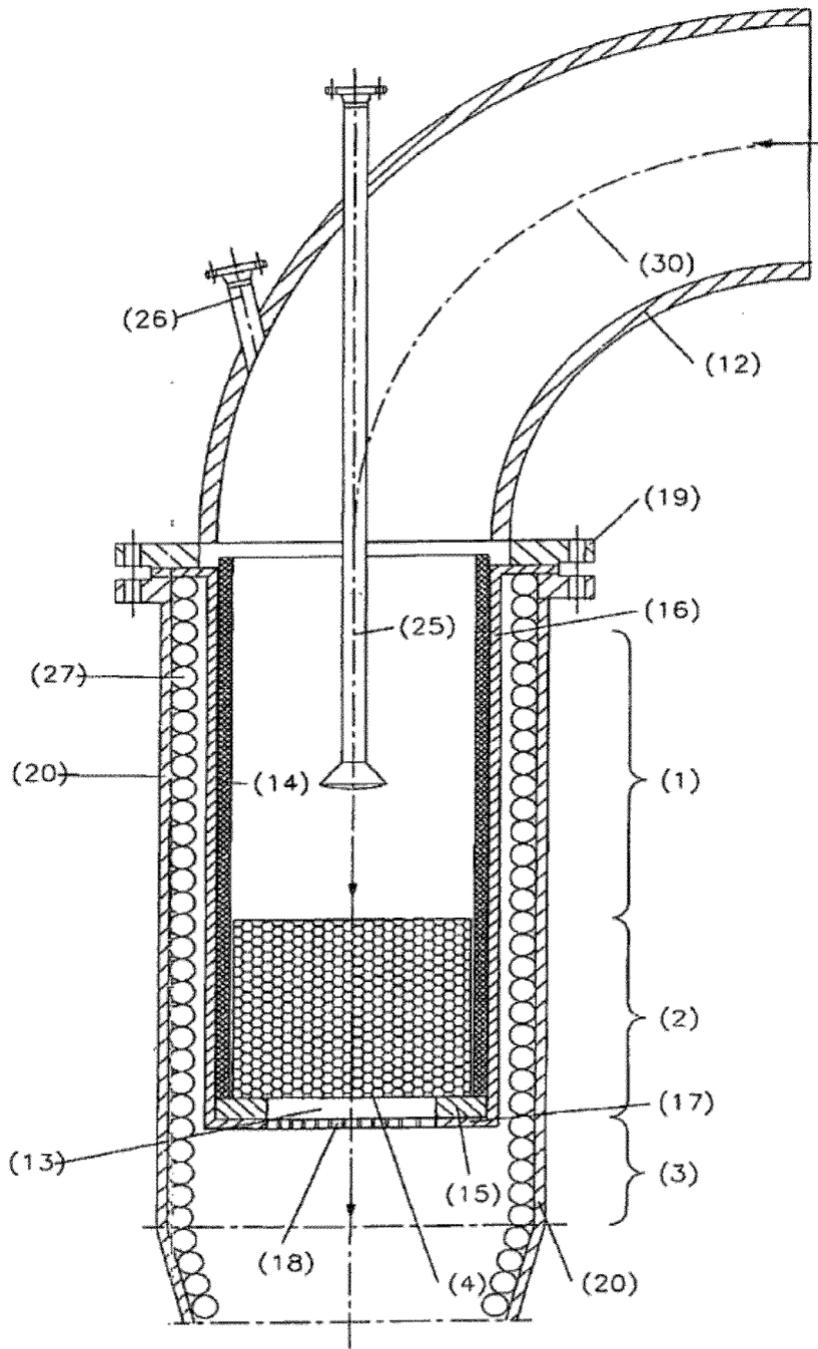


Figura 7

