

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

Facultad de Quimica

41

PREPARACION DE UN CATALIZADOR PARA LA REACCION
DE CLAUS: SU CARACTERIZACION

RITA HINOJOSA ALCALA
INGENIERO QUIMICO

1977



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

MEXICO NATIONAL UNIVERSITY

Tesis 1977

• DE ~~11-8~~

• ECHA _____

• REC _____

219



QUIMICA

JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE

Presidente:

Profr. MARTIN HERNANDEZ LUNA

Vocal:

Profr. ENRICO MARTINEZ SAENZ

Secretario:

Profr. JORGE RAMIREZ SOLIS

1er. Suplente:

Profr. GILDARDO ACOSTA RUIZ

2o. Suplente:

Profr. JOSE LUIS HERCE VIGIL

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:
FACULTAD DE QUIMICA

SUSTENTANTE:
RITA HINOJOSA ALCALA

ASESOR DEL TEMA:
DR. MARTIN HERNANDEZ LUNA

A MIS PADRES:

Sr. Vicente Hinojosa Zamudio.

Sra. Eusebia Alcalá de Hinojosa

*Que con su ejemplo y sacrificio
contribuyeron a mi formación -
profesional.*

A MIS HERMANOS:

*Por los estímulos y comprensión
que me brindaron.*

A TODOS MIS TIOS Y PRIMOS

A GILBERTO

El amor de mi vida

CON AGRADECIMIENTO A LOS DRS.

Enrico Martínez Saenz

Martín Hernández Luna

*Por su dirección en el Desarrollo
de este trabajo.*

A MIS MAESTROS Y COMPANEROS

C O N T E N I D O

	PAG
INTRODUCCION.....	1
CAPITULO I. <u>METODOS DE COMPACTACION DE ALUMINA</u>	
- PREPARACION DE OXIDO DE ALUMINIO EN FORMA ESFERICA	4
- METODO PARA PRODUCIR ALUMINA ACTIVA Y EL PRODUCTO- RESULTANTE.....	12
- METODO PARA PRODUCIR NODULOS DE ALUMINA ACTIVA....	17
CAPITULO II. <u>ASPECTOS EXPERIMENTALES</u>	
- EQUIPO Y MATERIALES.....	23
- PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	39
- METODO DE CALCULO.....	41
CAPITULO III. <u>RESULTADOS EXPERIMENTALES</u>	
- GRAFICAS.....	46-55
CAPITULO IV. <u>INTERPRETACION DE LOS RESULTADOS.</u>	
CONCLUSIONES.....	57
<u>APENDICE.</u>	
- TABLA DE DATOS EXPERIMENTALES.....	61-91

NOMENCLATURA

- F_0 = Gasto molar de H_2S a la entrada del reactor, (g-mol/min).
 F = Gasto molar de H_2S a la salida del reactor, (g-mol/min).
 ΔH_v = Calor de vaporización del compuesto, (cal/mol).
 N_I = Normalidad del Iodo, (mol I/lt).
 P = Presión, (m m Hg).
 Q = Gasto volumétrico, (cm^3 /min).
 R = Constante de los gases. (cal/mol °K)
 S_0 = Gasto molar de SO_2 a la entrada del reactor, (g-mol/min).
 S = Gasto molar de SO_2 a la salida del reactor, (g-mol/min).
 T_a = Temperatura ambiente, (°C, °K).
 T = Temperatura del medio de calentamiento, (°C).
 V_{H_2O} = Volumen de agua desplazada, (lt).
 V_{N_2} = Volumen de Nitrógeno a condiciones normales de presión y temperatura, (lt).
 \bar{V} = Volumen molar, (lt/mol).
 W = Masa del catalizador, (g).
 W/F = Espacio velocidad, (g-hr/g-mol).
 X = Conversión.
 $\%X$ = Porcentaje de conversión
 \bar{X} = Conversión promedio
 ρ = Densidad, (g/lt).

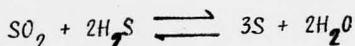
FIGURAS

- Figura I-1* Fuerza mecánica del óxido de aluminio como una función del consumo de HNO_3 .
- Figura I-2* Curvas Térmicas Diferenciales,
a) Antes de la peptización
b) Después de la formación de la partícula esférica y peptización.
- Figura I-3* Curvas Térmicas Diferenciales,
a) Muestra envejecida, una hora.
b) Muestra envejecida, 24 horas.
- Figura I-4* Distribución probable de las fases en el proceso para obtener un producto de Alúmina activa.
- Figura II-1* Diagrama del equipo utilizado.
- Figura II-2* Diagrama del reactor con medidas y especificaciones.
- Figura II-3 a II-5* Gráficas de la calibración de los medidores de N_2 , H_2S y SO_2 .
- Figura II-6* Equipo para condensar el gas sulfhídrico.
- Figs. III-1 a III-10* Gráficas de %X vs. W/F de los catalizadores tra bajados.

INTRODUCCION

Informaciones recientes nos indican que un buen porcentaje de azufre es obtenido por el proceso de recuperación a partir de gases naturales amargos y gases de refinería que contiene ácido sulfhídrico, este porcentaje se ha visto incrementado en gran medida con respecto a la cantidad de azufre que se obtiene directamente de yacimientos.

Existen varios procesos para recuperar azufre a partir de los gases, uno de los mas importantes es el proceso catalítico de Claus, denominado así en memoria a su inventor C. F. Claus. Este proceso se basa fundamentalmente en la siguiente reacción:



que debido a las condiciones a las que se opera, procede en fase gaseosa en presencia del sólido catalítico.

Para este proceso se han desarrollado una cantidad de catalizadores a base de bauxitas activadas, pero investigaciones recientes (1) reportan que se pueden obtener mejores resultados de conversión y selectividad utilizando como catalizadores alúminas tratadas.

En la actualidad los catalizadores para la reacción de Claus a base de alú-

mina, que se utilizan industrialmente son importados, por lo cual esta tesis en complemento con otros trabajos desarrollados en la Facultad de Química (2), (3), tiene como objetivo el caracterizar un catalizador a base de alúmina que cumpla o mejore las características de los catalizadores que se importan.

El plan de trabajo que se estableció inicialmente fue el probar la actividad catalítica de los catalizadores preparados en nuestro laboratorio en comparación con los importados de alúmina y bauxita utilizados en Pemex, seguido de un análisis de resultados para la selección del catalizador que proporcione la conversión mas alta. Posteriormente se procederá a su caracterización, trabajando a diferentes condiciones de operación, donde los parámetros básicos son la temperatura, los gastos en masa y la relación estequiométrica de los reactivos involucrados.

La actividad catalítica se medirá en términos de la conversión de reactivos a azufre en un reactor tubular de flujo, analizando la mezcla de productos y reactivos por un método yodométrico. Este sistema experimental es muy similar al previamente utilizado por Bárzana (3).

C A P I T U L O I

MÉTODOS DE COMPACTACION DE ALUMINA

- PREPARACION DE OXIDO DE ALUMINIO EN FORMA ESFERICA
- METODO PARA PRODUCIR ALUMINA ACTIVA Y EL PRODUCTO RESULTANTE
- METODO PARA PRODUCIR NODULOS DE ALUMINA ACTIVA

PREPARACION DE OXIDO DE ALUMINIO EN FORMA ESFERICA

El óxido de aluminio en forma esférica se usa como catalizador porque presenta las propiedades mecánicas siguientes: de características de empaque homogéneo, buena distribución de flujo y baja resistencia hidráulica.

La preparación de esferas de óxido de aluminio es ampliamente cubierta en la literatura. Por lo tanto basados en la literatura y en referencias de patentes, se sabe que una forma esférica de óxido de aluminio puede ser obtenida por cualquiera de dos medios: mecánico ó químico. Uno de los métodos involucra la formación en cilindros rotatorios, granuladores de tambor, o granuladores de platos. En este equipo, la pasta inicial pulverizada es granulada a esferas usando agentes liqantes específicos tales como ácidos, sales de aluminio de esos ácidos y otros. Los granulos de óxido de aluminio microesférico pueden ser obtenidos por el secado del sol de hidróxido de aluminio espreado.

Químicamente pueden ser obtenidas esferas de óxido de aluminio empezando con una mezcla pulverizada de óxido de aluminio ó hidrosales de aluminio y hexametiltetraamina. En este método el óxido de aluminio y una solución acuosa de sales de aluminio básicas nos forma una pasta, la cual es luego tratada con hexametiltetraamina y goteada dentro de un baño de aceite caliente. Las esferas suaves inicialmente son envejecidas en un medio ambiente básico, lavadas, secadas, y calcinadas.

El aumento de la resistencia mecánica en las partículas esféricas se explica por el hecho de que las sales de aluminio básicas, en presencia de hexametiltetraamina son transformadas en una gel de hidróxido, la cual forma una sustancia de ligamento en la fase orgánica. El método de precipitación en aceite frecuentemente citado tiene también varias desventajas, tales como un gran consumo de las bases orgánicas caras y la necesidad de remover contaminantes orgánicos durante el tratamiento térmico, lo cual afecta la estructura del óxido de aluminio. El lavado completo, anterior al tratamiento térmico, también causa deterioro de las esferas recién formadas, lo cual requiere un mayor tiempo de tratamiento en la fase orgánica. Esto a su vez, exige un aumento del tamaño del equipo y una disminución en la eficiencia del mismo.

El método mas simple de preparación de óxido de aluminio consiste en un endurecimiento instantáneo de las esferas en contacto con una solución de amoníaco.

En este caso, los experimentos fueron llevados a cabo usando hidróxido de aluminio obtenido en laboratorios a partir de hidróxido comercial usando sulfato de aluminio y sodio. Las condiciones de operación empleadas fueron controladas a temperaturas de 70 y 80°C, variando la concentración de sulfato de aluminio y sodio, así como la velocidad de precipitación.

Este método involucra la adición de un sol de hidróxido de aluminio en una columna diseñada especialmente para contener dos fases: una orgánica y una acuosa.

En la fase superior se forman gotitas esféricas que luego se endurecen en la fase inferior o sea la acuosa. Después se secan y se les da un tratamiento térmico, obteniéndose el producto de óxido de aluminio.

Inicialmente, la precipitación de hidróxido de aluminio fue llevada a cabo en una columna de vidrio conteniendo solución de amoníaco con componentes de superficie activa (para disminuir la tensión superficial en la interfase) y nafta. La solución inicial en la forma de un fluido parecido a una suspensión plástica, fue introducida a la columna usando una jeringa médica. La suspensión fue obtenida por pulverización completa del hidróxido de aluminio deshidratado con ácido nítrico en un mortero de porcelana. El uso de ácido nítrico facilita obtener una suspensión plástica homogénea.

Las partículas esféricas formadas fueron envejecidas en una solución de amoníaco por 60 minutos, luego removidas de la columna, filtradas y secadas para impedir aglomeración por esfuerzos superficiales (indeseables) las esferas fueron secadas muy lentamente. El producto húmedo fue secado por 48 horas en aire ambiente, 7 horas a 60°C, 14 horas a 110°C, y luego calentado por 6 horas a 550°C.

Las condiciones óptimas para la formación de esferas, fueron estudiadas variando los líquidos de la columna de acuerdo con los pesos de las fases líquidas respectivas, y la viscosidad inicial de la suspensión.

La peptización de hidróxido de aluminio fue llevada a cabo usando cantidades y concentraciones variadas de ácido nítrico.

Cuando las condiciones de formación se han establecido, se puede efectuar un escalamiento.

Las condiciones de formación fueron las mismas. El sol de hidróxido de aluminio fue obtenido por peptización de polvos de hidróxido en ácido nítrico y previamente secados en un molino de bolas. La suspensión así preparada fue introducida a través de un dosificador a la columna llenada con hidrocarburo y amoníaco. Las partículas esféricas formadas fueron transportadas en una corriente de amoníaco por la bomba al separador desde el cual, el producto sólido fue separado por sedimentación y el líquido se regresa al recipiente, el nivel de la interfase fue controlado por el recipiente, se puede concluir que son muchos los parámetros que afectan la preparación de esferas de óxido de aluminio. Los mejores resultados fueron obtenidos usando nafta en la parte superior de la columna. El uso de varias fracciones de nafta, o aceite mineral blanco no fue satisfactorio.

Si las gotitas (sol) formadas descienden muy rápido, impiden la formación propia de esferas y si es demasiado lento, las partículas esféricas se deforman.

A altas concentraciones de amoníaco, no afecta el proceso de formación de esferas mientras que a bajas concentraciones inhibe la formación propia de partículas esféricas.

El envejecimiento de las partículas esféricas en una solución amoniacal aumenta las fuerzas de las partículas. Las cuales llegan a ser suficientemente duras y no son deformadas durante las subsecuentes operaciones de descarga.

La preparación del sol de hidróxido es un parámetro clave en el proceso de formación de partículas esféricas. La pasta alimentada debe ser peptizada y tener una viscosidad la cual permita un flujo fácil de las gotitas a la entrada de la boquilla, sin embargo, la viscosidad no debe ser demasiado baja, puesto que las partículas de hidróxido así formadas disminuirán de tamaño substancialmente durante subsecuentes secados, debilitándose mecanicámente.

Otro parámetro importante, es la cantidad de ácido nítrico usado durante la peptización. La cantidad de ácido fue seleccionada experimentalmente de -- tal manera que se consiga una sol viscosa constante. Inicialmente las muestras fueron peptizadas con ácido nítrico diluido variando su concentración. El uso de ácido nítrico de 0.1 a 1% no produjo una pasta apropiada para obtener partículas esféricas, ya que las gotitas formadas se desintegran. -- Sin embargo, el uso de una solución de ácido nítrico al 2% resultó buena en la formación de partículas de forma esférica mas altas concentraciones de -- ácido condujeron a la formación de una gel coagulante en lugar de esferas.-- Aún mejores resultados fueron obtenidos por homogenización de las muestras-- iniciales con agua, hasta que una pasta de consistencia propia fue conseguida, solo entonces fue predeterminada la cantidad de ácido añadido para la -- peptización. Aún en el último caso, una gran cantidad de ácido puede cau-- sar dificultades en la formación de esferas, mientras que poco ácido inhibe la formación de las mismas. En el último caso, las gotas que entran en la-- columna pueden ser muy frágiles y pueden desintegrarse en la solución de -- amoniaco.

En resumen, el uso de grandes cantidades de ácido para la peptización, puede tener efectos indeseables en la textura del óxido de aluminio tratado -- térmicamente. Así, el presente estudio se ha concentrado en establecer las cantidades óptimas de ácido requerido para obtener un buen formado y una resistencia mecánica satisfactoria para las partículas de óxido de aluminio.

Los mejores resultados fueron obtenidos usando de 2 a 5 % HNO_3 (expresado - en base al peso de Al_2O_3).

Las mejores esferas formadas fueron obtenidas en el rango de 400-600 cp. - Otros parámetros importantes de un buen formado de pasta son los grados de dispersión de hidróxido de aluminio y el tiempo de peptización. Se estableció que el tiempo de peptización óptimo varía entre 1 y 1.5 horas, empleando un mortero de porcelana y de 2 a 3 horas usando un molino de bolas.

En síntesis los parámetros básicos del proceso, y la calidad del producto - final, dependen de las propiedades del hidróxido de aluminio inicial, tales como: pH, temperatura de precipitación, concentración del sulfato de aluminio-sodio y la velocidad de precipitación. Los mejores resultados fueron - obtenidos cuando el hidróxido de aluminio se precipitó a partir de solución de sulfato de aluminio-sodio a una concentración de 100 g Al_2O_3 /lt, y a una velocidad de 10 lt/hr, 78-80°C, y pH entre 6 y 8. La formación de partículas esféricas fue inhibida con el uso de otras muestras, teniendo una estructura similar a la bohemita pero preparada bajo diferentes condiciones.

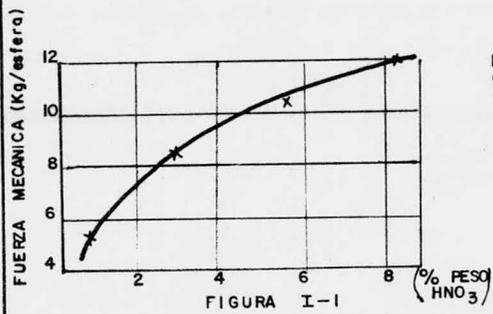
El estudio (4) muestra que las fuerzas del óxido de aluminio aumentan con -

la cantidad de ácido usado durante la peptización (figura I-1).

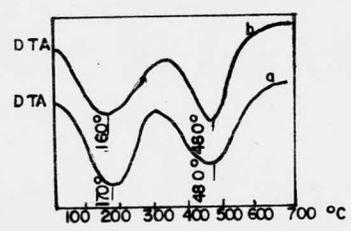
Aumentando el ácido nítrico mejora las fuerzas de la partícula, especialmente en los rangos más bajos de la adición de ácido. También se observó que la formación de partículas se dificulta con concentraciones de ácido arriba de 8% en peso.

Los estudios de rayos X indicaron que el ácido nítrico no tiene ningún efecto en las condiciones de peptización sobre la estructura de la boehmita de las muestras. Poco se observó por análisis término diferencial.

La curva térmica para el polvo de hidróxido inicial (figura I-2, a) es idéntica a aquella para una partícula de hidróxido esférica (figura I-2, b). La estructura es afectada sin embargo, por la duración del envejecimiento en la fase de amoníaco. Una hora de prueba de envejecimiento mostró que no hay cambio en la estructura (figura I-3, a). Sin embargo una prueba de 24 horas mostró una transformación parcial en la estructura (figura I-3, b).

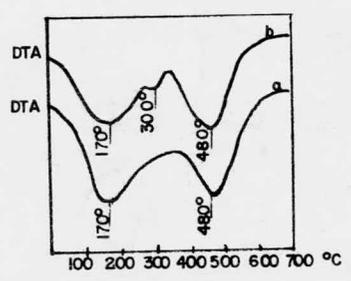


Fuerza mecánica del óxido de aluminio como una función del consumo del ácido nítrico.



Curvas Térmicas diferenciales:
 a.- antes de la peptización.
 b.- después de la formación de la partícula esférica y ----- peptización.

FIGURA I-2



Curvas Térmicas diferenciales:
 a.- muestra envejecida una hora.
 b.- muestra envejecida 24 horas.

FIGURA I-3

METODO PARA PRODUCIR ALUMINA ACTIVA Y EL PRODUCTO RESULTANTE

El presente método describe una técnica para producir alúmina activa de alta capacidad de adsorción y otras propiedades deseables como desecante y para otras aplicaciones de la alúmina activa.

El uso de sólidos adsorbentes para recuperar hidrocarburos, particularmente gasolina, de gas natural, ha llegado a ser de mayor importancia en los años recientes. En vista a los requerimientos de alta capacidad de adsorción y selectividad para hidrocarburos de una cadena de 5 carbonos y mayores, estos adsorbatos deben poseer la habilidad de desabsorber los hidrocarburos fácilmente durante la regeneración de el adsorbente.

En estas sustancias buenas resistencias físicas y estabilidad térmica son también deseables, así como una prolongada vida del adsorbente. El tener un calor específico bajo nos permitirá tener períodos cortos de regeneración, requiriendo menos calor y mas bajo el costo de regeneración. La configuración de las sustancias por absorber deberán tener una baja resistencia al flujo. La estabilidad química debe ser buena de tal manera que no reaccionará con el fluido. Por supuesto, la cualidad mas importante en un buen adsorbente es la habilidad para obtener altas eficiencias de adsorción en los períodos requeridos.

Los adsorbentes de alúmina activa han sido usados inicialmente como desecan

tes y luego por calcinación se pasa a alúmina trihidratada, la cual se tritura y dicho material se noduliza en configuraciones esféricas, posteriormente se rehidrata y se efectúa un curado en presencia de aire caliente por un período de tiempo definido, normalmente del orden de varios días o una semana, y finalmente, activando las partículas curadas por calentamiento. El presente método involucra la definición de las condiciones críticas de curado para la alúmina nodulizada, siendo posible obtener un producto de alúmina activa teniendo grandes incrementos en la capacidad de adsorción.

Figura (I-4) muestra esquemáticamente la distribución probable de las fases durante el proceso de este método. En cada uno está mostrado el rango aproximado de concentraciones de las fases, determinado por análisis en difracción de rayos X.

El proceso según el método con referencia a la figura (I-4) consiste en una calcinación selectiva de la alúmina trihidratada por ejemplo gibsita, tal como es obtenida de el proceso Bayer, la alúmina trihidratada es calcinada perdiendo aproximadamente de un 5 a 10% de su peso. La calcinación se efectúa pasando la alúmina trihidratada a través de gases calientes a una temperatura de 704° a 760°C. se cree que la capa de la superficie inmediata de la gibsita es convertida a χ -alúmina esencialmente, y el interior del material se convierte en ρ -alúmina. El análisis presentado sobre difracción de rayos X es tal que la mezcla es designada " χ - ρ " alúmina. La alúmina calcinada, se muele para obtener una distribución apropiada de tamaños de partículas. Después la alúmina es granulada o se hacen aglomerados con una

configuración deseada. La granulación o aglomeración se puede hacer por -- mezclar la alúmina con una pequeña cantidad de agua. Los granulos o aglome-- rados así formados son curados por inmersión en agua por un período de tiem-- po suficiente para rehidratar parcialmente la alúmina para producir un mate-- rial de transición, cuya constitución es de un 46 a cerca de 76% chi- ρ -- alúmina, de un 27 a cerca de 42% pseudoboehmita alúmina, de un 2 a cerca de 7% de bayerita alúmina y únicamente trazas de gibsita alúmina.

La rehidratación es el fenómeno de combinar moléculas de agua con moléculas de alúmina.

Durante la rehidratación las moléculas de agua aparentemente entran dentro del látice del cristal de la alúmina, modificando las partículas de alúmina para formar una masa firme. La temperatura del agua puede variar desde la temperatura ambiente a 100°C. Las condiciones óptimas de curado son en agua a una temperatura en el rango de 60 a 80°C. Durante un período de 8 horas. Después de curar los nodulos son activados por calentamiento para obtener - una alúmina en transición de una gran área superficial. La activación se-- efectúa pasando una corriente de aire caliente o gases de combustión a tra-- vés de un lecho de los aglomerados curados por un período de una hora apro-- ximadamente para calentar los aglomerados a una temperatura en el rango de-- 260 a 371°C., si la alúmina activada va a ser usada para adsorción de hidro-- carburos; y si la alúmina activada va a ser usada como un desecante la tem-- peratura de activación es en el rango de 371 a 454°C. Varias pruebas se -- han hecho para evaluar los adsorbentes. La mas satisfactoria desde el pun-- to de vista de determinar la capacidad de adsorción para recuperar hidrocar

buros consiste de una columna que se llena con los aglomerados o adsorbentes y un gas de una mezcla compleja de hidrocarburos es alimentado a través de la columna del adsorbente. El adsorbente en el fondo de la columna primero se satura con cada fracción de la mezcla de hidrocarburos. La saturación de las capas avanza progresivamente a través del adsorbente en la columna como una onda de material saturado. Si la longitud de la columna es establecida previamente, es luego posible comparar las capacidades de adsorción relativa de diferentes adsorbentes por determinar el tiempo requerido para la formación de una onda de saturación.

METODO PARA PRODUCIR NODULOS DE ALUMINA ACTIVA

Las alúminas activas las cuales son utilizadas en varias ramas de la industria química, por ejemplo, la industria del petróleo, son cristalinas o amorfas en estructura y son preparadas por varios métodos. Hay variaciones sustanciales químicas de las diferentes formas de la alúmina activa, estas diferencias son dadas al material durante las varias etapas de la manufactura de ésto. Sin embargo el presente conocimiento de producir alúmina activa ha sido ganando generalmente por observación empírica y no ha progresado aún a el punto donde uno pueda predecir con un grado razonable de confiabilidad, que propiedades pueden ser esperadas por un cambio particular o variación en cualquiera de los pasos de manufactura.

La alúmina activa puede ser manufacturada en forma de nódulos ó pellets, etc, en la forma de esferas ó formas parecidas, normalmente de tamaño y forma uniforme.

Los nódulos formados de alúmina activa son particularmente deseables a causa de que ellos pueden ser mas fácilmente manejados que el material granular. Muchas aplicaciones de el uso de alúmina activa, requieren que el material de alúmina activa tenga gran fuerza física, para que las partículas puedan ser colocadas en lechos de altura apreciable sin comprimirse las partículas del fondo y sin perdidas indebidas a causa de la atricción. Este -

es el caso, por ejemplo, donde la alúmina activa es usada para catalizado--
res ó adsorbentes.

Este método provee un procedimiento para obtener un material de alúmina ac-
tiva mejorada, de tamaño uniforme y en la forma de nódulos esféricos, te-
niendo una alta resistencia a la atrición, a la abrasión y a la compresión--
sin sacrificar otras calidades necesarias tales como capacidad adsorbente -
y área superficial de adsorción.

Un método convencional para producir nódulos de alúmina activa es un lecho-
de partículas de alúmina hidratada es primero parcialmente calcinado en un-
horno apropiado, posteriormente se disminuyen de tamaño y son mezcladas sub
secuente^{mente} con agua para nodulizar y aglomerar el material. Los nódulos
así producidos son curados por calentamientos a bajas temperaturas y luego
tratados con calor para conseguir los grados deseados de actividad.

Entre otros métodos los cuales han sido propuestos es un método, donde en la
etapa de calcinación las partículas de alúmina trihidratada son puestas en-
contacto con corrientes de gas caliente. El gas calentado deshidrata par-
cialmente las partículas de alúmina hidratada y continuamente saca el vapor
de agua de contacto con el producto calcinado. Tal técnica de calcinación--
puede ser realiz^{ada} en un horno de tubo largo en donde las partículas de alú
mina hidratada viajan por un corto tiempo con flujo de gases calientes a --
contracorriente.

Durante el desarrollo del método se descubrió un producto superior de alúmi

na activa.

El método involucra la formación de una mezcla de aire-combustible la cual es hecha para cubrir completamente a las partículas de alúmina hidratada rodeadas con la mezcla aire-combustible son pasadas a través de una zona de combustión, bajo una flama controlada y un tiempo de contacto suficiente para asegurarse que cada una de las partículas es principalmente calcinada, después de que cada partícula es calcinada se enfria rápidamente a una temperatura de el orden de un cuarto a un sexto de la temperatura de calcinación. Se encontró que es apropiado trabajar en rangos de temperatura del orden de 1649 a 1927°C seguidos por un rápido enfriamiento. Después de calcinar según el presente método, el producto deshidratado parcialmente es sujeto a pulverización y nodulización en la forma usual.

La descomposición de la alúmina trihidratada es altamente endotérmica y origina un alto consumo de calor, por lo cual debe tener un suministro adecuado de calor para obtener una buena calcinación.

Después de la calcinación, un enfriamiento rápido es necesario para reducir al mínimo las transformaciones térmicas y mejorar la organización cristalina.

La alimentación de las partículas de alúmina hidratada puede ser realizada continuamente ó en incrementos pequeños dentro de la flama.

De la calcinación resulta un producto de alúmina en transición, el cual, -- después de ser procesado en forma nodular, presenta gran fuerza física. Es

ta fuerza es obtenida sin sacrificar la actividad catalítica ó capacidad de absorción de los nódulos. Inmediatamente después de la calcinación, es rápidamente enfriado con gas frío (aire ambiente) a una temperatura de 260 a 399°C, y se disminuye a un tamaño de partícula fino (menor de 325 mallas).- Después de la pulverización, las partículas son nodulizadas al mezclar con agua para aglomerar. La nodulización es seguida por una etapa de curado en donde los nódulos son envejecidos por un período de tiempo para permitir -- que una rehidratación se lleve a cabo. En la rehidratación el agua en los nódulos es ligada químicamente.

Los nódulos curados son luego sujetos a un tratamiento de calor para activarlos, el cual se logra a una temperatura superior a 343°C durante un período de tiempo para conseguir los grados de activación deseados, es decir, 399°C. por cerca de una hora.

Para la práctica, cualquier alúmina hidratada puede ser usada como material de alimentación. Sin embargo, la alúmina trihidratada del proceso Bayer -- (esencialmente gibsita con impurezas las cuales son típicas del proceso Bayer) es apropiada para el método. El presente método permite la calcinación de partículas gruesas (por ejemplo, material de mas de 200 mallas, 90%) también como la de partículas finas (por ejemplo, material de mas de 325 -- mallas, 90%).

El agua para la nodulización es usada en cantidades de cerca de 50% por peso de la alúmina.

Los tamaños de los nódulos dependerán de las condiciones de nodulización, - tal como el tiempo de residencia en el nodulizador, la velocidad de alimentación, etc. El curado se puede conseguir durante un período de tiempo, de 24 horas, a una temperatura de 80°C. Sin embargo, el curado puede también ser conseguido por usar bajas temperaturas, tal como temperatura ambiente, - y períodos de tiempo mas largos.

Las características de la fuerza mecánica mostradas por el producto mejorado son ventajosas en cualquier proceso comercial que utilice un adsorbente ó catalizador sólido. Estas características de gran fuerza mecánica de el material de alúmina activa de este método resulta en menos pérdidas de polvo con lo cual reduce considerablemente ó elimina el taponamiento de equipo ó la contaminación de el material al ser procesado, -- una mas larga vida de la alúmina activa o del catalizador soportado en la alumina, y ciclos de vida mas largos y por lo tanto menos reemplazos del material de alúmina activa. Bajo estas características el sistema se ve mejorado sobre todo en la eficiencia.

CAPITULO II

ASPECTOS EXPERIMENTALES

- EQUIPO Y MATERIALES
- PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL
- METODO DE CALCULO

GENERALIDADES DEL EQUIPO Y MATERIALES

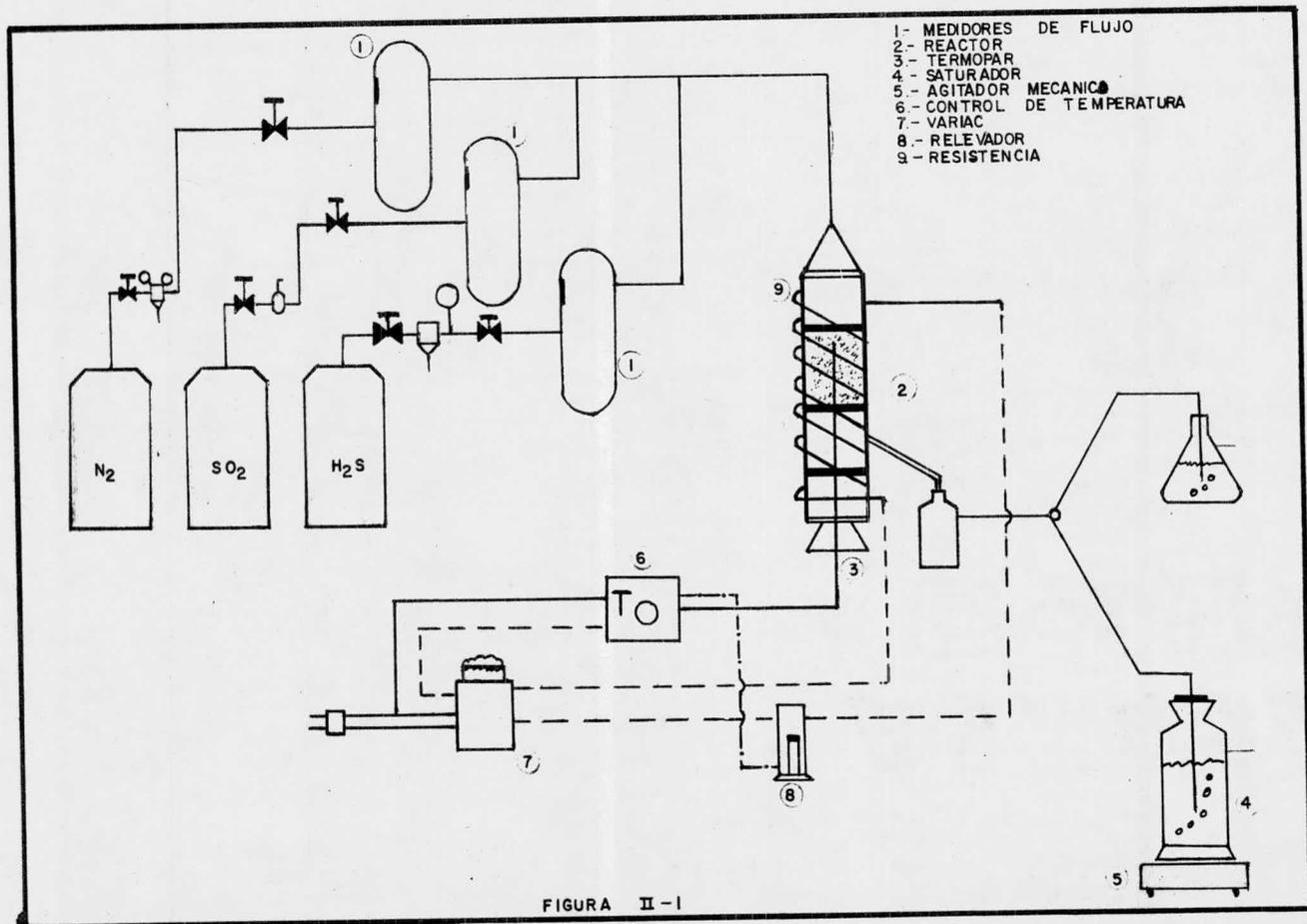
Como primeros elementos de la instalación se cuenta con cilindros a presión de los reactivos ácido sulfhídrico y dióxido de azufre y de nitrógeno como diluyente según puede observarse en la figura II-1. A la salida de cada cilindro existe una serie de válvulas reguladoras de presión y reguladoras de gasto y tres medidores de flujo. Posteriormente se encuentran un reactor tubular integral con calentamiento eléctrico y un sistema de control de temperatura. A la salida del reactor está colocado un recipiente de vidrio donde son condensados los productos de la reacción azufre y agua.

De este recipiente salen los gases, nitrógeno y mezcla ácido sulfhídrico y dióxido de azufre que no reaccionaron, para ser conducidos a dos posibles direcciones:

En una dirección, los gases son absorbidos y neutralizados en una solución de hidróxido de amonio, hasta alcanzarse el régimen permanente en el sistema. Una vez alcanzada la constancia de condiciones de operación, mediante una llave de tres pasos se envía la corriente gaseosa a la segunda dirección en la cual, gases son llevados a un saturador de muestreo, donde se realiza un análisis cuantitativo.

1.- Especificaciones del equipo y materiales.

La instalación empleada puede considerarse constituida esencialmente por dos



partes: reactor catalítico y accesorios.

Dicha instalación se encuentra soportada por una estructura construida con varilla de fierro.

1.1.- Reactor catalítico.

El reactor catalítico fue construido en el taller de soplado de vidrio de la División de Estudios Superiores de la Facultad de Química. En la Figura -- II-2, se presenta el diagrama del reactor con medidas y especificaciones. - Dicho reactor está constituido por un tubo de vidrio de pared gruesa con 3-centímetros de diámetro externo.

La entrada del reactor está en la parte superior del tubo y la salida en la parte lateral inferior. En la parte inferior del tubo se encuentra insertado el termopozo que corre a todo lo largo del reactor.

En el interior del reactor se encuentran acoplados los discos de vidrio fijos y situados a ambos lados de la salida lateral, con un orificio central que permite el paso del termopozo. El disco superior es de vidrio poroso - y tiene la finalidad de soportar al catalizador, permitiendo el paso de gases. El disco inferior es de vidrio no poroso y su objetivo es orientar a los gases hacia la salida lateral.

1.2.- Accesorios.

1.2.1.- Cilindros a presión.- La carga de dióxido de azufre fue obtenida -

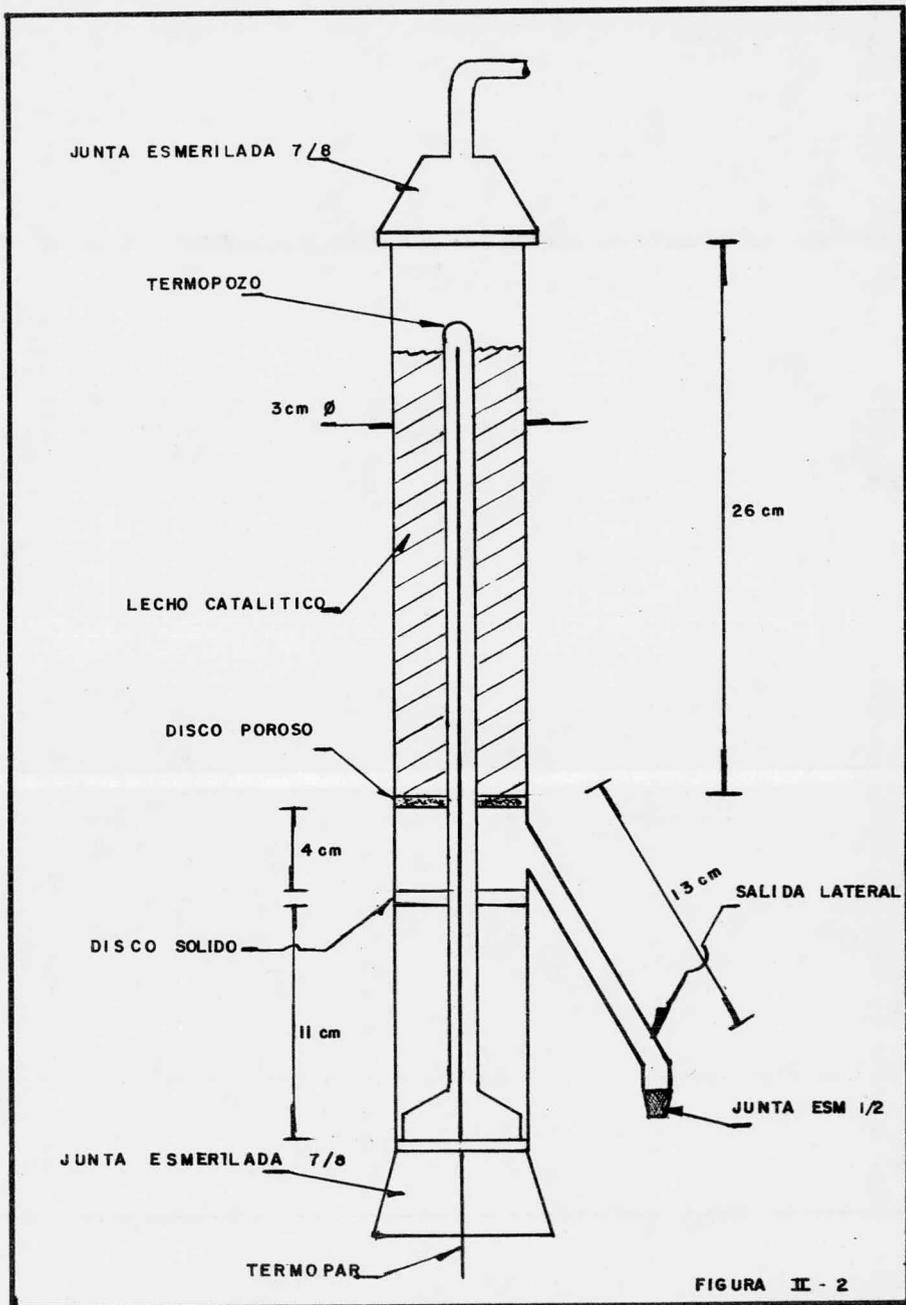


FIGURA II - 2

de Halocarburos S.A. y la de nitrógeno de AGA. En vista de la inexistencia de cilindros de ácido sulfhídrico a la venta en México, hubo la necesidad de conseguirlo en forma indirecta y su descripción se encuentra contenida a la sección 1.2.6. de este capítulo.

A la salida de cada tanque se contó con válvulas reguladoras de presión y manómetros intermedios. Para el ácido sulfhídrico, por problemas de corrosión, hubo necesidad de emplear un regulador de presión de acero inoxidable marca Matheson.

Las líneas intermedias, hasta llegar a los medidores de flujo, fueron de cobre para el dióxido de azufre, de fierro galvanizado para el ácido sulfhídrico, y de vidrio con mangueras de alta presión para el nitrógeno.

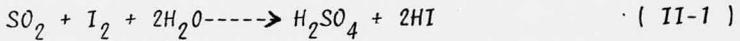
El gasto a los medidores de flujo fue controlado con válvulas de agujas de acero inoxidable.

1.2.2.- Medidores de flujo.- Los medidores de flujo consistieron de tubos de vidrio en U, tipo manómetro, acoplados a un tubo capilar de vidrio. Mediante este método sencillo se obtuvo una relación entre el gasto y la diferencia de alturas.

Para el nitrógeno se utiliza mercurio como referencia, y para los medidores de ácido sulfhídrico y dióxido de azufre se empleó aceite meriam con colorante especial para manómetros.

La calibración de los medidores de flujo de dióxido de azufre y de ácido --

sulfhídrico se logró haciendo reaccionar los gases con una cantidad determinada de solución de Iodo de concentración conocida y tomando el tiempo consumido utilizando almidón como indicador. Las reacciones involucradas son las siguientes.



Dado que ambos gases reaccionan mol a mol con el iodo, conociendo el número de moles de I_2 presentes en el punto de muestreo y el tiempo que tardan en consumirse, según las reacciones II-1 y II-2, se calculó el gasto molar suministrado, el cual se relacionó con la diferencia de alturas alcanzada en el medidor de flujo correspondiente.

La calibración del medidor de flujo de nitrógeno se hizo midiendo el agua desplazada de un embudo de separación en un tiempo determinado. Este embudo fue colocado a la salida del saturador de muestreo. El volumen de agua recogido debe entonces corregirse a condiciones normales por efectos de presión y temperatura, con el objeto de relacionarlo con el gasto volumétrico de nitrógeno normal.

La presión en el punto de muestreo estará dada por la siguiente relación:

$$P = P' - P'' \leq P^0 \quad (\text{II-3})$$

donde:

P = Presión en el punto de muestreo

P' = Presión de entrada al saturador

P'' \cong Presión hidrostática de la solución de I_2 .

P^o = Presión de vapor del agua a temperatura ambiente.

por lo tanto:

$$V_{N_2 \text{ normal}} = V_{H_2O} \times \left(\frac{P' - P'' - P^o}{760} \right) \times \frac{273}{273 + T_a} \quad (II-4)$$

para nuestro caso,

$$P' = 590 \text{ mm Hg}$$

$$P'' \cong 5 \text{ pulgadas de agua} = 9.34 \text{ mm Hg}$$

$$T_a = 20^\circ\text{C} = 293^\circ\text{K}$$

$$P_{t_a}^o = 17.53 \text{ mm Hg}$$

Sustituyendo este valor en la ecuación II-4, obtendremos la ecuación II-5,

$$V_{N_2 \text{ normal}} = 0.69 V_{H_2O} \quad (II-5)$$

Las densidades y volúmenes molares a condiciones normales son las siguientes,

$$\begin{array}{ll} \rho_{H_2S} = 1.539 \text{ g/lt} & \bar{V}_{H_2S} = 22.14 \text{ lt/mol} \\ \rho_{SO_2} = 2.9268 \text{ g/lt} & \bar{V}_{SO_2} = 21.89 \text{ lt/mol} \\ \rho_{N_2} = 1.2507 \text{ g/lt} & \bar{V}_{N_2} = 22.38 \text{ lt/mol} \end{array}$$

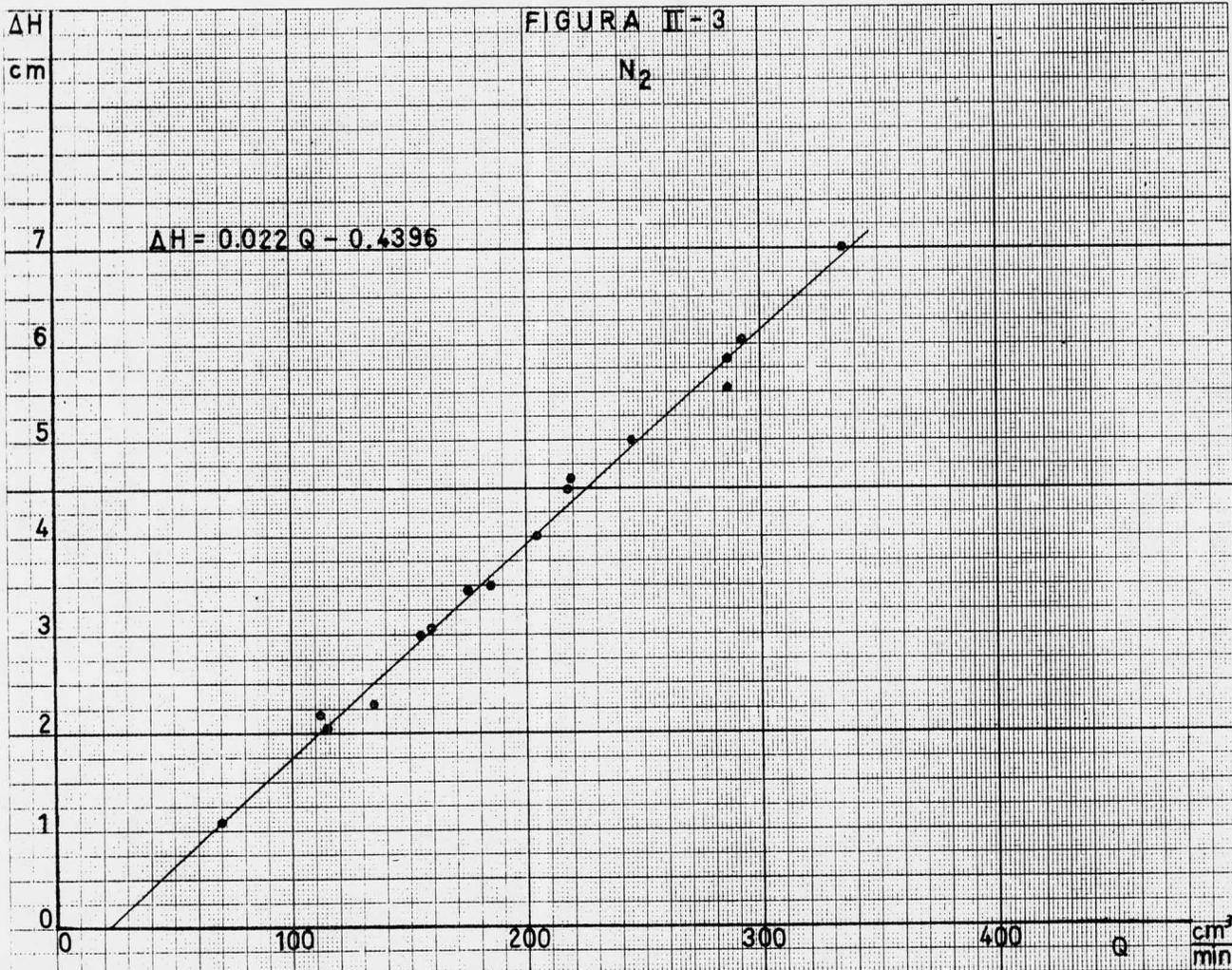
En las figuras II-3, II-4, II-5 se presentan las gráficas correspondientes a la calibración de los medidores de flujo.

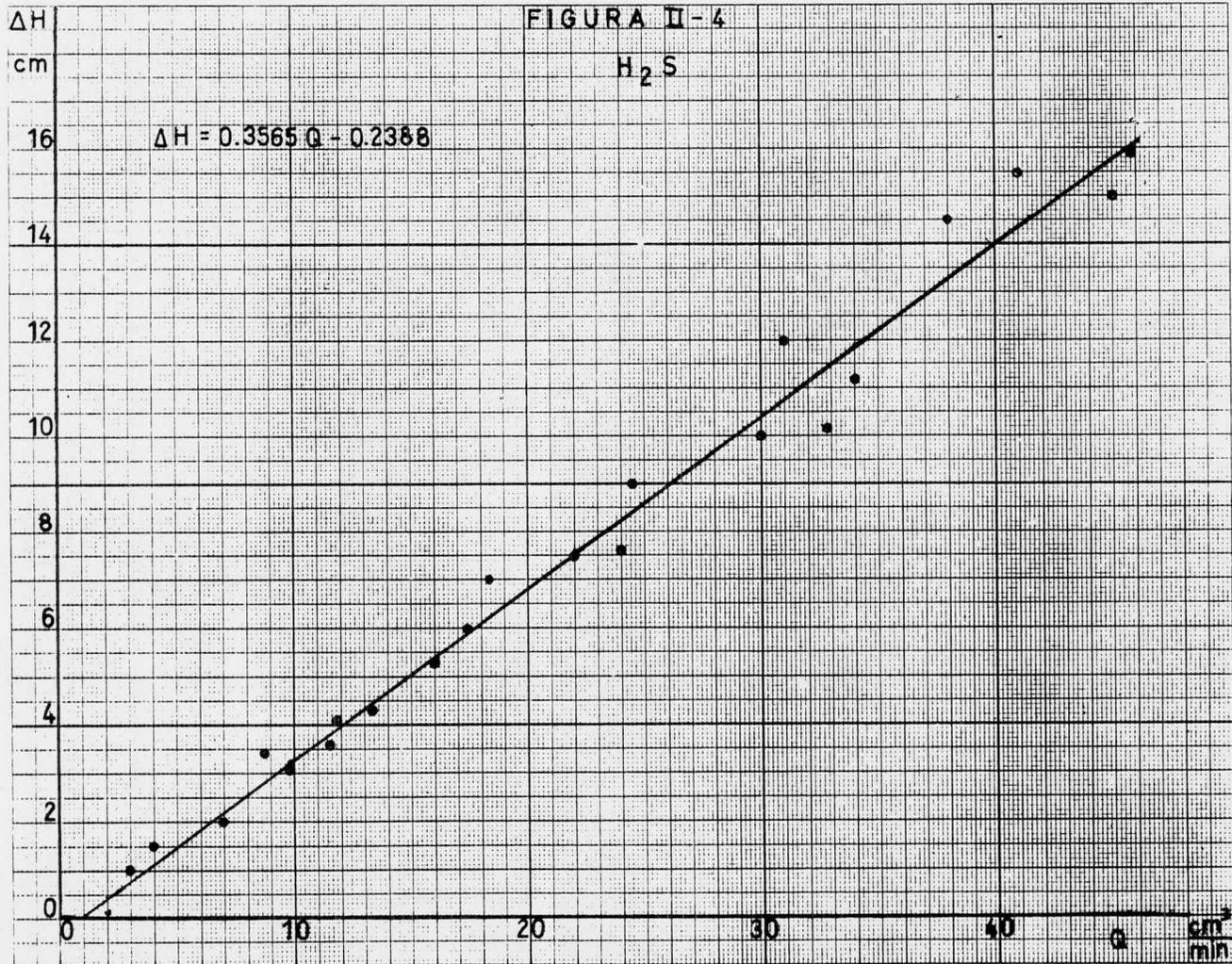
1. 2. 3.- Sistema de control de temperatura en el reactor. El calentamiento del reactor se hizo por medio de una resistencia eléctrica conectada a un variac para regular la intensidad de corriente suministrada. La temperatura en el lecho catalítico se detectaba con un termopar de fierro-constantano acoplado a un control de temperatura conectado en serie con un relevador de corriente. La operación completa de este sistema es la siguiente: - cuando el termopar detecta la temperatura deseada, el revelador es accionado abriéndose el circuito en la resistencia eléctrica. Si la temperatura detectada es menor a la establecida, el relevador cierra el circuito, suministrándose corriente a la resistencia eléctrica.

1. 2. 4.- Análisis de los gases no reaccionados-- Este elemento es constituido por un saturador de vidrio, alto y de diámetro pequeño, y un sistema auxiliar de agitación mecánica. En el saturador se colocan 25 ml de solución de iodo de concentración conocida y se llena con agua hasta una altura de 15 cm, el flujo de gases no reaccionados (H_2S y SO_2) se calcula según el método utilizado para la calibración de los medidores de flujo en la sección 1. 2. 2.

FIGURA II-3

N₂



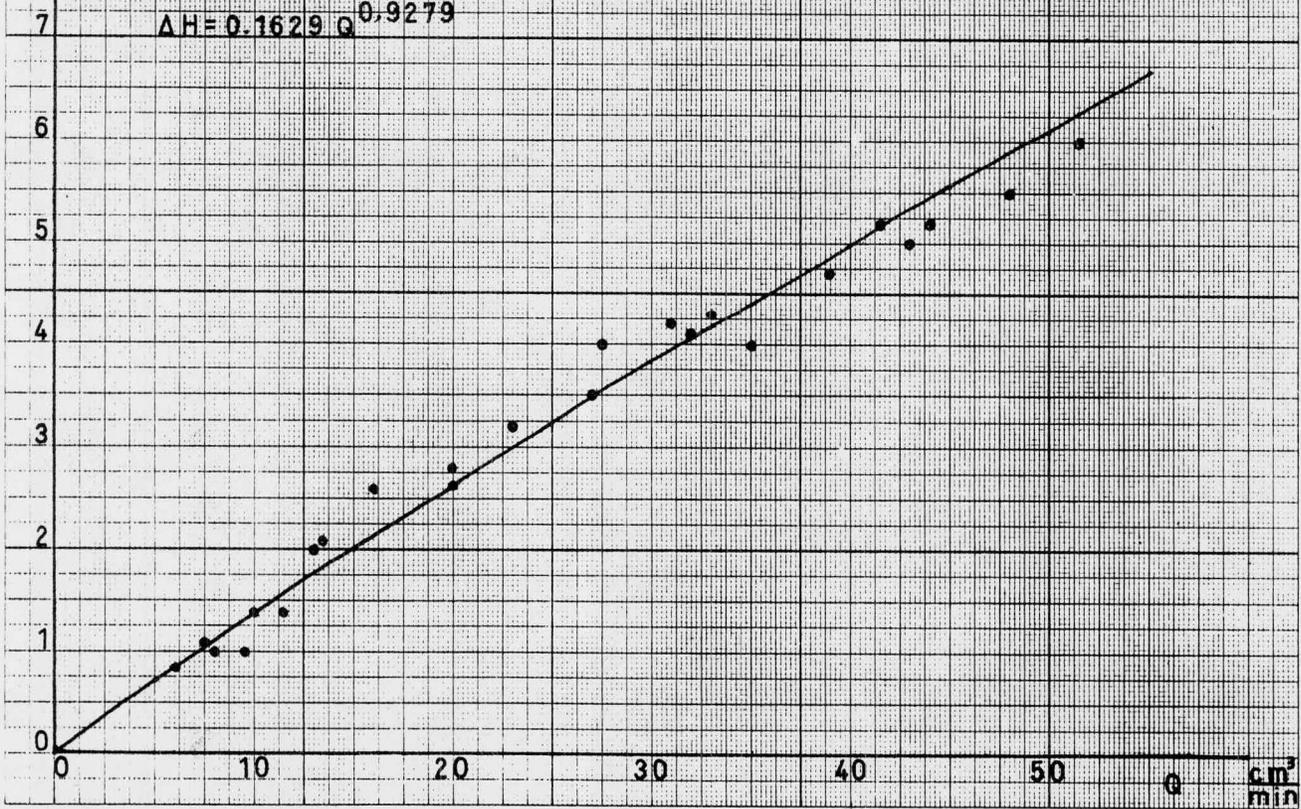


ΔH
cm

FIGURA II-5

SO₂

$\Delta H = 0.1629 Q^{0.9279}$



El objeto de utilizar agitación mecánica y un saturador alto con diámetro pequeño, es únicamente lograr un mejor contacto gas - líquido.

1. 2. 5.- Líneas del sistema.- Todas las líneas empleadas fueron de vidrio y se utilizó manguera de polietileno transparente para las uniones.

1. 2. 6.- Obtención del reactivo ácido sulfhídrico.- Es importante señalar que este punto constituyó uno de los principales problemas en el desarrollo de esta tesis.

Para obtener el ácido sulfhídrico, se recurrió al llenado de un cilindro de alta presión, utilizando el método de condensación por enfriamiento.

La fuente de ácido sulfhídrico inicialmente fue la refinería "18 de marzo" perteneciente a Petróleos Mexicanos en sus instalaciones de Azcapotzalco, - D.F. Para ello se contó con una línea secundaria de H_2S a baja presión de la planta catalítica recuperadora de azufre.

Para determinar las condiciones de condensación se hicieron los siguientes cálculos:

Conociendo la temperatura normal de ebullición del ácido sulfhídrico, la temperatura de condensación en la Ciudad de México estará dada por la ecuación integrada de Clausius - Clapeyron, escrita a continuación,

$$\ln \frac{P_1}{P_2} = \frac{\Delta H_v}{R} \left[\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right] \quad (II-6)$$

Para nuestro caso particular,

$$\Delta H_v = 4463 \text{ cal/mol}$$

$$P_1 = 760 \text{ mm Hg}$$

$$P_2 = 585 \text{ mm Hg}$$

$$T_1 = -60.4^\circ\text{C} = 212.6^\circ\text{K}$$

$$T_2 = \text{Temperatura de condensaci3n a 585 mm Hg}$$

Despejando T_2 de la ecuaci3n II-6 y sustituyendo valores:

$$T_2 = -65^\circ\text{C}$$

A temperatura ambiente, la presi3n del 3cido sulfh3drico l3quido ser3:

$$P_a = P_b \exp \frac{\Delta H_v}{R} \left[\frac{T_a - T_b}{T_a T_b} \right] \quad (\text{II-7})$$

Donde

$$P_b = 760 \text{ mm Hg}$$

$$T_b = -60.4^\circ\text{C} = 212.6^\circ\text{K}$$

$$T_a = 20^\circ\text{C} = 293^\circ\text{K}$$

$$P_a = \text{Presi3n del H}_2\text{S l3quido a temp. ambiente}$$

sustituyendo valores y resolviendo,

$$P_a = 17.7 \text{ atm} = 18.28 \text{ Kg/cm}^2$$

Como recipiente de llenado se consiguió un cilindro de fierro de alta presión y se cambió la válvula de salida original por otra de acero inoxidable, con objeto de evitar corrosión. A continuación se colocó una válvula reguladora de presión y un manómetro con alma de acero inoxidable. Las conexiones se hicieron con tubería comercial de fierro galvanizado con costura.

Debido a la alta presión del sulfhídrico líquido a temperatura ambiente, -- las conexiones mencionadas fueron sometidas a pruebas de presión previas al llenado, hasta una presión de 35 Kg/cm^2 con resultados satisfactorios. Estas pruebas se realizaron en el Centro de Materiales de la U.N.A.M.

Siendo, pues, necesario condensar el gas sulfhídrico a una temperatura de -65°C , se decidió utilizar dióxido de carbono sólido - hielo seco - como medio de enfriamiento en virtud de que cumplía con los requerimientos planteados. A la presión de la Ciudad de México, la temperatura de sublimación -- del "hielo seco" es -84°C .

El equipo para condensar el gas sulfhídrico se presenta en la figura II-6 - El cilindro de llenado fue colocado en el centro de un tanque de lámina -- empacado con "hielo seco" y, con el objeto de lograr una alta eficiencia -- en la condensación, la pared interna del tanque fue aislada térmicamente -- con cartón de asbesto y espuma de poliuretano. La línea de ácido sulfhídrico a baja presión fue unida al cilindro mediante una válvula de aguja de -- acero inoxidable que permite el paso del gas en ambos sentidos.

Antes de concluir la serie de corridas experimentales se terminó el ácido -

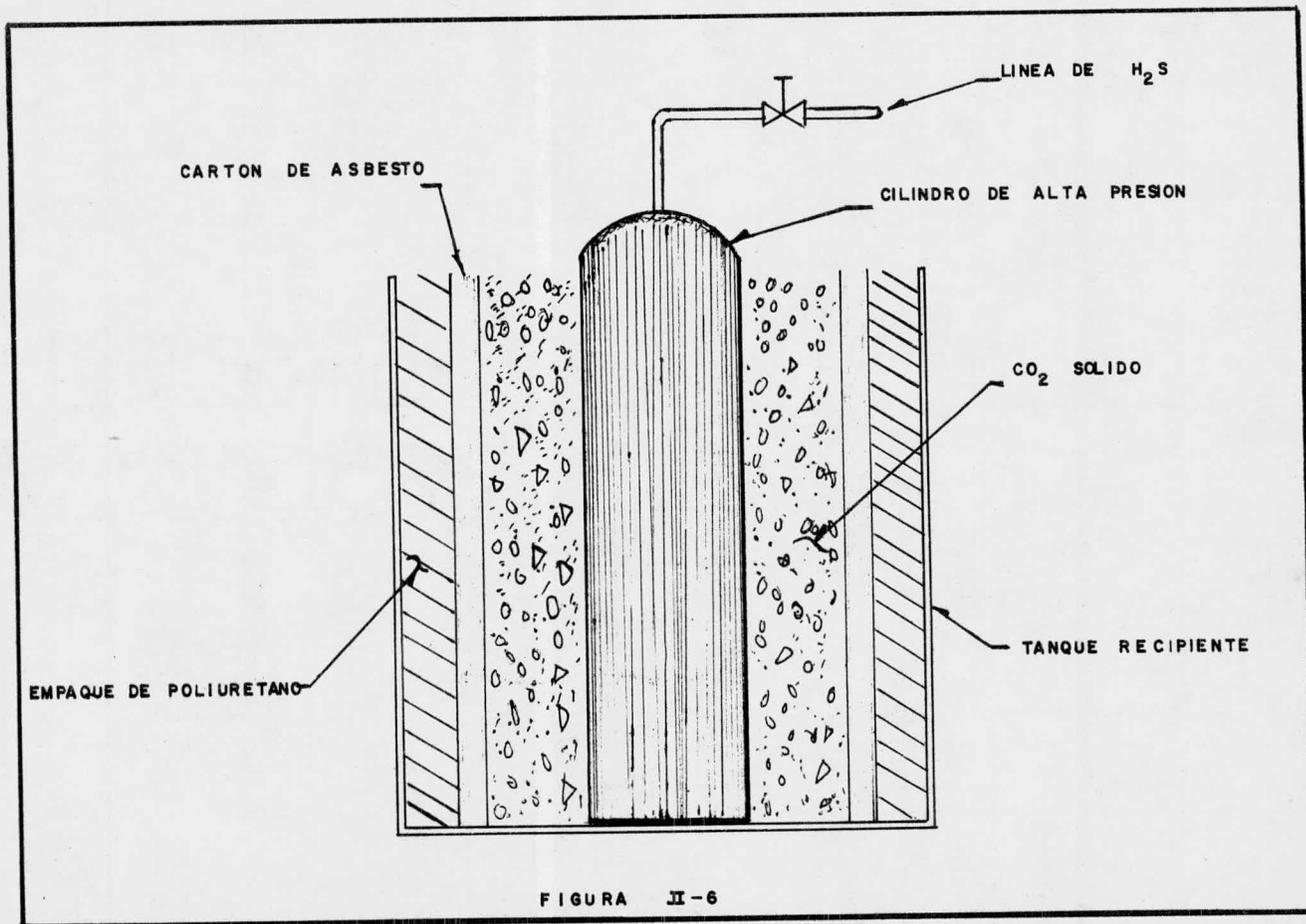


FIGURA II-6

sulfhídrico por lo cual para poder continuar hubo necesidad de fabricar más ácido sulfhídrico sólo que este se obtuvo a nivel laboratorio mediante la reacción de pirita y ácido clorhídrico procediendo a la condensación del -- ácido sulfhídrico a las condiciones anteriormente señaladas.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

Técnica:

- A) Encendido
- B) Operación
- C) Apagado.

A) Encendido:

Conectar la resistencia del reactor a una línea de 110 V., observando que el variac este a un 16% del voltaje y marcar en el control de temperatura - 50°C, cuando éste se apague, aumentar otros 50°C, y así sucesivamente hasta llegar a la temperatura de trabajo.

Después se abre la válvula del tanque de N_2 y se controla la presión con un regulador a 1 ó 1.5 Kg/cm^2 , enseguida se abre la válvula de aguja que regula el gasto, poco a poco hasta llegar el gasto requerido de N_2 en el medidor de orificio. Una vez obtenido esto, se procede a alimentar SO_2 en la misma forma como se hizo con el N_2 . A continuación se abre el tanque de H_2S y se regula la presión con una válvula de aguja a 20 ó 30 lb/in^2 , después se abre otra válvula de aguja que sirve para regular el gasto H_2S hasta lograr el - gasto requerido.

Va que todos los gastos sean los requeridos y además estén estables, se pro

cede a la operación del reactor propiamente dicha.

B) Operación:

La operación, consiste en analizar, a la salida del reactor, los gases de H_2S , y SO_2 que no reaccionan, procediendo de la siguiente forma:

Se cambia la llave de paso de tal manera que los gases que no reaccionan y que normalmente se absorben en la solución de amoníaco, ahora vayan al saturador con Iodo para hacer la determinación, y en ese instante se toma el tiempo con un cronómetro para determinar cuanto tarda en reaccionar el Iodo; en el momento en que éste termine de reaccionar, se para el cronómetro y se vuelve a cambiar la dirección de flujo de los gases hacia la solución de amoníaco.

Cuando ya se tienen varios tiempos iguales o semejantes se considera que se ha alcanzado el régimen permanente y por lo tanto, el dato es adecuado. Así, se procede a efectuar el análisis para otros flujos en la misma forma y cuando ya se han determinado los datos para los diferentes flujos, se efectúa la operación de apagado para proceder al cambio de catalizador y repetir la técnica anteriormente descrita con otra muestra.

C) Apagado.

Se cierran las válvulas de H_2S en el mismo orden que se abren, después las del SO_2 dejando fluir únicamente las del N_2 durante un tiempo de 5 a 10 minutos para eliminar los reactivos de las líneas; se desconecta la resistencia y se cierra el flujo de N_2 , desconectándose por último la salida de los gases de la solución neutralizante para evitar un sifoneo.

METODO DE CALCULO

En la tabla II-1, se presentan a manera de ejemplo, los resultados obtenidos para determinar la conversión de la Bauxita, bajo las siguientes condiciones de operación:

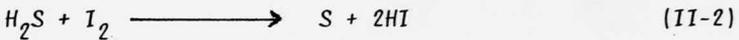
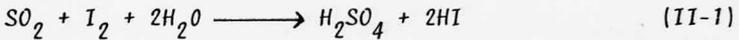
$$T = 300^{\circ}\text{C}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg}$$

$$\frac{W}{F} = 90 \frac{(\text{g cat-hr})}{(\text{g-mol})}$$

$$N_I = 0.0988 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$$

Recordando las reacciones involucradas en el análisis de productos:



el número de moles de iodo molecular (I_2) en una muestra de 25 ml. de solución de iodo atómico (I) es:

$$0.0988 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}} \times \frac{1 \text{ mol } \text{I}_2}{2 \text{ mol I}} \times \frac{1 \text{ lt}}{10^3 \text{ ml}} \times 25 \text{ ml} = 1.235 \times 10^{-3} \text{ mol } \text{I}_2$$

Ahora el número de moles de H_2S y SO_2 no reaccionadas o sea F + S se calcula

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 300^{\circ}\text{C}$

$\frac{W}{F} = 90 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$

$N_1 = 0.0988 \frac{\text{moles I}}{\text{lit}}$

CORRI DA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + s) \times 10^3$	% X
1	1.847	1.77	3.617	0.5	1.235×10^3	2.47	41.4
2	"	"	"	0.483	"	2.557	38.26
3	"	"	"	0.45	"	2.74	31.65
4	"	"	"	0.466	"	2.65	34.9
5	"	"	"	0.466	"	2.65	34.9

$\bar{x} = 36.22$

como ya se había dicho:

$$F + S = \frac{\text{moles } I_2 \text{ en 25 ml. de solución}}{\text{Tiempo que tardan en reaccionar}}$$

considerando la corrida 2 de la misma tabla queda:

$$F + S = \frac{1.235 \times 10^{-3} \text{ moles } I_2}{0.483 \text{ min}} = 2.557 \times 10^{-3} \frac{\text{moles } I_2}{\text{min}}$$

$$F + S = 2.557 \times 10^{-3} \frac{\text{MOLES } H_2S + SO_2 \text{ no reaccionadas}}{\text{min}}$$

Va que las moles $I_2 = \text{moles } H_2S + SO_2$ de acuerdo a las reacciones (II-1) y (II-2).

V por último para determinar la conversión, se usa la siguiente ecuación:

$$X = \frac{2}{3 F_0} \left[(F_0 + S_0) - (F + S) \right]$$

Así pues, usando la misma corrida:

$$X = \frac{2}{3(1.84 \times 10^{-3})} \left[3.617 \times 10^{-3} - 2.557 \times 10^{-3} \right]$$

$$X = 0.3826$$

V el por ciento de conversión es:

$$\% X = 38.26$$

C A P I T U L O I I I

R E S U L T A D O S E X P E R I M E N T A L E S

- G R A F I C A S .

A continuación se muestran los resultados los cuales se graficaron como con versión contra espacio velocidad a las temperaturas de 20, 250, 300 y 330°C y para varias muestras como son: Bauxita, Alúmina Kaiser, y Alúminas impreg nadas de Fierro con los siguientes porcentajes: 2.3, 2.5, 2.7, 3.0 y 3.4.

FIGURA III-1

BAUXITA

T = 300°C

P = 590 mm Hg

X
%

100

90

80

70

60

50

40

30

20

10

0

100

200

300

400

500

$\frac{W}{F}$

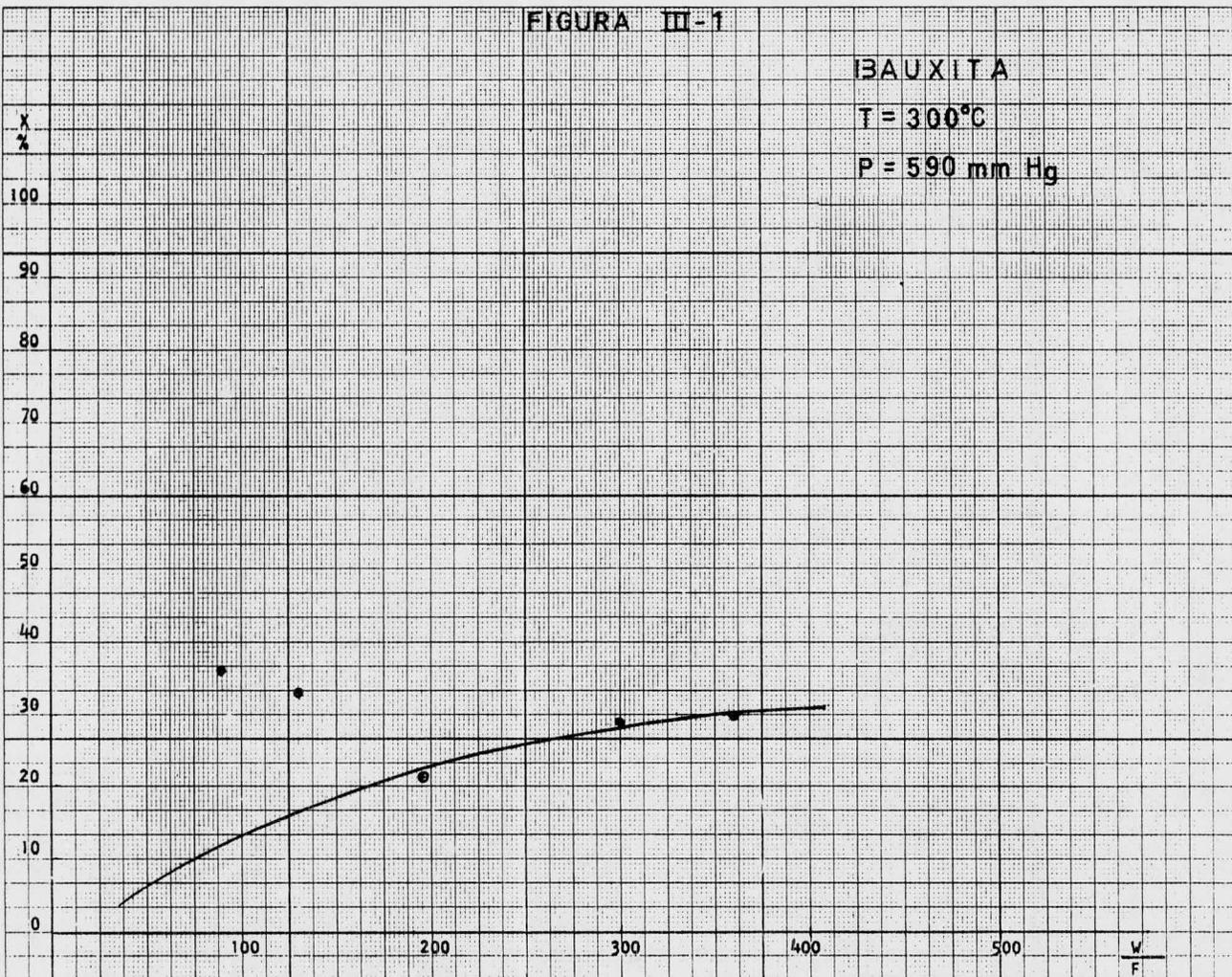


FIGURA II-2

ALUMINA 2.5%Fe

T = 300°C

P = 590 mm Hg

X
%

100

90

80

70

60

50

40

30

20

10

0

100

200

300

400

500

$\frac{W}{F}$

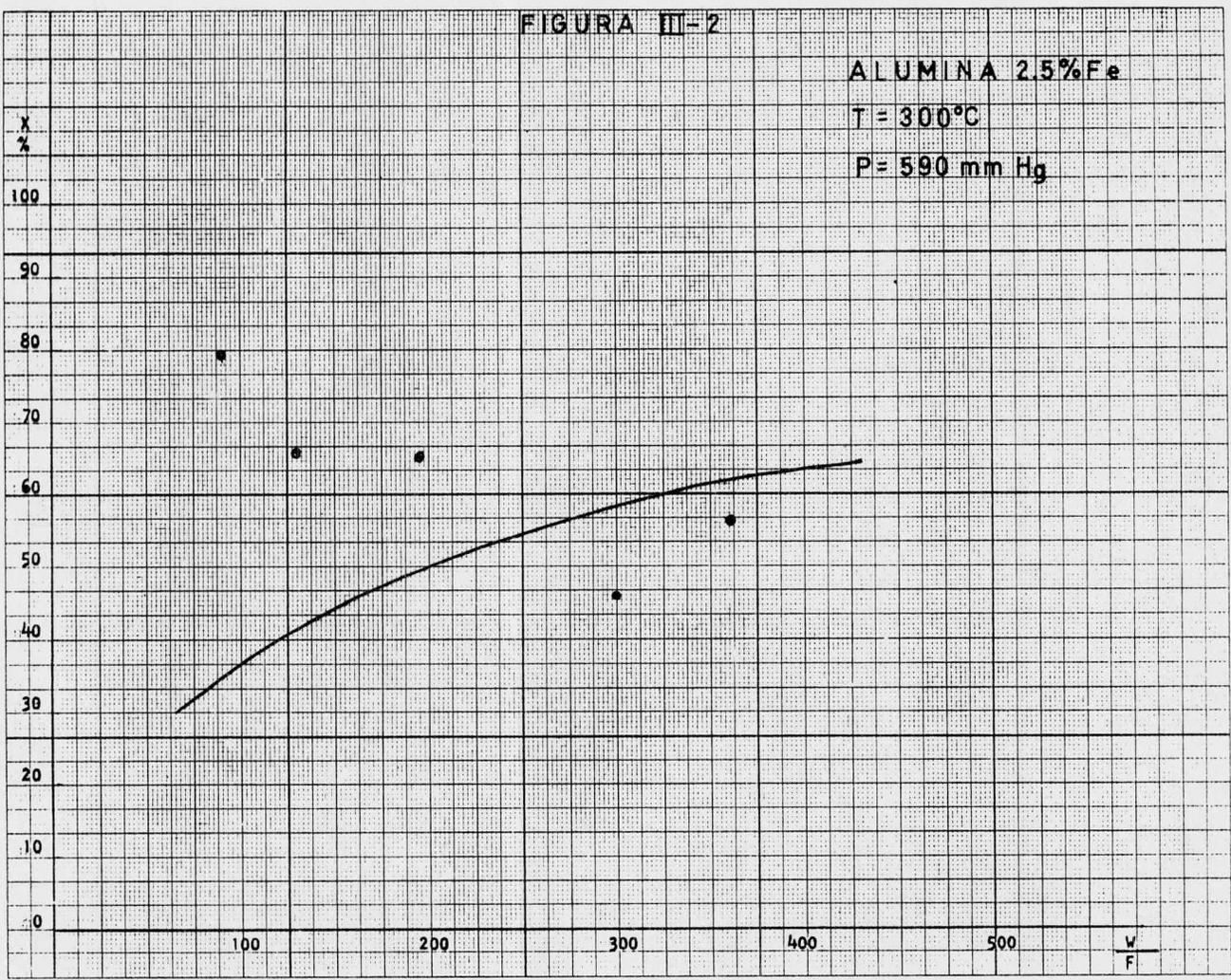


FIGURA III-3

ALUMINA KAISER

T = 300°C

P = 590 mm Hg

X
%

100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0

100 200 300 400 500

$\frac{W}{F}$

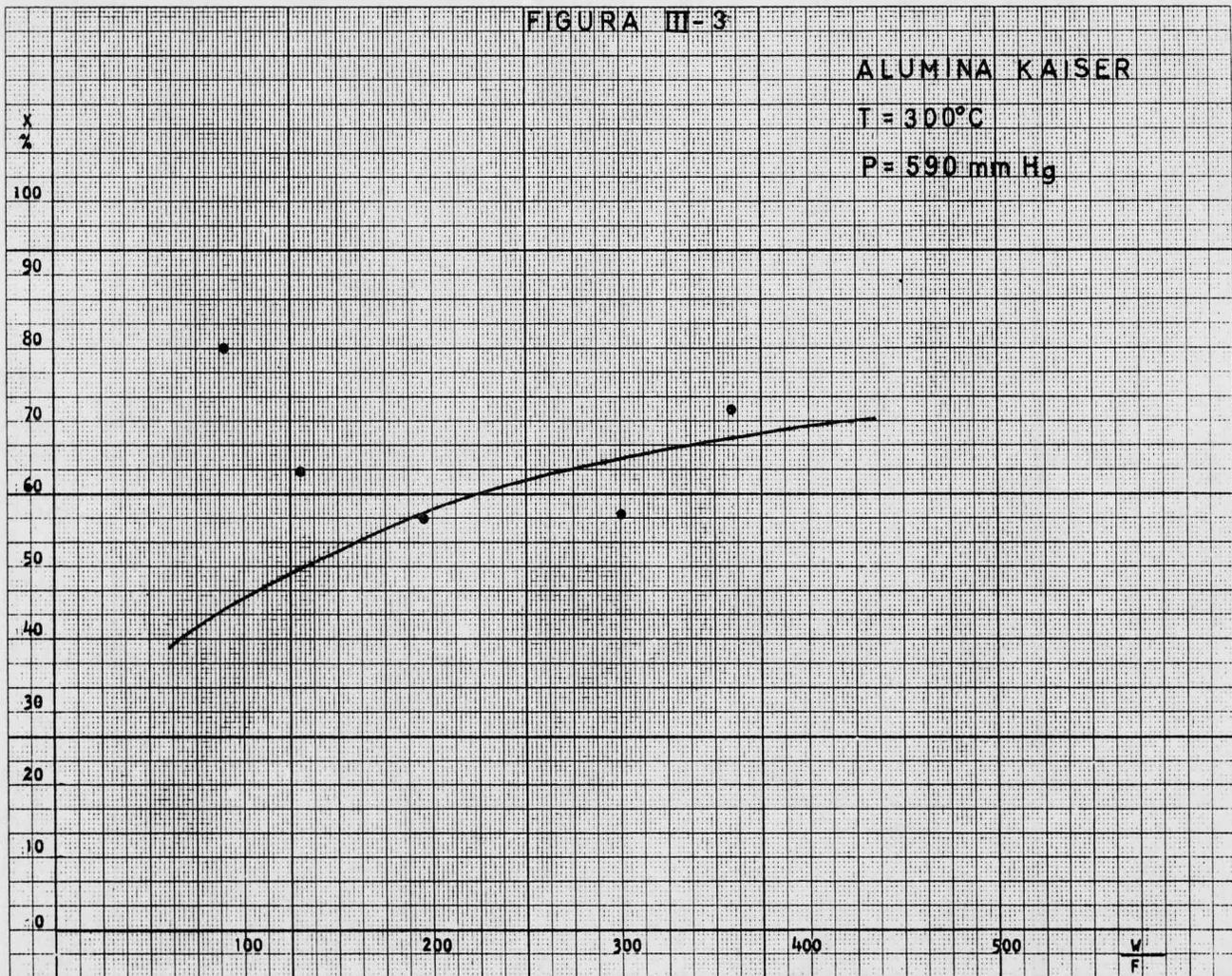


FIGURA III-4

ALUMINA KAISER

T = 250°C

P = 590 mm Hg

X
%

100

90

80

70

60

50

40

30

20

10

0

100

200

300

400

500

W
F

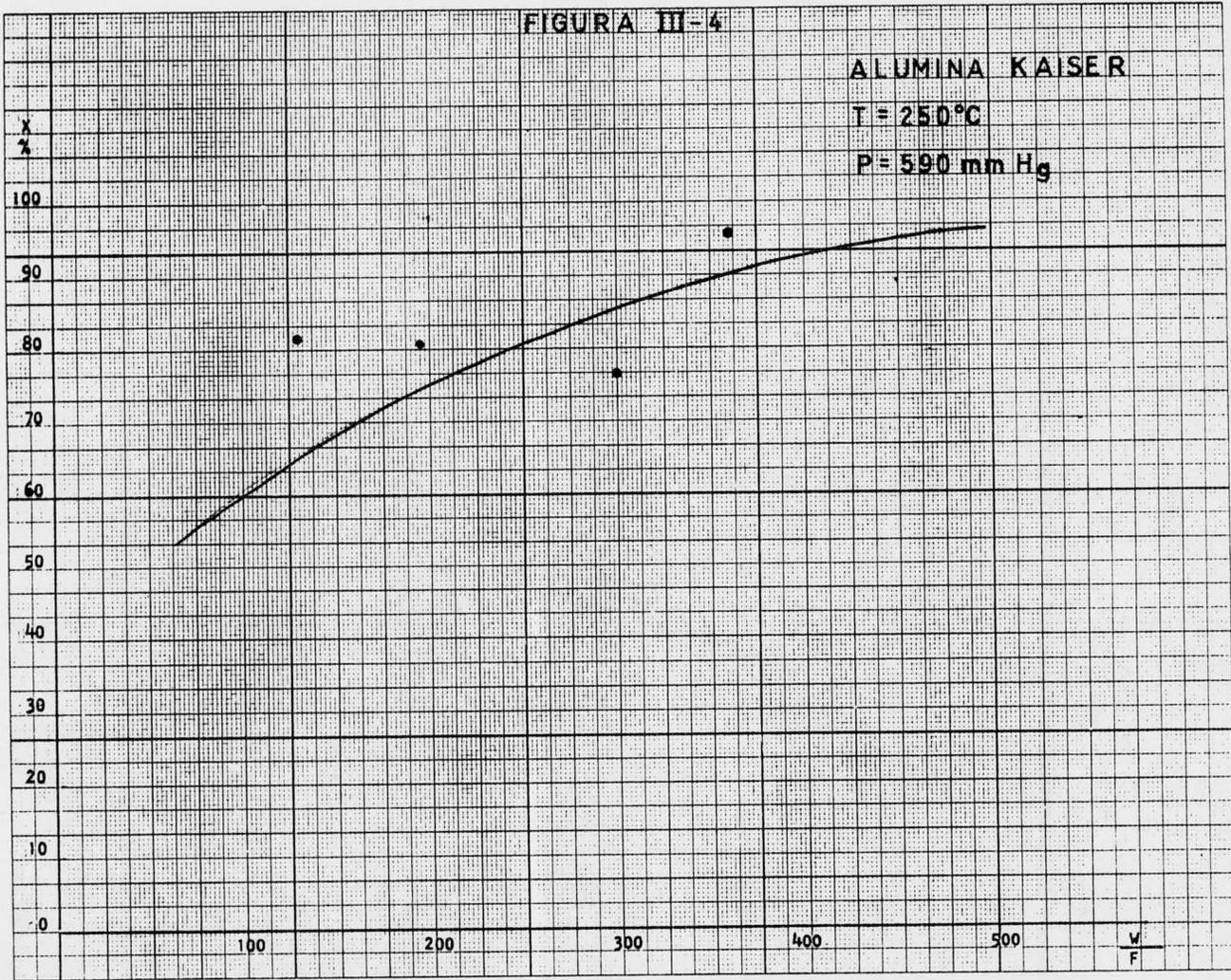


FIGURA III-5

ALUMINA KAISER

T = 330°C

P = 590 mm Hg

X
%

100

90

80

70

60

50

40

30

20

10

0

100

200

300

400

500

$\frac{W}{F}$

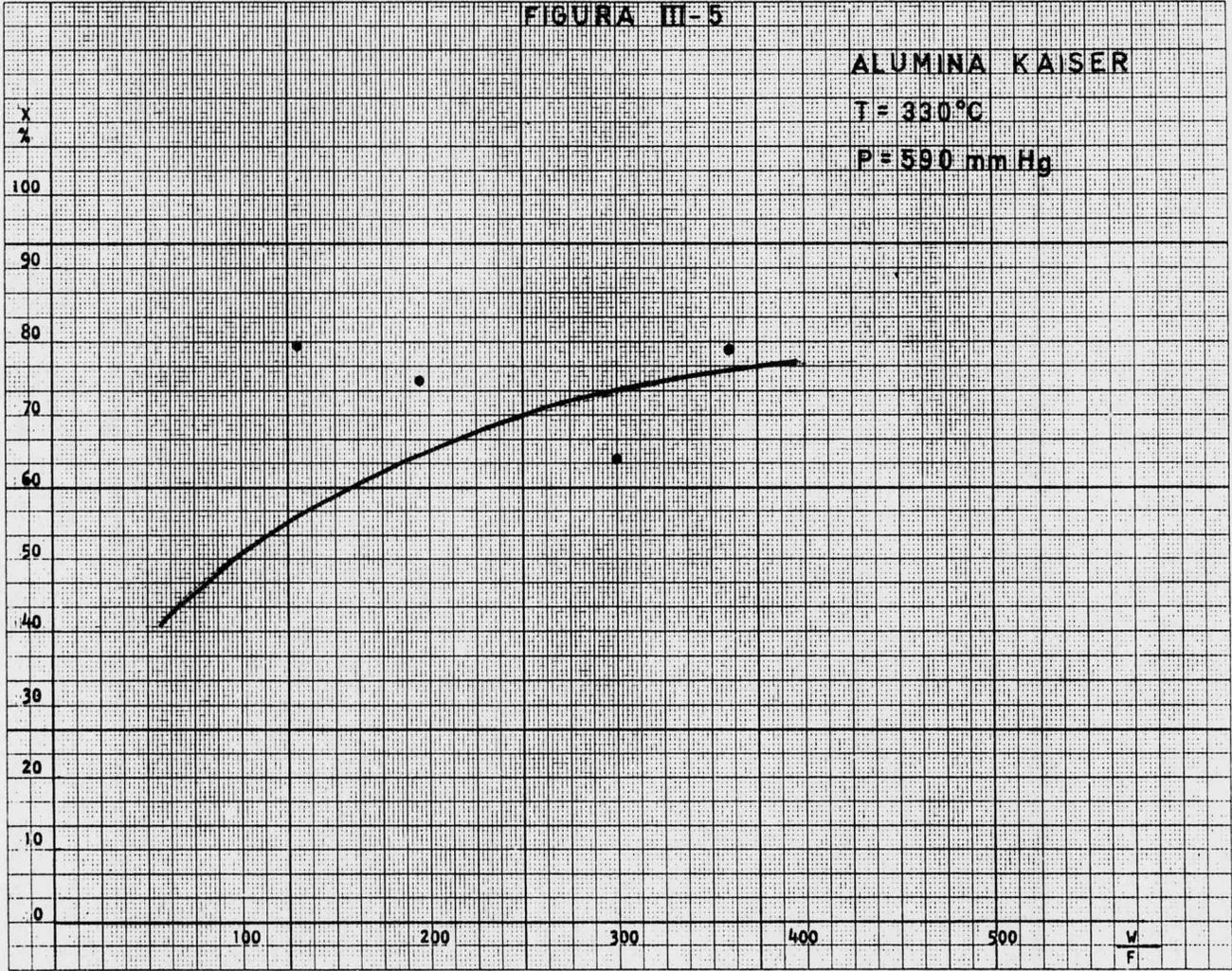


FIGURA III-6

ALUMINA 3.4% Fe

T = 300 °C

P = 590 mm Hg

X
%

100

90

80

70

60

50

40

30

20

10

0

100

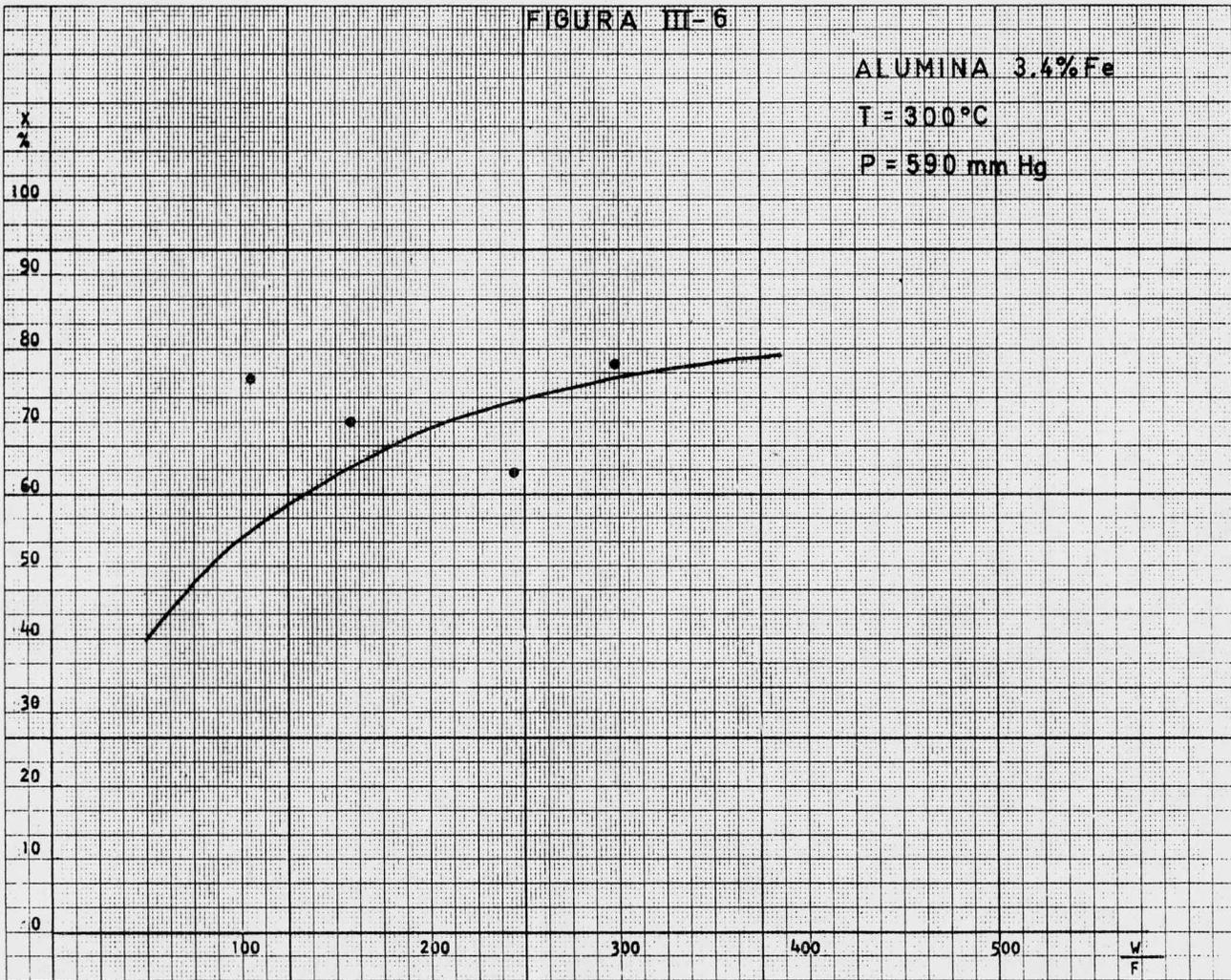
200

300

400

500

$\frac{V}{F}$



FIGUR A III-7

ALUMINA 3.4% Fe

T = 20°C

P = 590 mm Hg

X
%

100

90

80

70

60

50

40

30

20

10

0

100

200

300

400

500

W
F

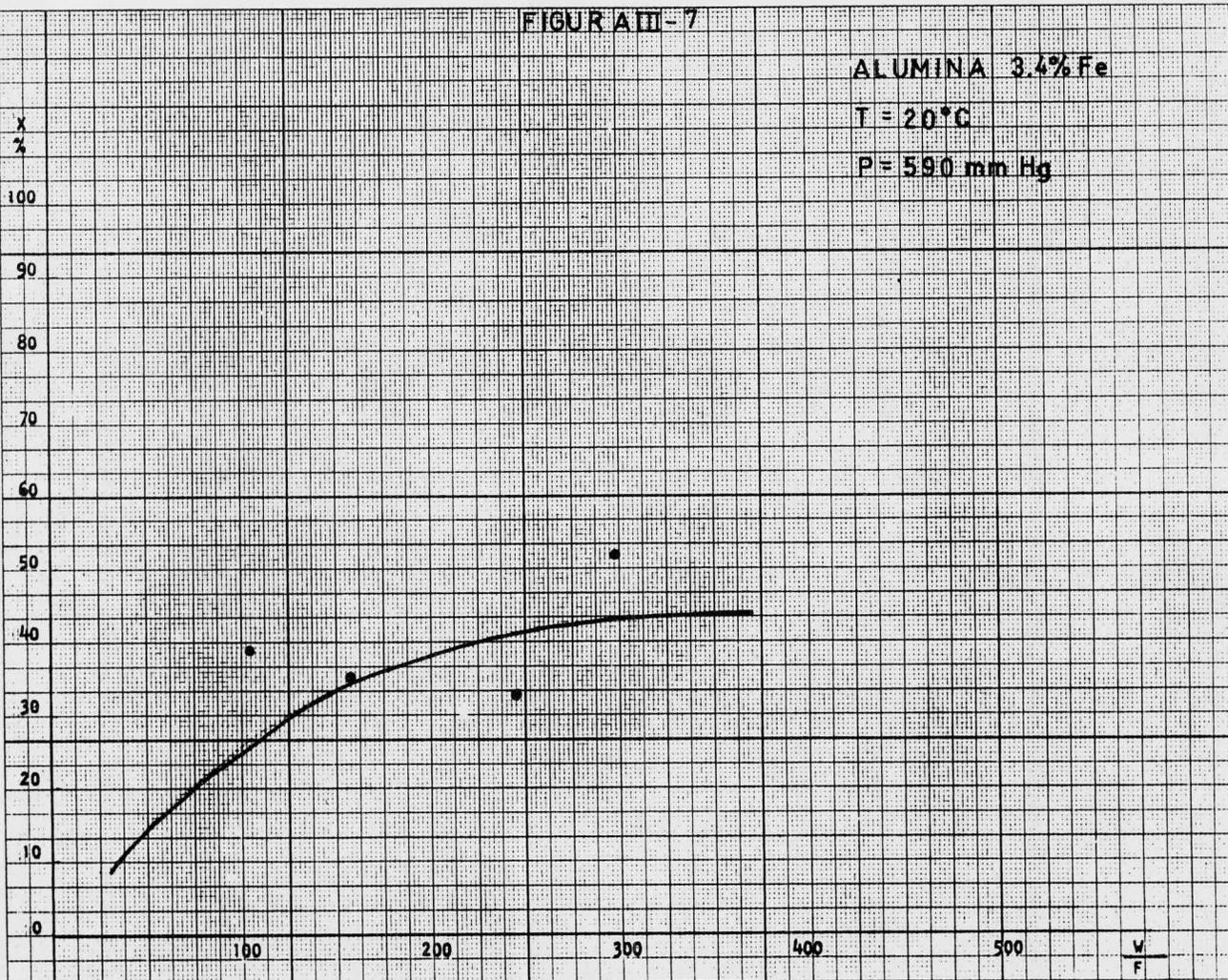


FIGURA II-6

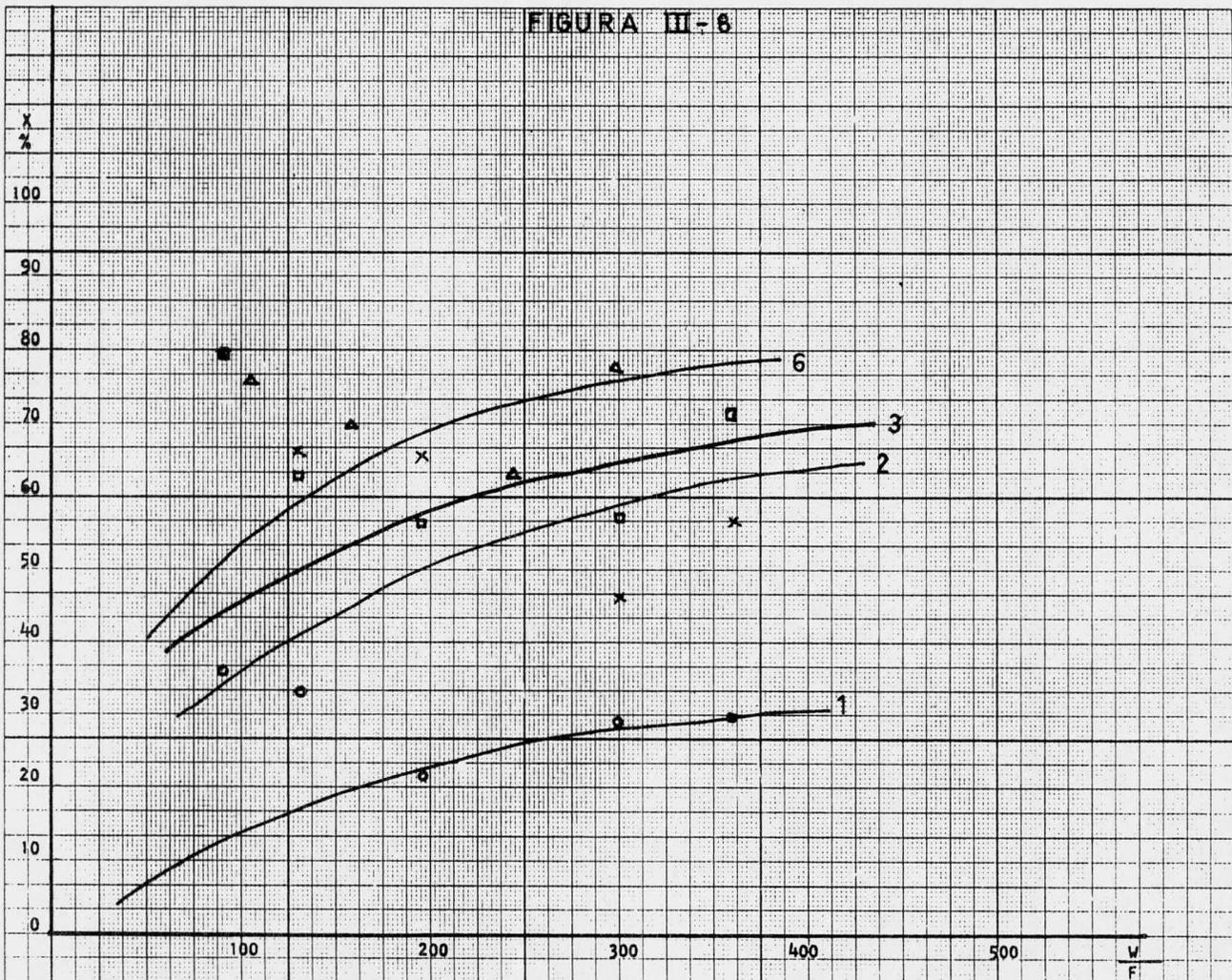


FIGURA III-9

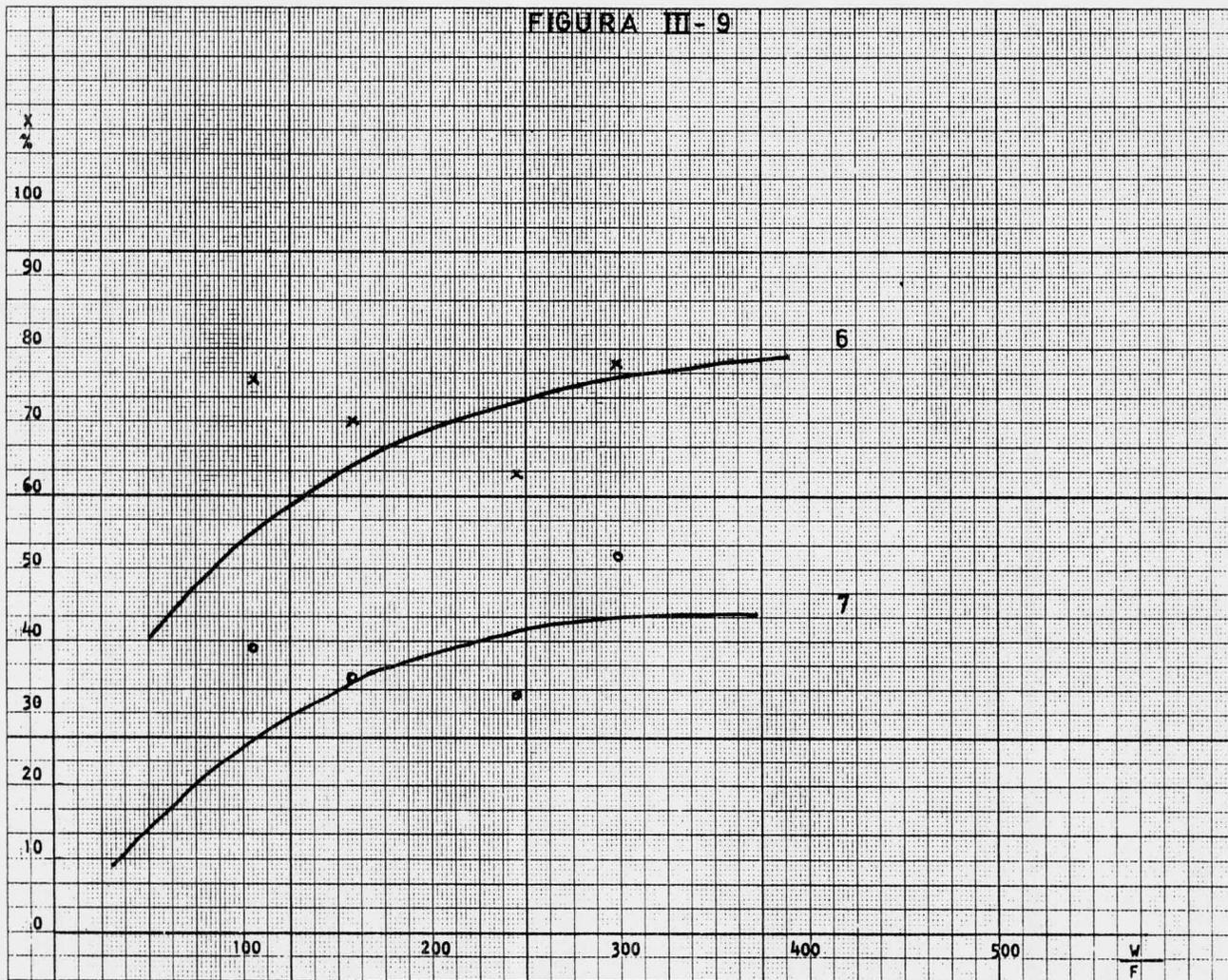
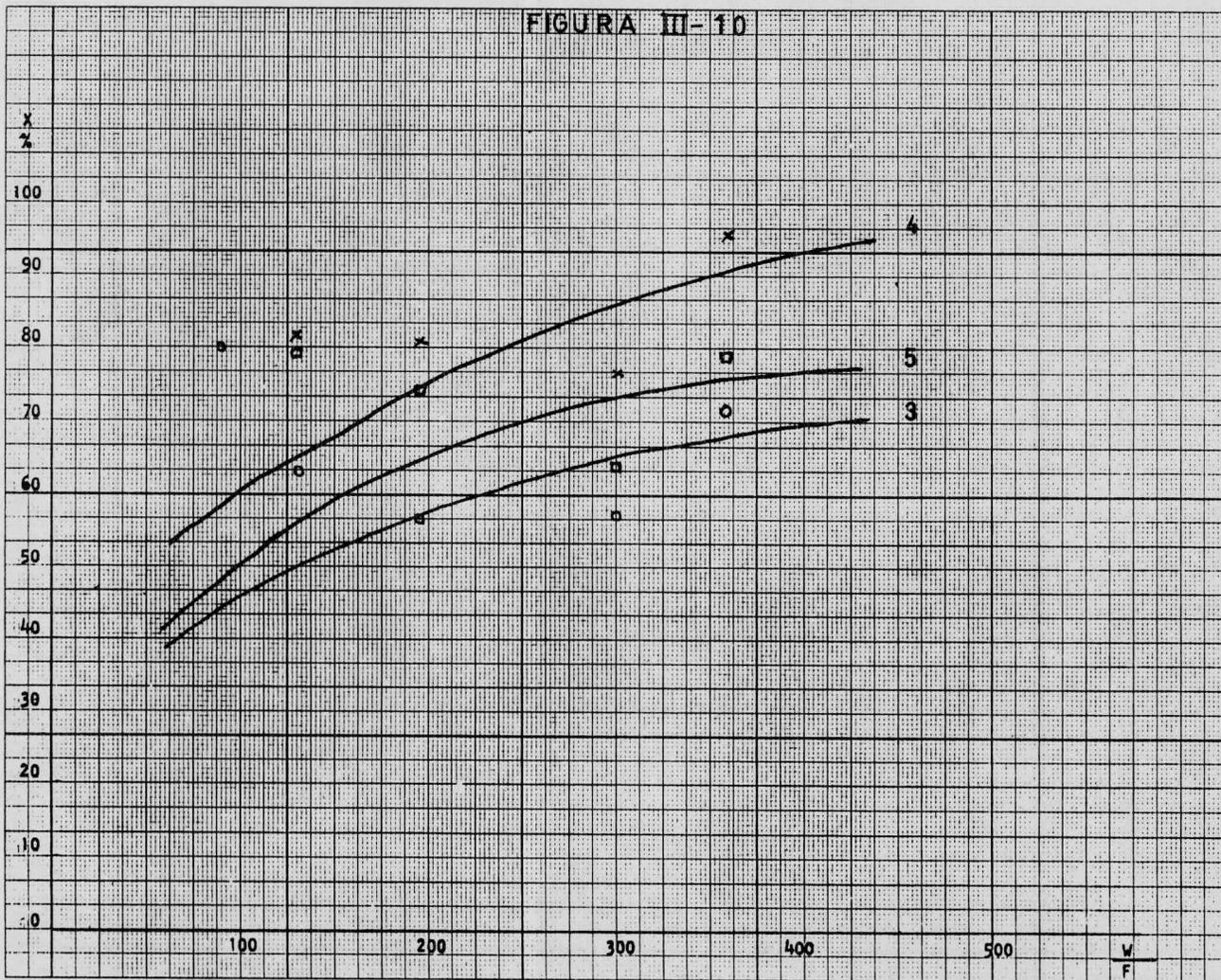


FIGURA III-10



C A P I T U L O I V

INTERPRETACION DE LOS RESULTADOS.

- CONCLUSIONES.

C O N C L U S I O N E S

De la experimentación realizada para llegar a la caracterización de un catalizador para la reacción de Claus, se llegó a las siguientes conclusiones:

Al comparar la actividad catalítica de los catalizadores preparados en el laboratorio con los importados de alúmina Kaiser y bauxita, que se utilizan en Pemex se observa lo siguiente:

En términos generales a una misma temperatura los catalizadores preparados en el laboratorio tienen mayor actividad catalítica que la bauxita y uno de ellos mayor actividad catalítica que la alúmina Kaiser.

Para el catalizador de alúmina con 3.4% Fe, a diferentes temperaturas se observa que a menor temperatura decrece la actividad catalítica y para la alúmina Kaiser no se observa tal comportamiento.

En base a los resultados generales se puede concluir que de los catalizadores preparados en el laboratorio el que da mayor conversión es el de alúmina con 3.4% Fe y este se aproxima a los resultados de la alúmina Kaiser.

Examinando las gráficas que se muestran en el capítulo anterior, encontramos que en forma consistente se presentan puntos de conversión elevada a bajos valores de espacio velocidad, para luego descender conforme el espacio velo

cidad aumenta. Este comportamiento se antoja anormal y puede deberse fundamentalmente al error experimental, dadas las dificultades en la medición de los flujos de alimentación de reactivos, particularmente cuando estos -- son altos, o sea espacios velocidad bajos; ya que dicho comportamiento también se observó en el catalizador industrial de alúmina Kaiser, lo mismo -- que la bauxita.

También se puede deducir que el error está en los flujos, debido a que en -- varios catalizadores no se pudo hacer la determinación con un espacio velocidad igual a 90, ya que el flujo es muy grande y lo que tarda en estabilizarse el rotámetro es un tiempo muy grande comparado con el tiempo de análisis de reactivos no reaccionados, por lo tanto ocasiona un error considerable en la determinación de ese punto.

Comparando las gráficas para la alúmina Kaiser que fueron a diferentes temperaturas, se observa el mismo comportamiento, así como en las dos gráficas de catalizador 3.4% Fe a temperaturas de 300°C y 20°C, confirmandonos que -- el error es por medición de flujos.

Otra cosa importante es hacer notar que las determinaciones no se hacían -- nada mas de espacios velocidades menores a mayores, sino que también se hicieron determinaciones en algunos catalizadores del mayor espacio velocidad al menor observándose el mismo comportamiento; inclusive se hicieron también determinaciones variando los espacios velocidad al azar y nuevamente se obtenía el mismo comportamiento. Por último, también se hicieron determinaciones repetitivas después de haber analizado todos los espacios velocidad --

des con el mismo catalizador, y la gráfica obtenida fue muy semejante.

Se trabajó también con un tubo de inmersión de vidrio poroso en el saturador, para catalizadores de alumina con 2.3, 2.7. y 3.0% Fe, sin embargo -- los resultados dan conversiones mayores del 100%, dichos resultados se pueden atribuir a un error experimental en el sistema de medición, ya que no se podía regular desde un principio la salida uniforme de los gases, debido a la resistencia al flujo que ofrecía el vidrio poroso del tubo de inmersión.

Algunos de los resultados que aquí se presentan, difieren de los de un trabajo anterior (3), puesto que en ese caso se efectuó una corrección indebida en los resultados de conversión para bajos valores de espacio velocidad.

Todos los resultados obtenidos en este trabajo fueron comprobados por Cromatografía de gases y se determinaron también las áreas superficiales de todos los catalizadores.

Debido a las dificultades mencionadas, no se pudo pasar a las siguientes etapas de este trabajo, por lo que no se efectuó la selección, ni se procedió a la caracterización del catalizador que pudiera satisfacer las necesidades industriales.

Al analizarse las áreas superficiales de los catalizadores no se observa -- ninguna relación del comportamiento área de catalizador-conversión.

A P E N D I C E

- TABLA DE DATOS EXPERIMENTALES

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 300^{\circ}\text{C}$

$\frac{W}{F} = 90 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{mol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$

$N_1 = 0.0988 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	1.847	1.77	3.617	0.5	1.235×10^3	2.47	41.4
2	"	"	"	0.483	"	2.557	38.26
3	"	"	"	0.45	"	2.74	31.65
4	"	"	"	0.466	"	2.65	34.9
5	"	"	"	0.456	"	2.65	34.9
$\bar{X} = 36.22$							

TABLA 1

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 300^{\circ}\text{C}$

$\frac{W}{F} = 130 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{g mol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$

$N_1 = 0.0988 \frac{\text{moles I}}{\text{lit}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	1.265	1.215	2.48	0.66	1.235×10^3	1.9	30.56
2	"	"	"	0.667	"	1.852	33.096
3	"	"	"	0.667	"	1.852	33.096
4	"	"	"	0.683	"	1.808	35.42
5	"	"	"	0.667	"	1.852	33.096
$\bar{x} = 33.05$							

DATOS EXPERIMENTALES

$$T = 300^{\circ}\text{C} \quad \frac{W}{F} = 196 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg} \quad N_1 = 0.0988 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.849	0.816	1.665	0.867	1.235×10^3	1.425	18.85
2	"	"	"	1.0	"	1.235	33.77
3	"	"	"	0.867	"	1.425	18.85
4	"	"	"	0.857	"	1.425	10.85
5	"	"	"	0.85	"	1.453	16.65
$\bar{x} = 21.39$							

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 300^{\circ}\text{C}$

$\frac{W}{F} = 300 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$

$N_1 = 0.0988 \frac{\text{moles I}}{\text{lit}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.5465	0.525	1.07	1.583	1.235×10^{-3}	0.780	35.38
2	"	"	"	1.6	"	0.772	36.35
3	"	"	"	1.53	"	0.807	32.08
4	"	"	"	1.6	"	0.772	36.35
5	"	"	"	1.167	"	1.058	1.46
6	"	"	"	1.333	"	0.927	17.44
7	"	"	"	1.317	"	0.938	16.10
$\bar{x} = 28.95$							

DATOS EXPERIMENTALES

$$T = 300^{\circ}\text{C} \quad \frac{W}{F} = 360 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg} \quad N_1 = 0.0988 \frac{\text{moles I}}{t}$$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.447	0.429	0.876	1.633	1.235×10^3	0.756	17.89
2	"	"	"	1.967	"	0.628	36.90
3	"	"	"	1.733	"	0.713	24.31
4	"	"	"	1.833	"	0.674	30.13
5	"	"	"	1.833	"	0.674	30.13
6	"	"	"	1.833	"	0.674	30.13
$\bar{x} = 30.33$							

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 300^{\circ}\text{C}$ $\frac{W}{F} = 90 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$ $N_1 = 0.0980 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	1.847	1.77	3.617	0.983	1.235×10^3	1.256	85.22
2	"	"	"	0.8	"	1.544	74.82
3	"	"	"	0.967	"	1.277	84.46
4	"	"	"	0.883	"	1.399	80.06
5	"	"	"	0.833	"	1.483	77.03
6	"	"	"	0.817	"	1.512	75.98
$\bar{x} = 79.6$							

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 300^{\circ}\text{C}$

$\frac{W}{F} = 130 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{mol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$

$N_1 = 0.0988 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	1.265	1.215	2.48	1.033	1.235×10^3	1.196	67.67
2	"	"	"	1.05	"	1.176	68.72
3	"	"	"	0.967	"	1.277	63.40
4	"	"	"	1.0	"	1.235	65.61
5	"	"	"	0.967	"	1.277	63.40
$\bar{x} = 65.8$							

TABLA 7

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 300^{\circ}\text{C}$

$\frac{W}{F} = 196 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$

$N_1 = 0.0988 \frac{\text{moles I}}{t}$

CORRI DA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUT OS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.849	0.816	1.665	1.532	1.235×10^3	0.806	67.45
2	"	"	"	1.55	"	0.797	68.16
3	"	"	"	1.383	"	0.893	60.62
4	"	"	"	1.467	"	0.842	64.63
5	"	"	"	1.467	"	0.842	64.63
6	"	"	"	1.517	"	0.814	66.82
$\bar{x} = 65.4$							

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 300^{\circ}\text{C}$ $\frac{W}{F} = 300 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$ $N_1 = 0.1010 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.5465	0.525	1.07	1.833	1.262×10^3	0.638	46.60
2	"	"	"	1.833	"	0.688	46.60
3	"	"	"	1.933	"	0.653	50.87
4	"	"	"	1.967	"	0.642	52.21
5	"	"	"	1.583	"	0.797	33.30
6	"	"	"	1.817	"	0.695	45.75
$\bar{x} = 45.9$							

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 300^{\circ}\text{C}$

$\frac{W}{F} = 360 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$

$N_1 = 0.101 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.447	0.429	0.876	2.5	1.262×10^3	0.505	55.18
2	"	"	"	2.65	"	0.476	59.66
3	"	"	"	2.467	"	0.512	54.29
4	"	"	"	2.583	"	0.489	57.72
5	"	"	"	2.467	"	0.512	54.29
6	"	"	"	2.65	"	0.476	59.66
7	"	"	"	2.583	"	0.489	57.72
8	"	"	"	2.433	"	0.519	53.24
$\bar{x} = 56.47$							

DATOS EXPERIMENTALES

T = 300°C

$\frac{W}{F} = 90 \frac{\text{cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

P = 590 mm Hg

$N_1 = 0.103 \frac{\text{moles I}}{\text{lit}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	1.847	1.77	3.617	0.933	1.288×10^3	1.379	80.78
2	"	"	"	0.85	"	1.515	75.87
3	"	"	"	0.967	"	1.331	82.55
4	"	"	"	0.917	"	1.404	79.88
5	"	"	"	0.95	"	1.355	81.65
$\bar{x} = 80.2$							

DATOS EXPERIMENTALES

$$T = 300^{\circ}\text{C} \quad \frac{W}{F} = 130 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{mol}}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg} \quad N_1 = 0.103 \frac{\text{moles I}}{\text{lit}}$$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS DE SOLUCION	MOLES I ₂ EN 25 ML.	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	1.265	1.215	2.48	1.1	1.288×10^3	1.171	69.04
2	"	"	"	1.0	"	1.288	62.82
3	"	"	"	1.0	"	1.288	62.82
4	"	"	"	1.13	"	1.139	59.61
5	"	"	"	1.017	"	1.266	63.98
6	"	"	"	1.0	"	1.288	62.82
$\bar{x} = 63.2$							

DATOS EXPERIMENTALES

$$T = 300^{\circ}\text{C} \qquad \frac{W}{F} = 196 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg} \qquad N_1 = 0.103 \frac{\text{moles l}}{\text{lt}}$$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES l ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.849	0.816	1.665	1.35	1.288×10^3	0.954	55.83
2	"	"	"	1.35	"	0.954	55.83
3	"	"	"	1.367	"	0.942	56.77
4	"	"	"	1.417	"	0.909	59.36
5	"	"	"	1.4	"	0.920	58.50
6	"	"	"	1.3	"	0.990	53.00
$\bar{X} = 56.55$							

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 300^{\circ}\text{C}$ $\frac{W}{F} = 300 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$ $N_1 = 0.0933 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.5465	0.525	1.07	2.17	1.2288 1.03×10^3	0.566	61.48
2	"	"	"	1.933	"	0.620	54.90
3	"	"	"	2.05	"	0.599	57.46
4	"	"	"	1.967	"	0.625	54.29
5	"	"	"	2.083	"	0.590	58.55
6	"	"	"	2.033	"	0.604	56.85
7	"	"	"	2.033	"	0.590	58.55
$\bar{x} = 57.44$							

DATOS EXPERIMENTALES

$$T = 300^{\circ}\text{C}$$

$$\frac{W}{F} = 360 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{g mol}}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg}$$

$$N_1 = 0.0983 \frac{\text{moles I}}{\text{lit}}$$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.447	0.429	0.876	2.95	1.2288×10^3	0.417	68.46
2	"	"	"	3.0	"	0.410	69.50
3	"	"	"	2.95	"	0.417	68.46
4	"	"	"	3.117	"	0.394	71.89
5	"	"	"	3.216	"	0.382	73.68
6	"	"	"	3.25	"	0.373	74.27
7	"	"	"	3.083	"	0.399	71.14
$\bar{x} = 71.06$							

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 250^{\circ}\text{C}$ $\frac{W}{F} = 130 \frac{\text{g cat.} \cdot \text{hr}}{\text{gmol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$ $N_1 = 0.098 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$

CORRI/DA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	1.265	1.215	2.48	1.433	1.225×10^3	0.855	85.64
2	"	"	"	1.25	"	0.98	79.05
3	"	"	"	1.333	"	0.919	82.27
4	"	"	"	1.517	"	0.808	88.12
5	"	"	"	1.35	"	0.907	82.90
6	"	"	"	1.3	"	0.942	81.05
7	"	"	"	1.007	"	0.7431	74.31
8	"	"	"	1.267	"	0.967	79.74
$\bar{X} = 81.64$							

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 250^{\circ}\text{C}$ $\frac{W}{F} = 196 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$ $N_1 = 0.099 \frac{\text{moles I}}{\text{lit}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.849	0.816	1.665	1.983	1.225×10^3	0.618	82.21
2	"	"	"	1.983	"	0.618	82.21
3	"	"	"	1.9	"	0.645	80.09
4	"	"	"	1.933	"	0.634	80.96
5	"	"	"	1.833	"	0.668	78.29
$\bar{X} = 80.75$							

DATOS EXPERIMENTALES

$$T = 250^{\circ}\text{C} \qquad \frac{W}{F} = 300 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol.}}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg} \qquad N_1 = 0.098 \frac{\text{moles I}}{l_t}$$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.5465	0.525	1.07	2.867	1.225×10^3	0.427	78.44
2	"	"	"	2.617	"	0.468	73.44
3	"	"	"	2.867	"	0.427	78.44
4	"	"	"	2.783	"	0.440	76.85
5	"	"	"	2.75	"	0.446	76.12
6	"	"	"	2.75	"	0.446	76.12

$$\bar{X} = 76.57$$

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 250^{\circ}\text{C}$

$\frac{W}{F} = 360 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$

$N_1 = 0.1 \frac{\text{moles I}}{\text{It}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.447	0.429	0.876	5.483	1.25×10^3	0.228	96.64
2	"	"	"	5.15	"	0.243	94.41
3	"	"	"	5.467	"	0.229	96.50
$\bar{X} = 95.85$							

DATOS EXPERIMENTALES

$$T = 330^{\circ}\text{C} \quad \frac{W}{F} = 130 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg} \quad N_1 = 0.1 \frac{\text{moles I}}{\text{lit}}$$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	1.265	1.215	2.48	1.35	1.25×10^3	0.926	81.90
2	"	"	"	1.283	"	0.974	79.37
3	"	"	"	1.217	"	1.027	76.57
4	"	"	"	1.283	"	0.974	79.37
5	"	"	"	1.3	"	0.962	80.00

$$\bar{X} = 79.44$$

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 330^{\circ}\text{C}$ $\frac{W}{F} = 196 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$ $N_1 = 0.1 \frac{\text{moles I}}{t}$

C O R R I D A	F ₀ x10 ³	S ₀ x10 ³	(F ₀ + S ₀)x 10 ³	T I E M P O E N M I N U T O S	M O L E S I ₂ E N 25 M L. D E S O L U C I O N	(F + S) x 10 ³	% X
1	0.849	0.816	1.665	1.8	1.25x10 ³	0.694	76.25
2	"	"	"	1.717	"	0.728	73.58
3	"	"	"	1.8	"	0.694	76.25
4	"	"	"	1.717	"	0.728	73.58
5	"	"	"	1.75	"	0.714	74.78

$\bar{x} = 74.87$

DATOS EXPERIMENTALES

$$T = 330^{\circ}\text{C} \qquad \frac{W}{F} = 300 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg} \qquad N_1 = 0.1 \frac{\text{moles I}}{t}$$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.5465	0.525	1.07	2.3	1.25×10^3	0.544	64.17
2	"	"	"	2.317	"	0.540	64.65
3	"	"	"	2.267	"	0.551	63.31
4	"	"	"	2.3	"	0.544	64.17
5	"	"	"	2.3	"	0.544	64.17
$\bar{X} =$							64.09

DATOS EXPERIMENTALES

$$T = 330^{\circ}\text{C}$$

$$\frac{W}{F} = 360 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol.}}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg}$$

$$N_1 = 0.1 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.447	0.429	0.876	3.617	1.25×10^3	0.346	79.05
2	"	"	"	3.467	"	0.361	76.81
3	"	"	"	3.767	"	0.332	81.13
4	"	"	"	3.633	"	0.344	79.34
5	"	"	"	3.633	"	0.344	79.34
$\bar{x} = 79.13$							

DATOS EXPERIMENTALES

$$T = 300^{\circ}\text{C}$$

$$\frac{W}{F} = 105 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol.}}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg}$$

$$N_1 = 0.101 \frac{\text{moles I}}{l_t}$$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	1.265	1.215	2.48	1.233	1.262×10^3	1.024	76.73
2	"	"	"	1.217	"	1.037	76.05
3	"	"	"	1.217	"	1.037	76.05
4	"	"	"	1.2	"	1.052	75.26
5	"	"	"	1.217	"	1.037	76.05

$$\bar{x} = 76.03$$

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 300^{\circ}\text{C}$

$\frac{W}{F} = 157 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol.}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$

$N_1 = 0.101 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.849	0.816	1.665	1.633	1.262×10^3	0.773	70.04
2	"	"	"	1.667	"	0.757	71.30
3	"	"	"	1.683	"	0.750	71.85
4	"	"	"	1.583	"	0.797	68.16
5	"	"	"	1.617	"	0.781	69.42
$\bar{X} =$							70.15

DATOS EXPERIMENTALES

$$T = 300^{\circ}\text{C}$$

$$\frac{W}{F} = 244 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol.}}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg}$$

$$N_1 = 0.101 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.5465	0.525	1.07	2.317	1.262×10^3	0.545	64.04
2	"	"	"	2.1	"	0.601	57.21
3	"	"	"	2.25	"	0.561	62.09
4	"	"	"	2.2	"	0.574	60.51
5	"	"	"	2.467	"	0.512	68.07
6	"	"	"	2.35	"	0.537	65.02
$\bar{x} = 62.82$							

DATOS EXPERIMENTALES

T = 300°C

$\frac{W}{F} = 298 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol.}}$

P = 590 mm Hg

$N_1 = 0.101 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.447	0.429	0.876	3.767	1.262×10^3	0.335	80.69
2	"	"	"	3.383	"	0.373	75.02
3	"	"	"	3.683	"	0.343	79.49
4	"	"	"	3.8	"	0.332	81.13
5	"	"	"	3.333	"	0.379	74.12
$\bar{x} = 78.09$							

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 21^{\circ}\text{C}$

$\frac{W}{F} = 105 \frac{\text{g cat.} \cdot \text{hr}}{\text{gmol.}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$

$N_1 = 0.101 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$

CORRI DA	$F \times 10^3$	$S_o \times 10^3$	$(F_o + S_o) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	1.265	1.215	2.48	0.733	1.262×10^3	1.722	39.95
2	"	"	"	0.717	"	1.76	37.95
3	"	"	"	0.733	"	1.722	39.95
4	"	"	"	0.717	"	1.76	37.95
5	"	"	"	0.733	"	1.722	39.95

$\bar{x} = 39.15$

DATOS EXPERIMENTALES

T = 21°C

$\frac{W}{F} = 157 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

P = 590 mm Hg

$N_1 = 0.101 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.349	0.816	1.665	1.05	1.262×10^3	1.202	36.36
2	"	"	"	1.033	"	1.222	34.79
3	"	"	"	1.033	"	1.222	34.79
4	"	"	"	1.05	"	1.202	36.36
5	"	"	"	1.033	"	1.222	34.79

$\bar{x} = 35.42$

DATOS EXPERIMENTALES

$T = 21^{\circ}\text{C}$

$\frac{W}{F} = 157 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$

$P = 590 \text{ mm Hg}$

$N_1 = 0.101 \frac{\text{moles I}}{t}$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.849	0.816	1.665	1.05	1.262×10^3	1.202	36.36
2	"	"	"	1.033	"	1.222	34.79
3	"	"	"	1.033	"	1.222	34.79
4	"	"	"	1.05	"	1.202	36.36
5	"	"	"	1.033	"	1.222	34.79
$\bar{x} = 35.42$							

DATOS EXPERIMENTALES

$$T = 21^{\circ}\text{C} \qquad \frac{W}{F} = 244 \frac{\text{g cat.} - \text{hr}}{\text{gmol}}$$

$$P = 590 \text{ mm Hg} \qquad N_1 = 0.101 \frac{\text{moles I}}{\text{lt}}$$

CORRIDA	$F_0 \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
1	0.5465	0.525	1.07	1.617	1.262×10^2	0.781	35.26
2	"	"	"	1.55	"	0.814	31.23
3	"	"	"	1.583	"	0.797	33.30
4	"	"	"	1.55	"	0.814	31.23
5	"	"	"	1.583	"	0.797	33.30
$\bar{x} =$							32.86

DATOS EXPERIMENTALES

$T =$ $\frac{W}{F} =$ _____

$P =$ $N_1 =$ _____

CORRI DA	$F \times 10^3$	$S_0 \times 10^3$	$(F_0 + S_0) \times 10^3$	TIEMPO EN MINUTOS	MOLES I ₂ EN 25 ML. DE SOLUCION	$(F + S) \times 10^3$	% X
	0.447	0.429	0.876	2.467	1.262×10^3	0.512	54.29
	"	"	"	2.517	"	0.501	55.93
	"	"	"	2.25	"	0.561	46.98
	"	"	"	2.5	"	0.505	55.33
	"	"	"	2.3	"	0.549	48.77

$\bar{X} = 52.26$

AREAS SUPERFICIALES DE LOS CATALIZADORES

	CATALIZADOR SIN TRATAR m ² /g	CATALIZADOR TRATADO m ² /g
BAUXITA	11.91	--
ALUMINA KAISER	398.0	265.69
ALUMINA 2.3% Fe.	183.29	134.01
ALUMINA 2.7% Fe	124.24	141.42
ALUMINA 3.0% Fe	214.68	21.57
ALUMINA 3.4% Fe	70.82	182.76
ALUMINA 2 % Fe	114.56	--
ALUMINA 2.25% Fe	176.48	--
ALUMINA 2.5% Fe	168.58	--
ALUMINA 3.0% Fe	181.60	--

B I B L I O G R A F I A

- (1) López Munguía C.A. "Preparación de un Catalizador para la Reacción de Claus: Activación Térmica de Alúmina". Tesis Prof. 1974, Facultad de Química, U.N.A.M.
- (2) Rodríguez Salinas S.C. "Preparación y Fabricación de un Catalizador de Alúmina para la Reacción de Claus". Tesis Prof. 1974, Facultad de - - Química, U.N.A.M.
- (3) Bárzana García E. "Preparación de un Catalizador para la Reacción de Claus: Pruebas de Actividad". Tesis Prof. 1974, Facultad de Química, - U.N.A.M.
- (4) Berak J.M. and Popowicz M. "Preparation of Spherically Shaped Aluminum Oxide". International Chemical Engineering, Vol. 14, No. 1, Enero 1974.
- (5) Osment Etal H.E. and Jones Robert L. "Method of Producing Active Alumina and the Resulting Product". United States Patent Office. Patentada en Diciembre 28, 1965 (3, 226, 191).
- (6) Osment Harry E. and Emerson Robert B. "Method for Producing Active Alumina Nodules". United States Patent Office. Patentada en Diciembre 7, - 1965 (3, 222, 129).
- (7) Perry J. H. "Chemical Engineers' Handbook", cuarta edición, McGraw - - Hill, 1963.
- (8) Smith J.M. "Chemical Engineering Kinetics", segunda edición, McGraw Hill
- (9) Carbajal Castañeda J.L. "Diseño de un Método para la Evaluación de la - Resistencia a la Disgregación de Catalizadores Sólidos". Tesis Prof. -- 1974, Facultad de Química, U.N.A.M.



IMPRESO en los TALLERES de EDITORIAL QUETZALCOATL, S. A.
Medicina # 37 local 1 y 2, entrada por Paseo de las Facultades, frente
a la Facultad de Medicina de Ciudad Universitaria, México 20, D. F.
Tels: 548-58-56 y 548-61-80