

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE CARBUROS Y NITRUROS DE NIOBIO PARA SER EVALUADOS EN LA HIDRODESULFURACIÓN DEL TIOFENO

Tutor: Prof(a) Carolina Pfaff

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por el Br. González Díaz Douglas José
para optar al título de Ingeniero Químico

Caracas, 2009

CONTENIDO TEMÁTICO

CAPÍTULO I: PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

- 1.1 Planteamiento y Formulación del Problema.
- 1.2. Objetivos.

CAPÍTULO II y III: MARCO TEÓRICO y REFERENCIAL

- 3.1. Catálisis.
- 3.2. Refinación del Petróleo.
- 3.3. Hidrotratamiento.
- 3.4. Catalizadores de Metales de Transición y su aplicación en el Hidrotratamiento.
- 3.5. El Niobio y sus Aplicaciones.
- 3.6. Reducción a Temperatura Programada (RTP).

CONTENIDO TEMÁTICO

CAPÍTULO IV: MARCO METODOLÓGICO

- 4.1.1. Síntesis de los Catalizadores.
- 4.1.2. Caracterización de los Catalizadores.
- 4.1.3. Aplicación en Hidrodesulfuración.

CAPÍTULO V: RESULTADOS Y DISCUSIONES

- 5.1.1. Síntesis de los Catalizadores.
- 5.1.2. Caracterización de los Catalizadores.
- 5.1.3. Aplicación en Hidrodesulfuración.

CONCLUSIONES

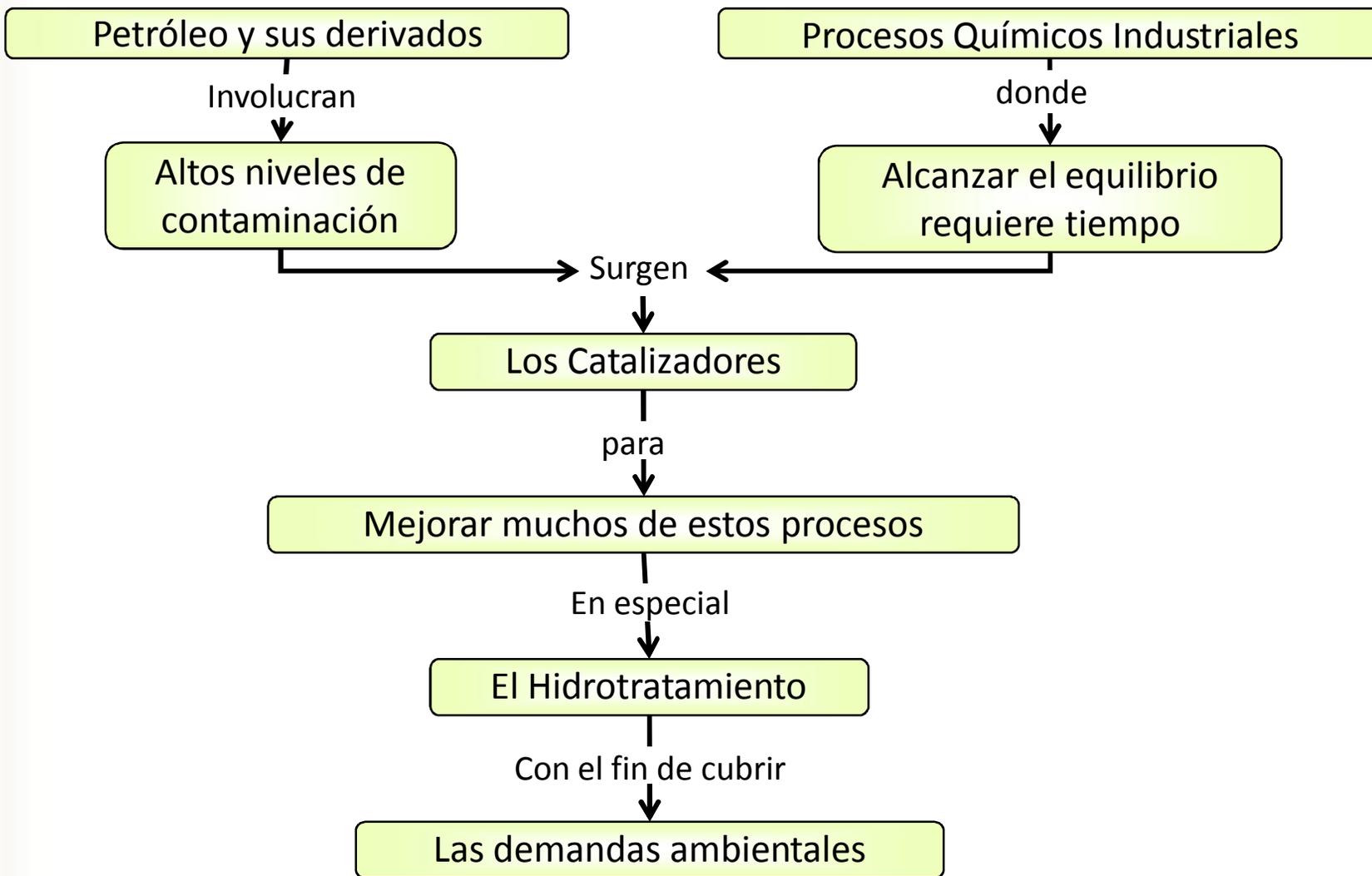
RECOMENDACIONES

CAPÍTULO I:

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA



PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA



OBJETIVO GENERAL

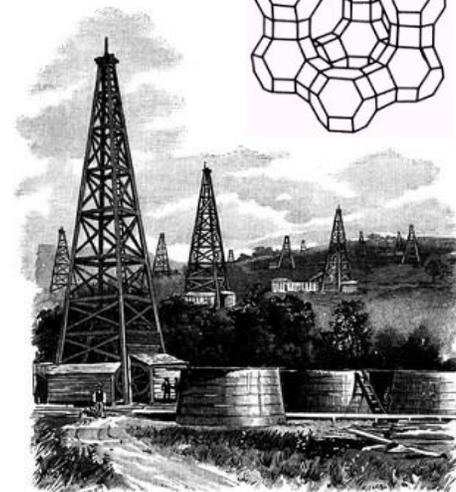
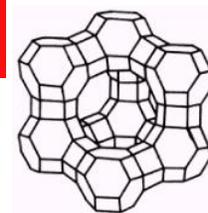
Sintetizar carburos y nitruros de niobio (Nb_xC_y , Nb_xN_y) a partir de una sal específica de niobio ($(NH_4)[NbO(C_2O_4)_2 \cdot 2H_2O] \cdot 3H_2O$) y diversos gases de reacción por el método de Reacción a Temperatura Programada (RTP) para ser evaluados en la Hidrodesulfuración del tiofeno.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Sintetizar carburos y nitruros de niobio a partir de hidrógeno con metano para los carburos, y amoníaco para los nitruros, mediante la técnica de Reacción a Temperatura Programada (RTP).
2. Caracterizar los sólidos obtenidos mediante las técnicas de Difracción de Rayos X (DRX), Análisis Químico, Área Superficial y Microscopía Electrónica.
3. Evaluar el comportamiento catalítico de los carburos y nitruros de niobio en la reacción de Hidrosulfuración del tiofeno.

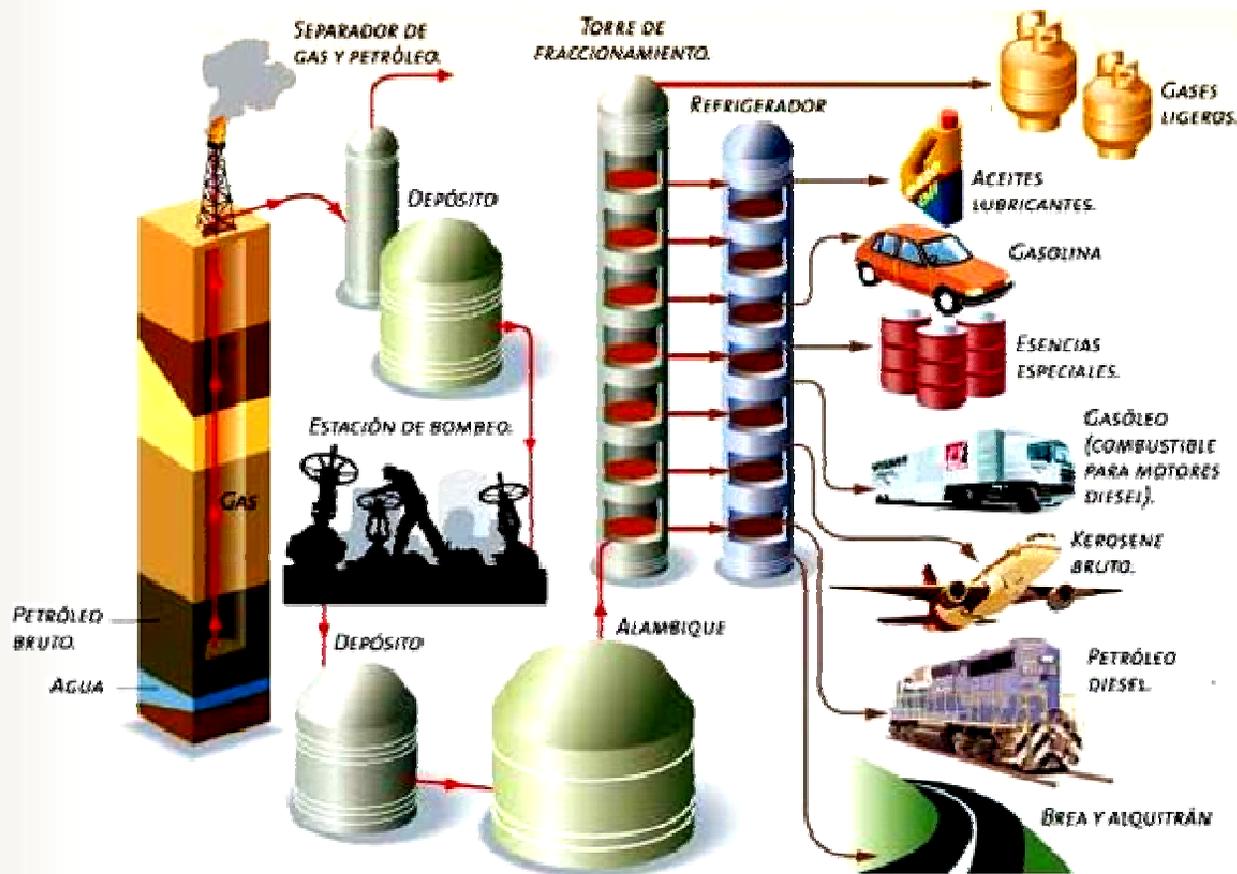
CAPÍTULO II Y III:

MARCO TEÓRICO Y REFERENCIAL



REFINACIÓN DEL PETRÓLEO

El Petróleo es una mezcla de **compuestos orgánicos**, sales y agua, en Emulsión, localizada en yacimientos a cientos de metros de profundidad.



Craqueo Catalítico Fluidizado (FCC)

Reformador Catalítico Continuo (RCC)

Hidrotratamiento (HYD)

HIDROTRATAMIENTO

Remoción de Heteroátomos, tales como: azufre, nitrógeno, oxígeno, cloro, metales, entre otros; presentes en los derivados del petróleo (Diesel), por **requerimientos ambientales**, ya que muchos de ellos:

- Contribuyen con el **efecto invernadero**.
- Producen la **lluvia ácida**.
- Son **tóxicos** para los seres vivos (NO_x).

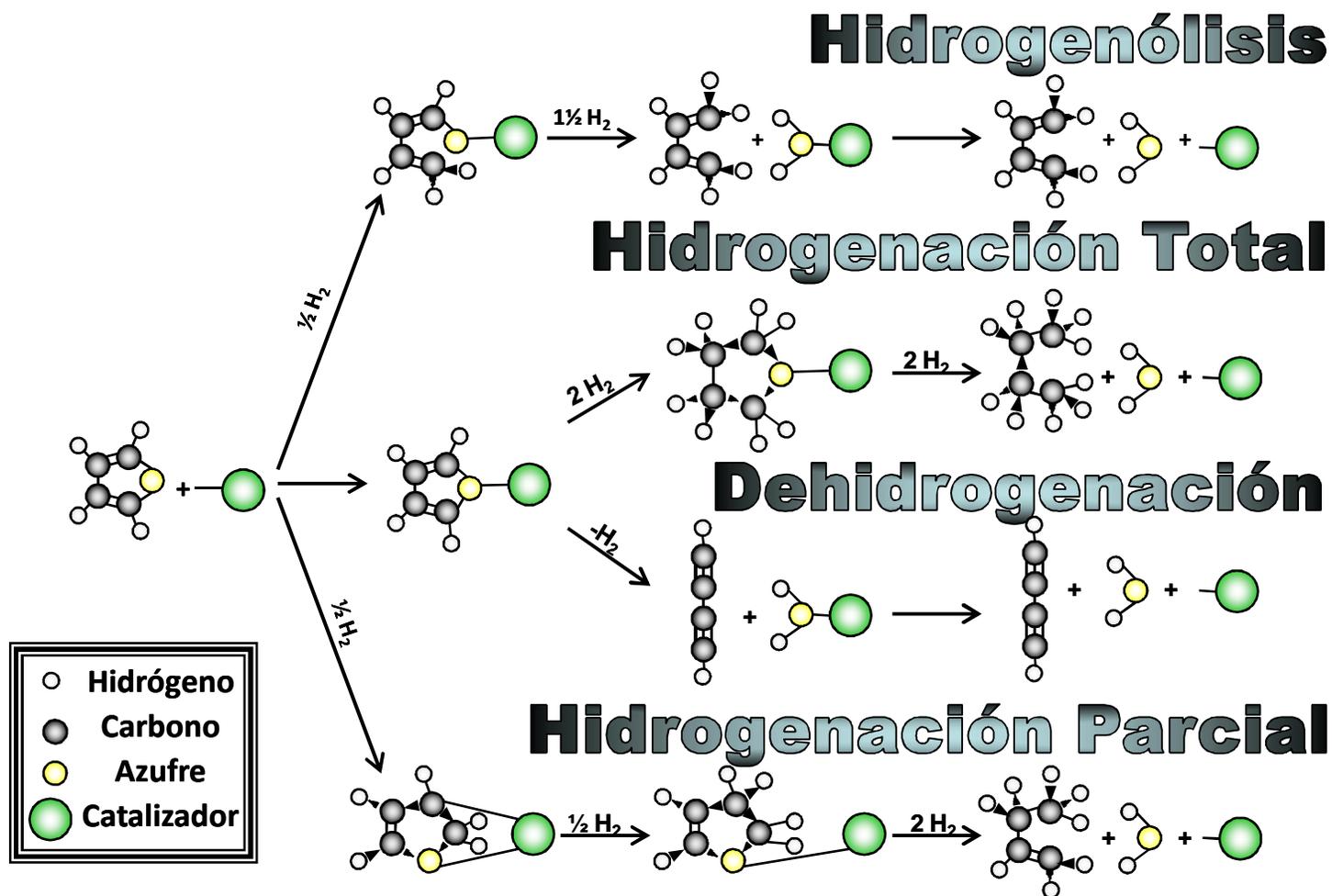


Por lo que muchas organizaciones nacionales e internacionales como la EPA, NIOSH (en Estados Unidos), ONU, etc., han tratado de **regular las emanaciones** de dichos contaminantes.

En VENEZUELA se fija en **10 ppm** para el período 2006-2012

HIDROTRATAMIENTO

Reacciones de HDS del tiofeno:



CATALIZADORES DE METALES DE TRANSICIÓN EN HIDROTRATAMIENTO

1. Zeolitas.
2. Catalizadores monometálicos (Mo, Ni, Co, Fe).
3. Sulfuros monometálicos y bimetálicos.
4. La adición de nuevos metales, tales como Re, W, Ru, Os, etc.
5. La aplicación de carburos metálicos como los de **Niobio**.

EL NIOBIO Y SUS APLICACIONES

Símbolo: Nb Z: 41

Periodo: 5 PA: 92,9

Grupo: V Familia: B

Descubierto por **Charles Hatchett** en 1801 y presenta las siguientes características:

1. De color gris, brillante y maleable.
2. Resistente a casi todos los ácidos.
3. Compuestos Superconductores.
4. Compuestos ácidos usados en:

1	2	13	14	15	16	17	18																																								
IA	IIA	IIIA	IVA	VIA	VIA	VIA	VIA																																								
H	He	B	C	N	O	F	Ne																																								
Li	Be	Al	Si	P	S	Cl	Ar																																								
Na	Mg	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr																												
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe																														
Cs	Ba	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn																															
Fr	Ra	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt																																								
		<table border="1"> <tr> <td>La</td><td>Ce</td><td>Pr</td><td>Nd</td><td>Pm</td><td>Sm</td><td>Eu</td><td>Gd</td><td>Tb</td><td>Dy</td><td>Ho</td><td>Er</td><td>Tm</td><td>Yb</td><td>Lu</td> </tr> <tr> <td>Ac</td><td>Th</td><td>Pa</td><td>U</td><td>Np</td><td>Pu</td><td>Am</td><td>Cm</td><td>Bk</td><td>Cf</td><td>Es</td><td>Fm</td><td>Md</td><td>No</td><td>Lr</td> </tr> </table>																La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr
La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu																																	
Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr																																	

- Síntesis de amoníaco,
- Hidrogenación de Olefinas,
- Metanación,
- Hidrotratamiento, etc.

ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS

Sebatier (1920):
Primer libro oficial.
Factor Químico.

Balandin (19xx):
Factor Geométrico.

Kim (1999): Síntesis de NbC a partir de Nb atomizado y Carbono a altas temperaturas.

Yang (2000):
Síntesis de NbN a partir de nitrógeno y vapores de Nb.

Geantet (2003):
Síntesis de catalizadores $Nb_xMo_{1-x}S_2$ soportados en Al_2O_3 para HDS.

Prop.

Pallone (2003):
Síntesis de NbC/ Al_2O_3 a partir de Nb_2O_5 , Aluminio y Carbono.

Pfaff (2006):
Síntesis de nitruros y carburos de Nb y V para evaluar en HDS.

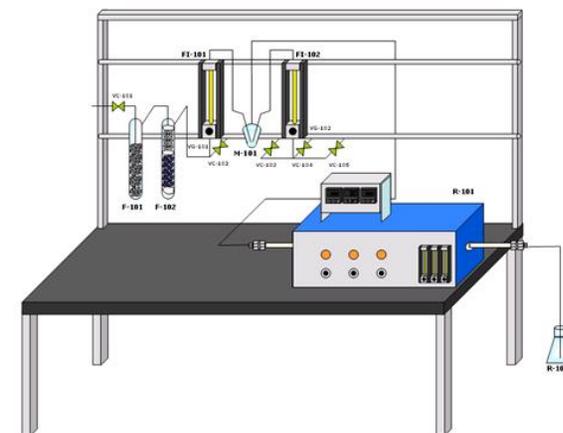
García (2008):
Síntesis de nitruros y carburos de Nb y Mo para evaluar en HDS tiofeno

Akiyama(2007):
Catalizadores de Niobio para Hidrodefluorinación (HDF).

+20%

CAPÍTULO IV:

MARCO METODOLÓGICO



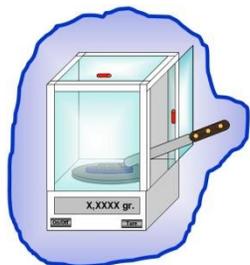
SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

REACTIVOS

1. Complejo Amoniacal de Niobio Oxalato (ANO)
 $(\text{NH}_4)[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})].3\text{H}_2\text{O}$
2. Carburos: metano (CH_4) e hidrógeno (H_2).
3. Nitruros: amoniaco (NH_3).
4. Pasivación: oxígeno (O_2) en argón (Ar) al 1% molar.

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

PROCEDIMIENTO



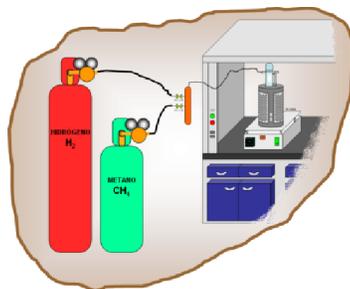
1. PESAR LA MUESTRA



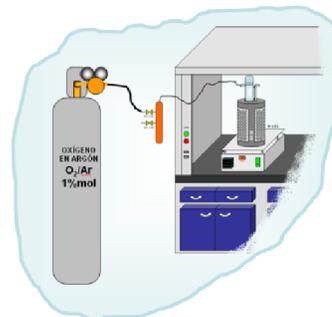
2. COLOCAR EN EL REACTOR Y SELLAR



3. INTRODUCIR EN EL HORNO Y ACOPLAR AL SISTEMA



4. DEJAR REACCIONAR



5. ENFRIAR Y PASIVAR



6. CARACTERIZAR

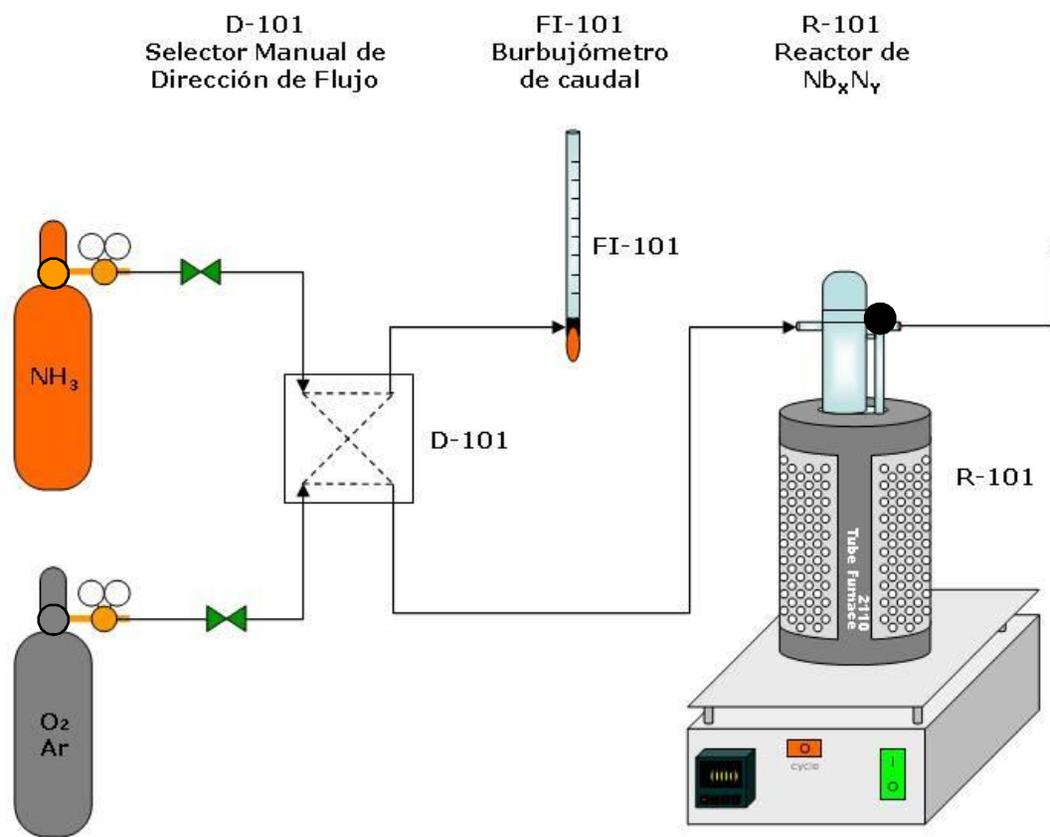
SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

ETAPAS

- 1.- Nitruros de Niobio a partir de la Sal.
- 2.- Carburos de Niobio a partir de la Sal.
- 3.- Carburos de Niobio a partir del Nitruro.

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

ESQUEMA DEL EQUIPO → Nb_xN_y a partir de Amonio



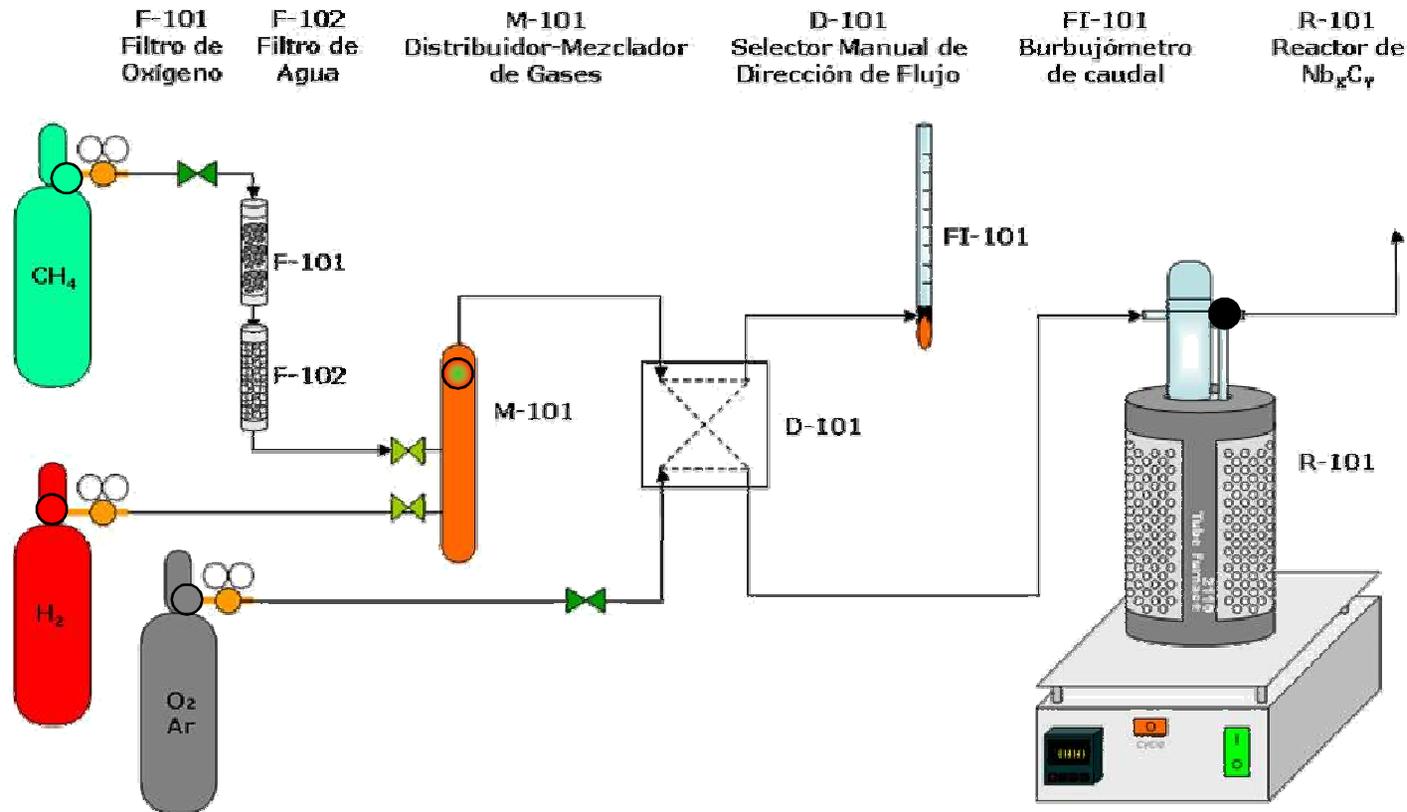
SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

ETAPAS

- 1.- Nitruros de Niobio a partir de la Sal.
- 2.- Carburos de Niobio a partir de la Sal.
- 3.- Carburos de Niobio a partir del Nitruro.

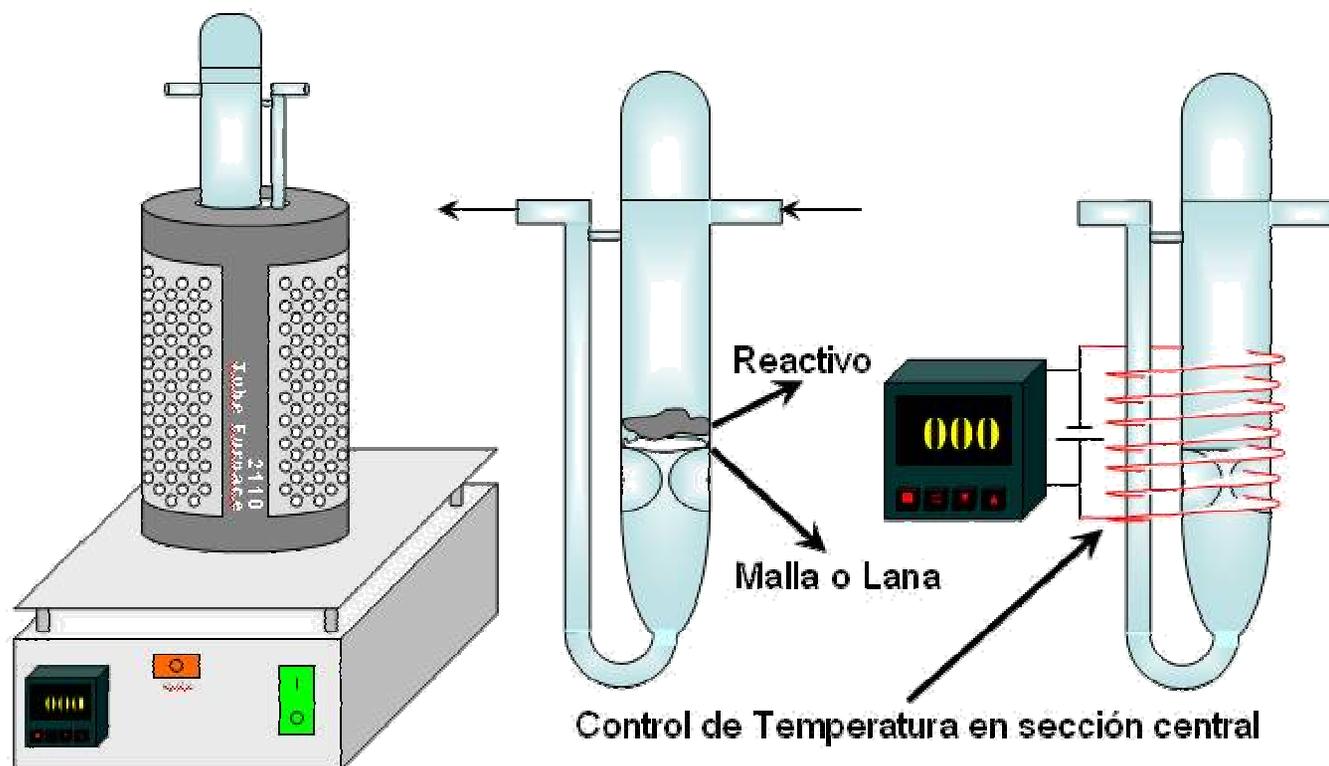
SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

ESQUEMA DEL EQUIPO → Nb_xC_y a partir de Metano



SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

HORNO-REACTOR



SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

EQUIPO



CARACTERIZACIÓN DE LOS CATALIZADORES

Dentro de las técnicas analíticas empleadas, se tienen:

1. Análisis Químico.
2. Difracción de Rayos X (DRX).
3. Área Superficial (BET).
4. Microscopía Electrónica.
5. Cromatografía Gaseosa.

CARACTERIZACIÓN DE LOS CATALIZADORES

Dentro de las técnicas analíticas empleadas, se tienen:

1. Análisis Químico.



MARCA: Dupont 945

CARACTERIZACIÓN DE LOS CATALIZADORES

Dentro de las técnicas analíticas empleadas, se tienen:

2. Difracción de Rayos X (DRX).

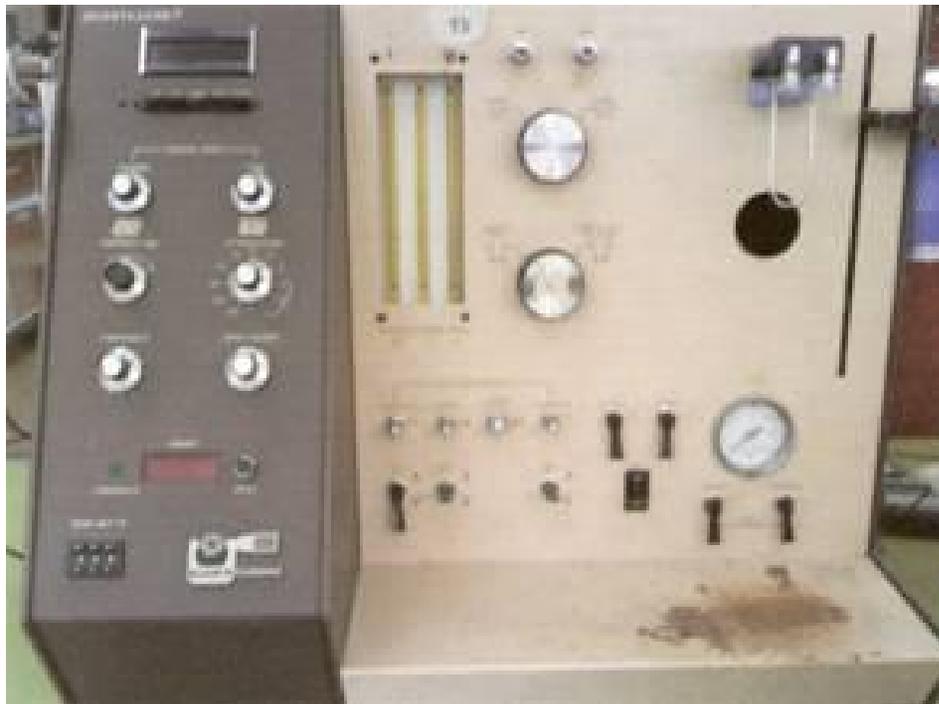


MARCA: Siemens D5005

CARACTERIZACIÓN DE LOS CATALIZADORES

Dentro de las técnicas analíticas empleadas, se tienen:

3. Área Superficial (BET).

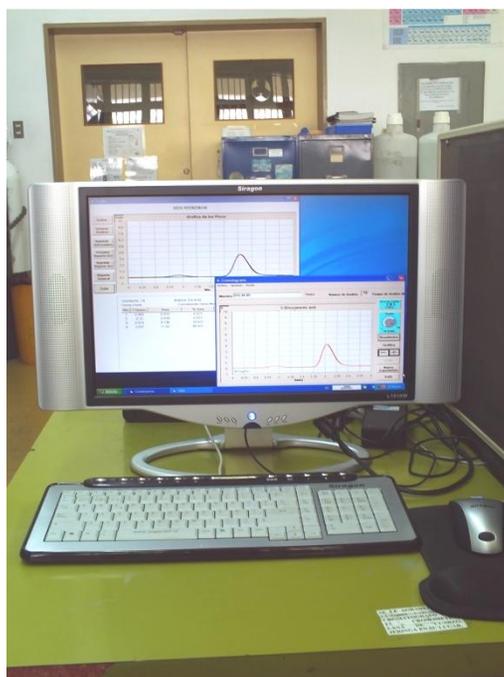


MARCA: Quantasorb

CARACTERIZACIÓN DE LOS CATALIZADORES

Dentro de las técnicas analíticas empleadas, se tienen:

5.Cromatografía Gaseosa.



MARCA: Varian 3700

EVALUACIÓN EN HIDRODESULFURACIÓN

REACTIVOS

1. Tiofeno.

2. Disulfuro de carbono (CS_2).

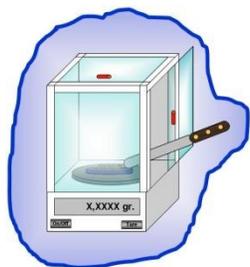
2. Gases: hidrógeno (H_2).

aire sintético.

nitrógeno (N_2).

EVALUACIÓN EN HIDRODESULFURACIÓN

PROCEDIMIENTO



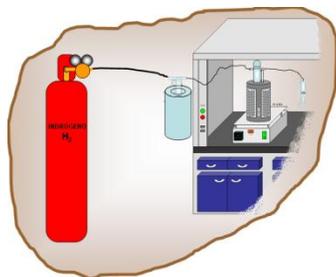
**1. PESAR LA
MUESTRA**



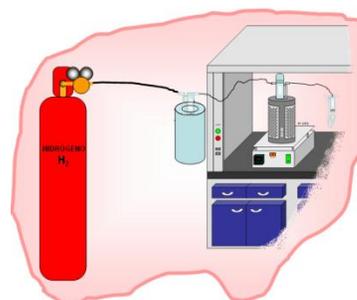
**2. AÑADIR EL CS₂ EN
BURBUJEADOR Y ESTE
EN EL TERMO**



**3. INTRODUCIR EN EL
HORNO Y ACOPLAR AL
SISTEMA**



4. DEJAR SULFURAR



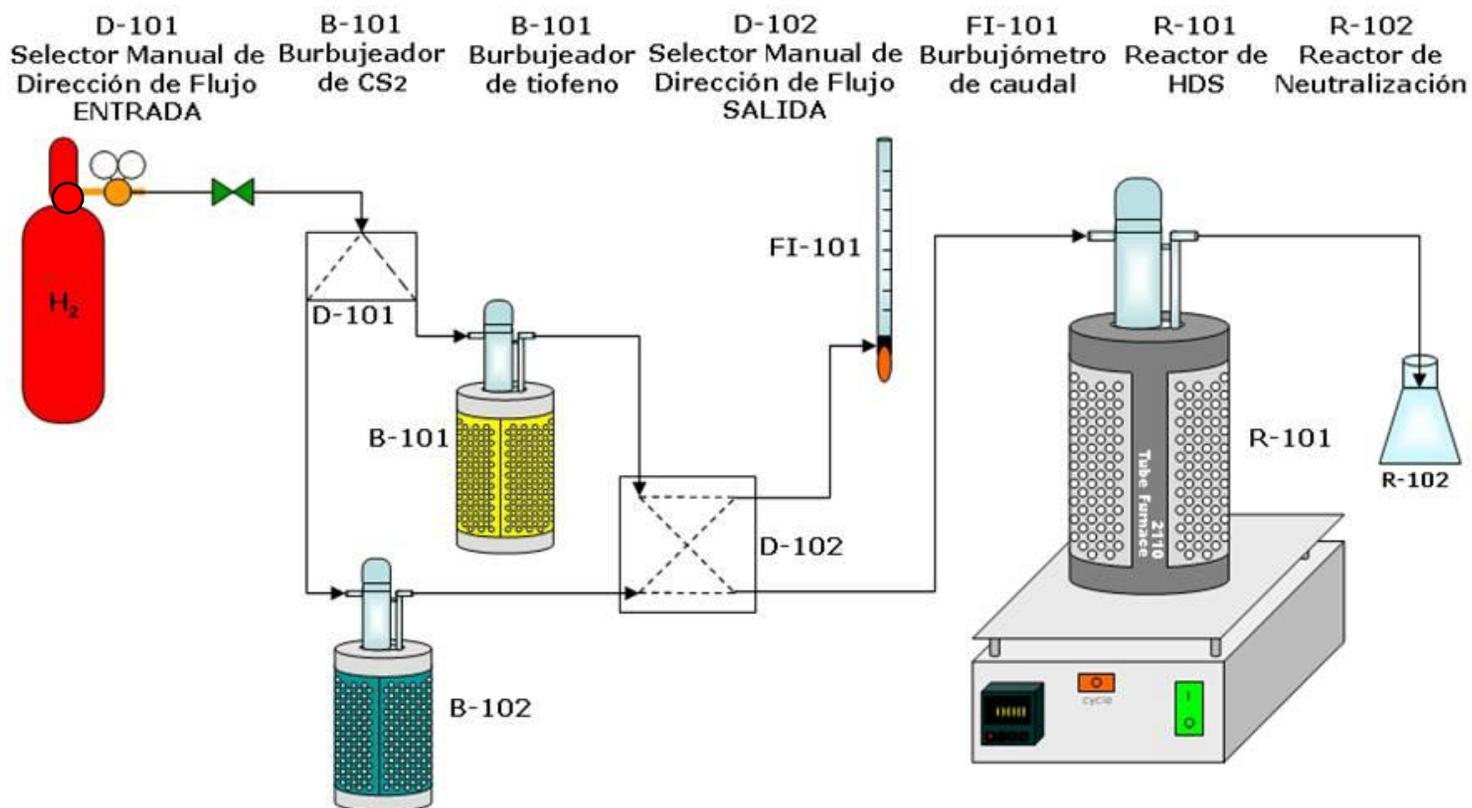
**5. CAMBIAR EL TERMO
DE CS₂ POR EL DE
TIOFENO Y DEJAR
REACCIONAR**



**6. ANALICE
PERIODICAMENTE LOS
GASES DE ENTRADA Y
SALIDA**

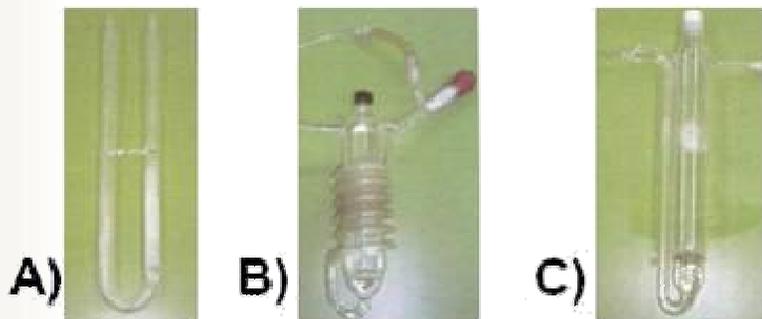
EVALUACIÓN EN HIDRODESULFURACIÓN

EQUIPO



EVALUACIÓN EN HIDRODESULFURACIÓN

EQUIPO-HORNO-REACTOR

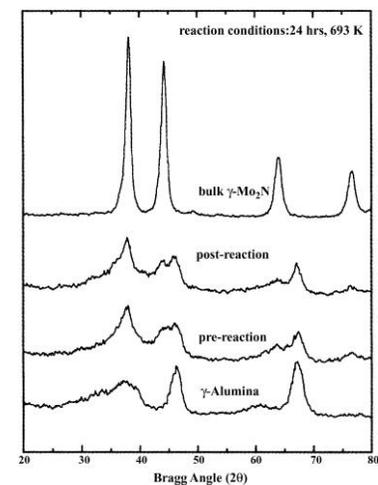


- A) Reactor.
- B) Burbujeador de disulfuro de carbono.
- C) Burbujeador de tiofeno.



CAPÍTULO V:

RESULTADOS Y DISCUSIÓN



SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA) DE LA SAL



2

4

3

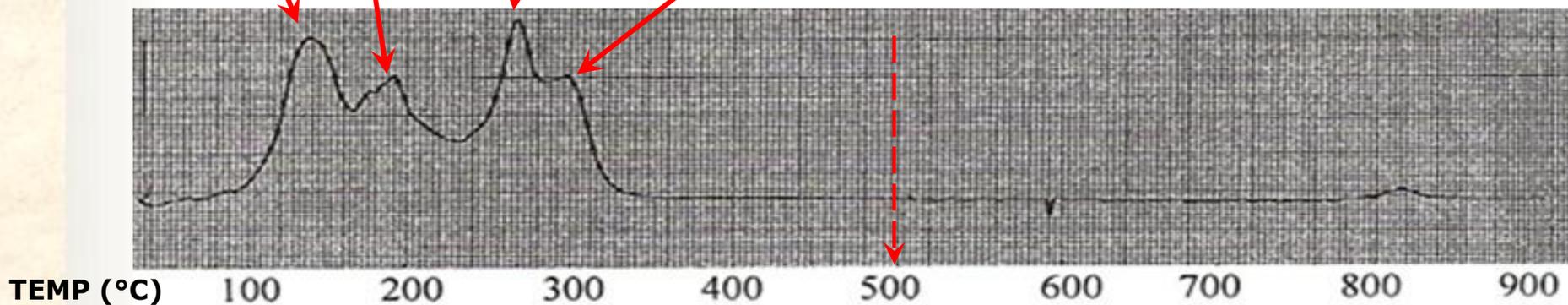
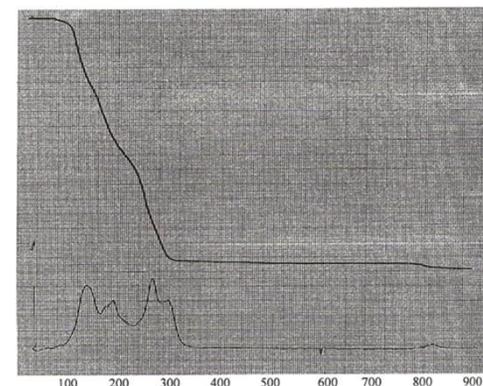
1

140°C → 36,2%. Agua Hidratada

192°C → 24,7%. Amino

268°C → 28,1%. Agua Estructural

300°C → 17,8%. Oxalato.



SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

ETAPAS

- 1.- Nitruros de Niobio a partir de la Sal.
- 2.- Carburos de Niobio a partir de la Sal.
- 3.- Carburos de Niobio a partir del Nitruro.

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

ESQUEMA DE TRABAJO → Nb_xN_y a partir de Amonio

CÓDIGO	SÍNTESIS				PASIVACIÓN	
	Temp (°C)	Rampa (°C/mni)	Caudal (mL/min)	tiempo (min)	Caudal (mL/min)	tiempo (min)
DG-N-01	600	10°C/min	100	60	50	90
DG-N-02	700	10°C/min	100	60	50	90
DG-N-03	800	10°C/min	100	60	50	90
DG-N-04	800	20°C/min (22-500°C) y 10°C/min (500-800°C)	100	60	50	90
DG-N-05	800	20°C/min (22-500°C) y 10°C/min (500-800°C)	100	120	50	90
DG-N-06	800	20°C/min (22-500°C) y 10°C/min (500-800°C)	100	30	50	90
DG-N-07	800	20°C/min (22-500°C) y 10°C/min (500-800°C)	100	0	50	90
DG-N-08	800	20°C/min	100	30	50	90

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

NITRUIROS DE NIOBIO A PARTIR DE AMONIO

Ensayo N°1: Selección de la Temperatura (°C) de síntesis.

DG-N-01 → 26 m²/g

DG-N-02 → 19 m²/g

DG-N-03 → 48 m²/g

Condiciones fijas:

Rampa: 10°C/min.

Tiempo de reacc.: 60min.

Caudal: 100 mL/min.

Pasivación: 90min.

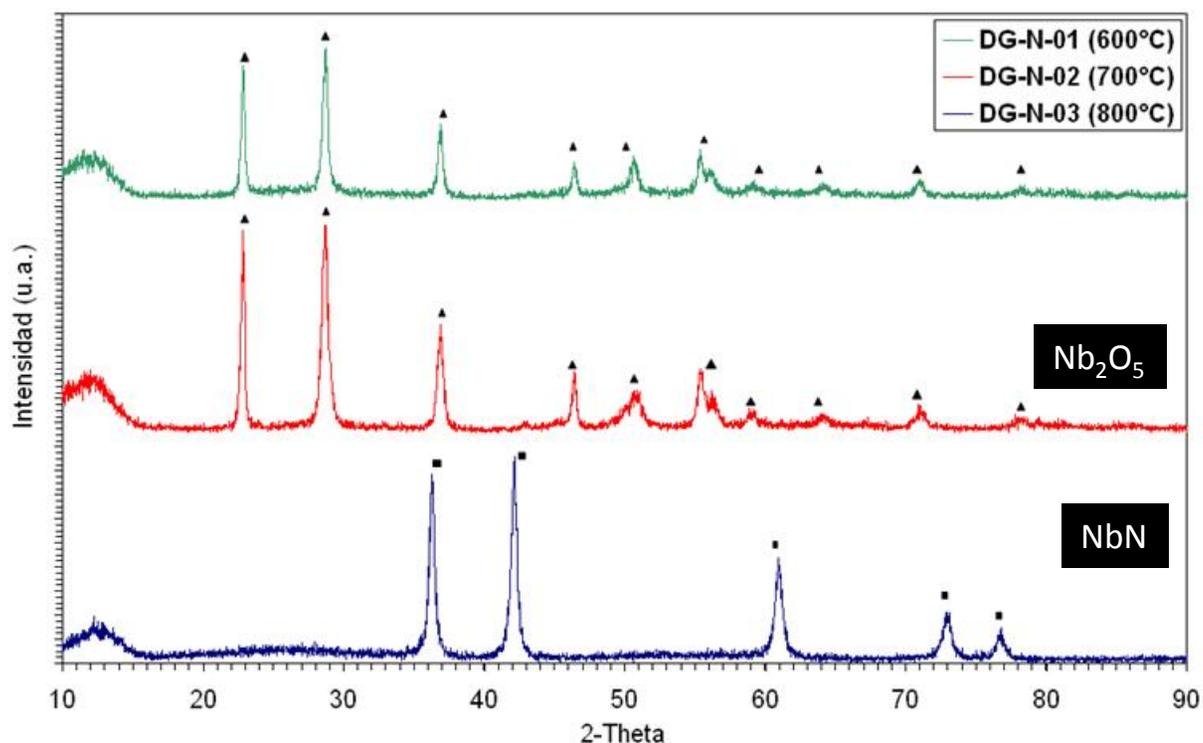


Gráfico N° 1: Difracción de Rayos X (DRX) de Nitruros. Temp. de Síntesis.

■ Nitruro de Niobio (NbN), ▲ Óxido de Niobio (V) (Nb₂O₅).

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

NITRUIOS DE NIOBIO A PARTIR DE AMONIO

Ensayo N°2: Selección de la Rampa de Calentamiento (°C/min) de síntesis.

DG-N-03 → 48 m²/g

DG-N-04 → 60 m²/g

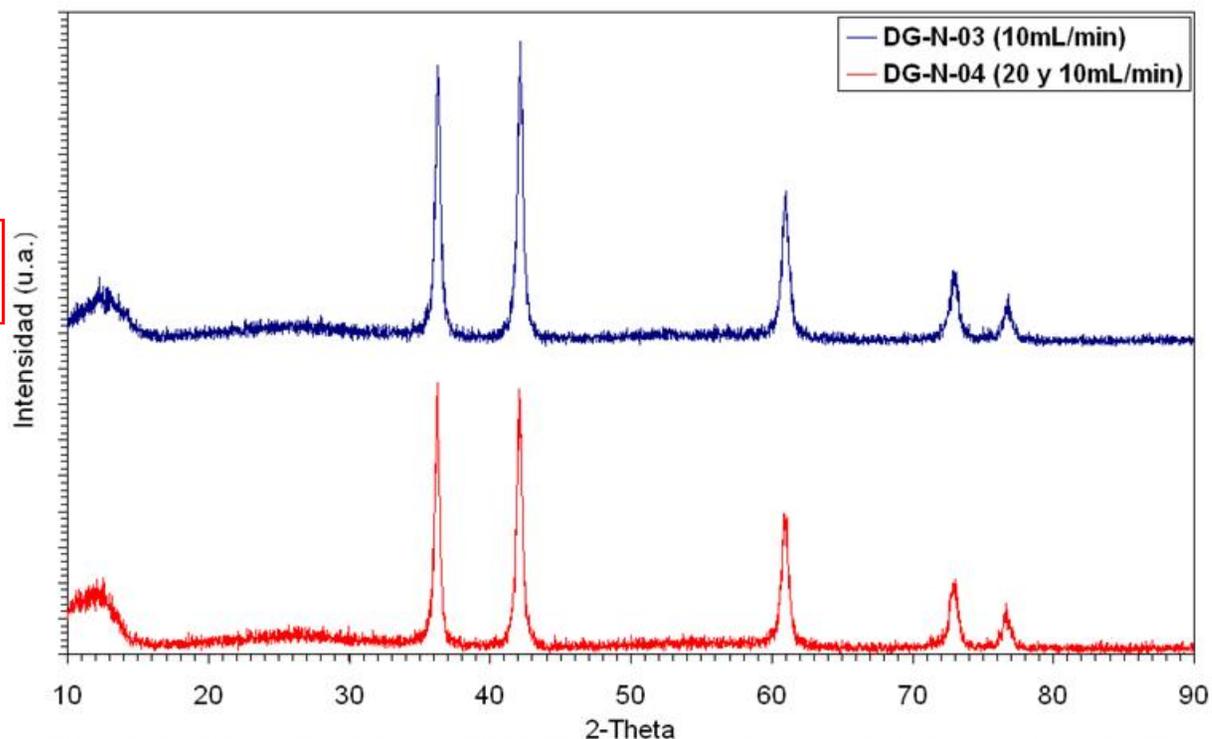


Gráfico N° 2: Difracción de Rayos X (DRX) de Nitruros. Rampa de Calentamiento de Síntesis.

Condiciones fijas:

Temp.: 800°C.

Tiempo de reacc.: 60min.

Caudal: 100 m/min.

Tiempo de pasivación: 90min.

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

NITRUROS DE NIOBIO A PARTIR DE AMONIO

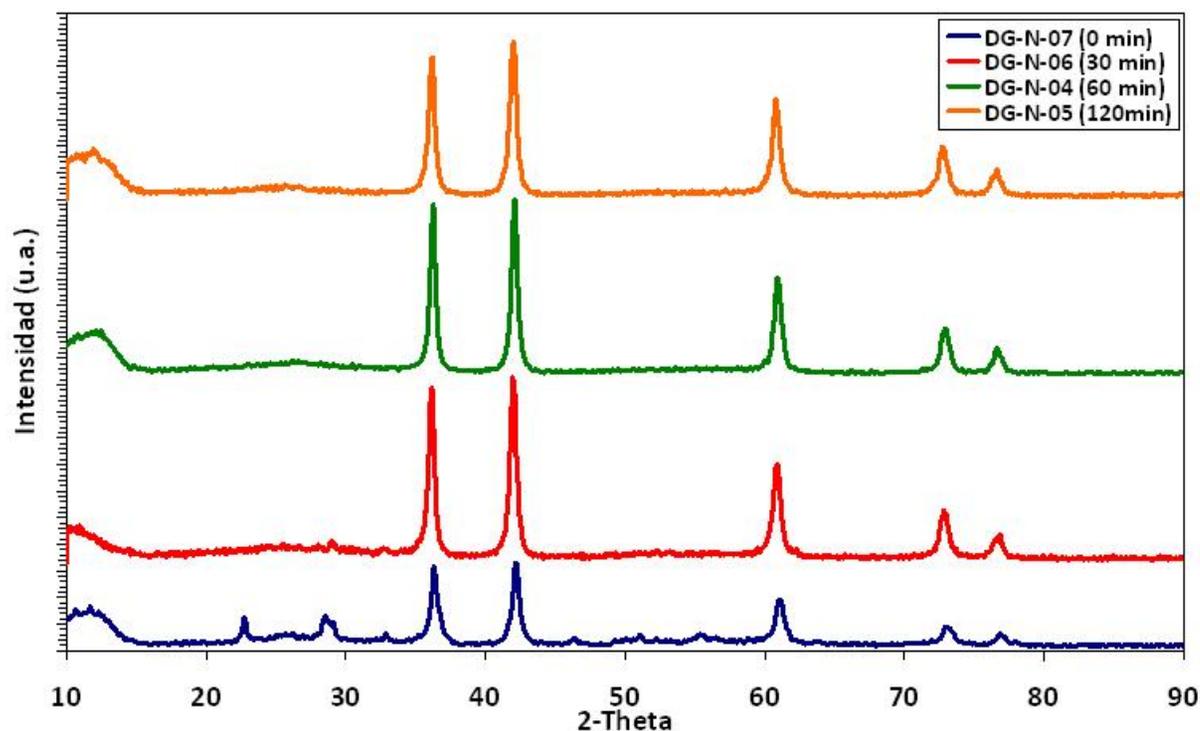
Ensayo N°3: Selección del tiempo (min) de reacción.

DG-N-07 → 159 m²/g

DG-N-06 → 92 m²/g

DG-N-04 → 60 m²/g

DG-N-05 → 79 m²/g



Condiciones fijas:

Temp.: 800°C.

Rampa: 20°C/min (500°C) y 10°C/min.

Caudal: 100mL/min

Tiempo de pasivación: 90min.

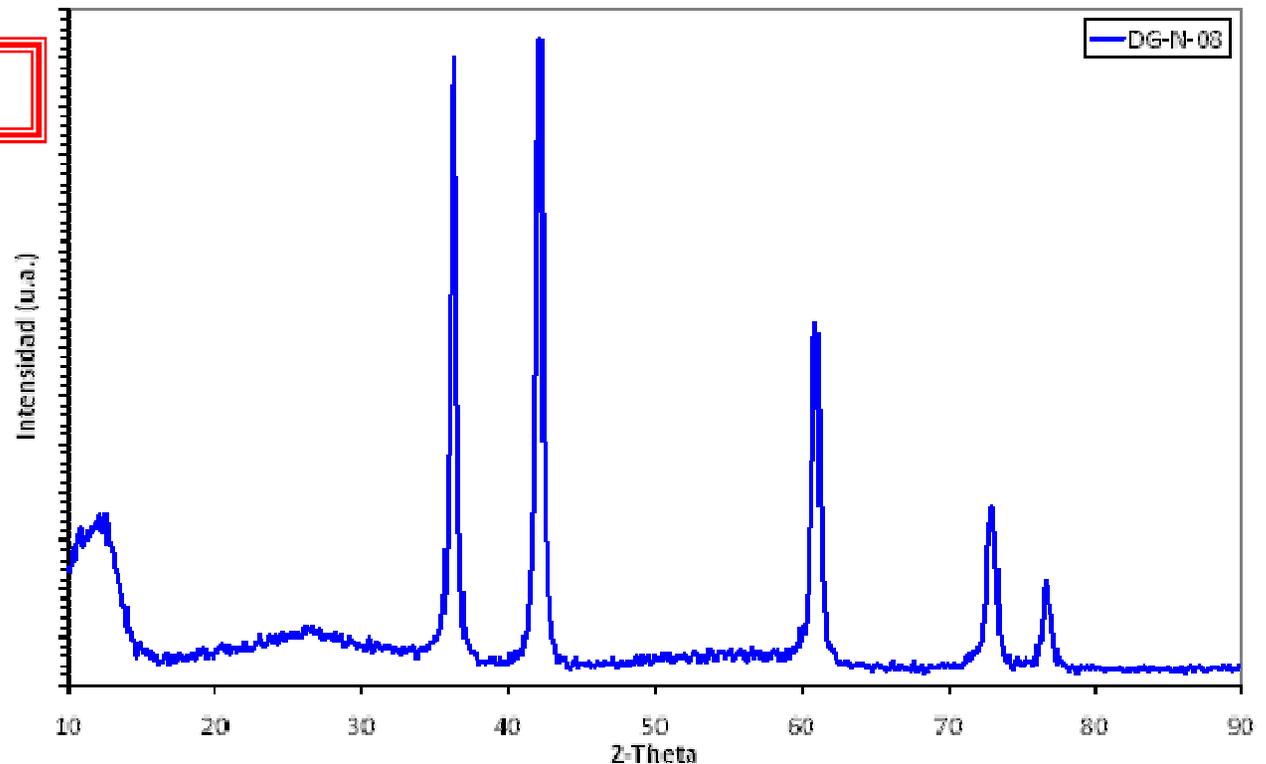
Gráfico N° 3: Difracción de Rayos X (DRX) de Nitruros. Tiempo de Reacción.

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

NITRUROS DE NIOBIO A PARTIR DE AMONIO

Ensayo N°4: Selección del nitruro para síntesis de carburos.

DG-N-08 → 62 m²/g



Condiciones fijas:

Temp.: 800°C.

Rampa: 20°C/min.

Caudal: 100mL/min

Tiempo de reacc.: 30 min.

Tiempo de pasivación: 30min.

Gráfico N° 4: Difracción de Rayos X (DRX) de Nitruros. Precursor para los Carburos.

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

ETAPAS

- 1.- Nitruros de Niobio a partir de la Sal.
- 2.- Carburos de Niobio a partir de la Sal.
- 3.- Carburos de Niobio a partir del Nitruro.

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

ESQUEMA DE TRABAJO → Nb_xC_y a partir de la Sal

CÓDIGO	SÍNTESIS				PASIVACIÓN	
	Temp (°C)	Rampa (°C/mni)	Caudal (mL/min)	tiempo (min)	Caudal (mL/min)	tiempo (min)
DG-C-01	500	10°C/min	100	60	50	90
DG-C-02	700	10°C/min	100	60	50	90
DG-C-03	900	10°C/min	100	60	50	90
DG-C-04	800	10°C/min (22-500°C) y 5°C/min (500-800°C)	100	60	50	90
DG-C-05	800	20°C/min (22-500°C) y 10°C/min (500-800°C)	100	60	50	90
DG-C-06	800	20°C/min (22-500°C) y 10°C/min (500-800°C)	100	60	50	90
DG-C-07	950	20°C/min	100	60	50	90
DG-C-08	950	10°C/min (22-500°C) y 5°C/min (500-950°C)	100	60	0	0
DG-C-09	950	20°C/min	100	60	0	0
DG-C-10	950	10°C/min (22-500°C) y 5°C/min (500-950°C)	100	120	0	0

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

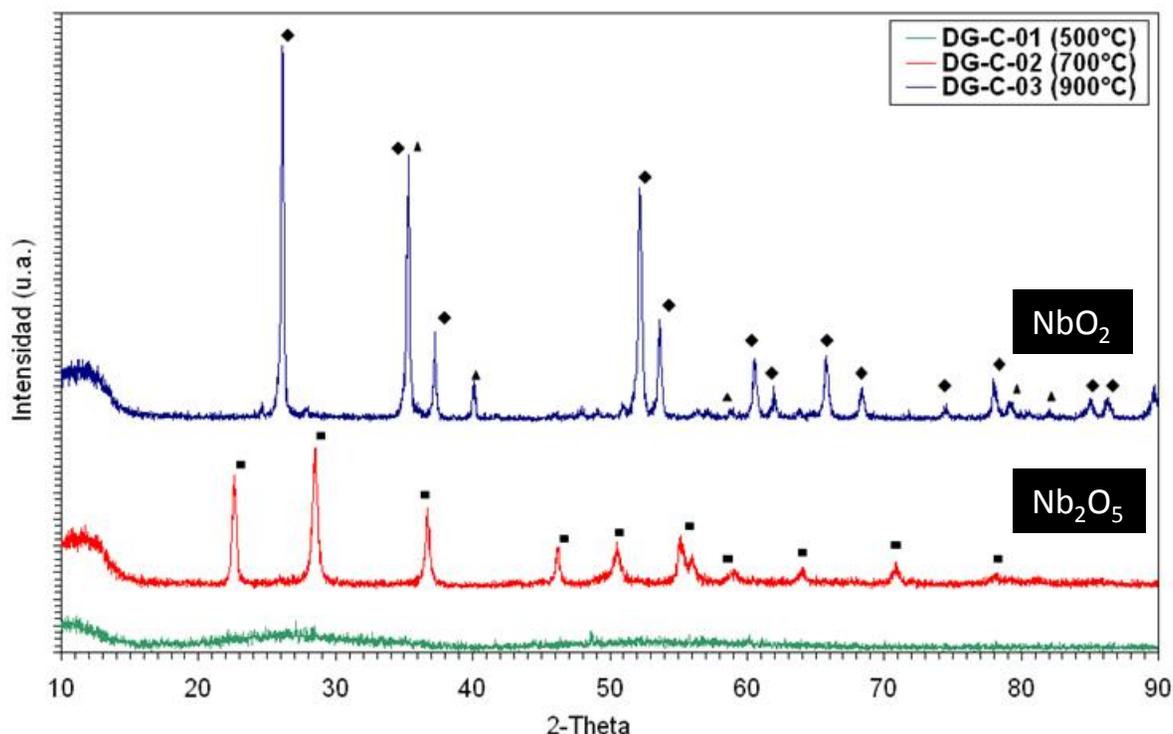
CARBUROS DE NIOBIO A PARTIR DE METANO Y LA SAL

Ensayo N°1: Selección de la Temperatura (°C) de síntesis.

DG-C-01 → 16 m²/g

DG-C-02 → 43 m²/g

DG-C-03 → 57 m²/g



Condiciones fijas:

Rampa: 10°C/min.

Tiempo de reacc.: 60 min.

Caudal: 100 m/min.

Tiempo de pasivación: 90 min.

Gráfico N° 5: Difracción de Rayos X (DRX) de Carburos. Temp. de Síntesis.

◆ Carburo de Niobio (NbC), ■ Óxido de niobio (V) (Nb₂O₅), ◆ Óxido de niobio (IV) (NbO₂).

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

CARBUROS DE NIOBIO A PARTIR DE METANO Y LA SAL

Ensayo N°2: Selección de la Rampa de Calentamiento (°C/min) de síntesis.

DG-C-04 → 70 m²/g

DG-C-05 → 67 m²/g

DG-C-06 → 78 m²/g

Condiciones fijas:

Temp.: 850°C/min.

Tiempo de reacc.: 60 min.

Caudal: 100 m/min.

Tiempo de pasivación: 90 min.

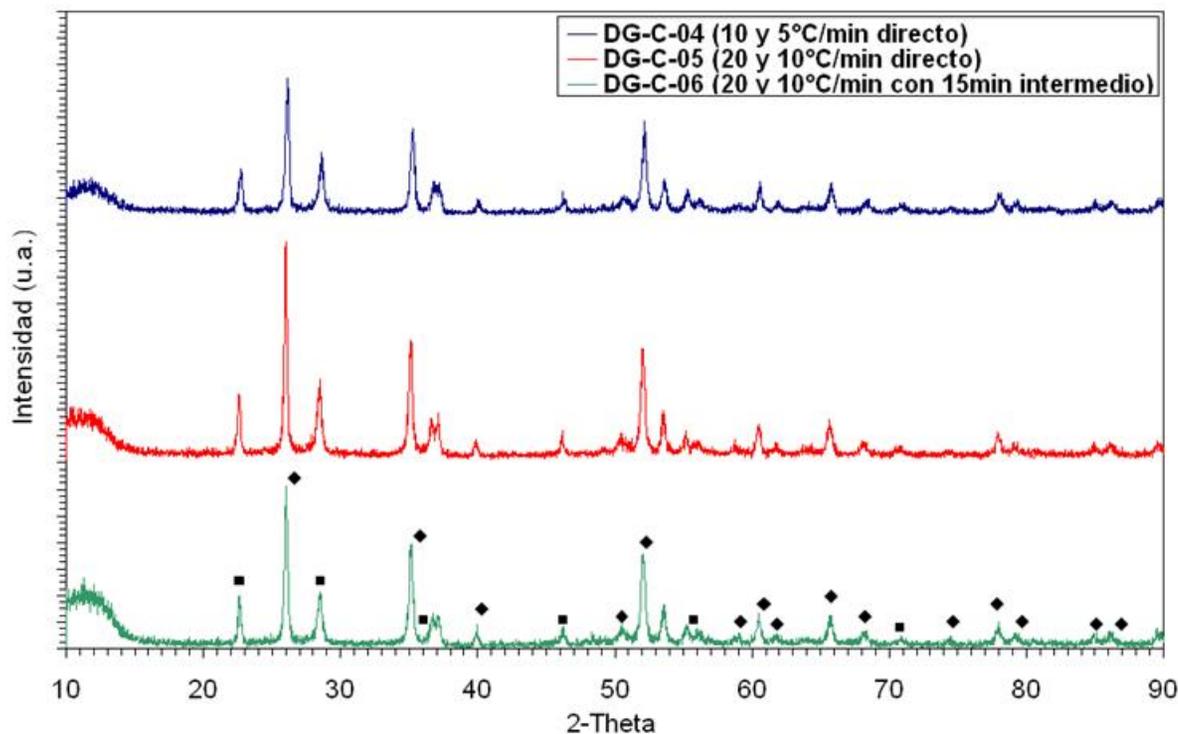


Gráfico N° 6 : Difracción de Rayos X (DRX) de Carburos. Rampa de Calentamiento de Síntesis. ■ Óxido de niobio (V) (Nb₂O₅), ◆ Óxido de niobio (IV) (NbO₂).

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

CARBUROS DE NIOBIO A PARTIR DE METANO Y LA SAL

Ensayo N°3: Selección de la Temperatura (°C) de síntesis (2).

DG-C-07 → 118 m²/g

Condiciones fijas:

Temp.: 950°C

Rampa: 20°C/min.

Tiempo de reacc.: 60 min.

Caudal: 100 m/min.

Tiempo de pasivación: 90 min.

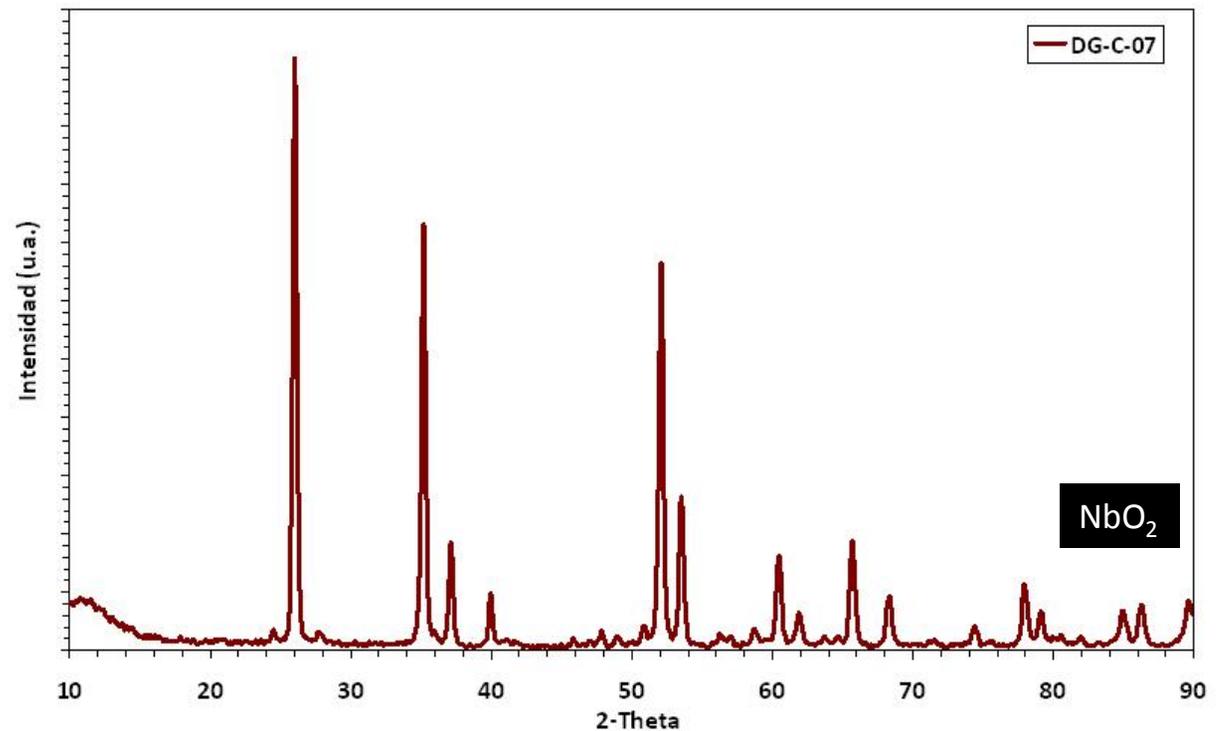


Gráfico N° 7: Difracción de Rayos X (DRX) de Carburos. Temp. de Síntesis (2).

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

CARBUROS DE NIOBIO A PARTIR DE METANO Y LA SAL

Ensayo N°4: Influencia de la pasivación, Sin Pasivar.

DG-C-08 → 68 m²/g
Rampa 10-5°C/min

DG-C-09 → 63 m²/g
Rampa 20°C/min

Condiciones fijas:

Temp.: 950°C.

Caudal: 100mL/min.

Rampa: XX°C/min

Tiempo de reacc.: 60 min.

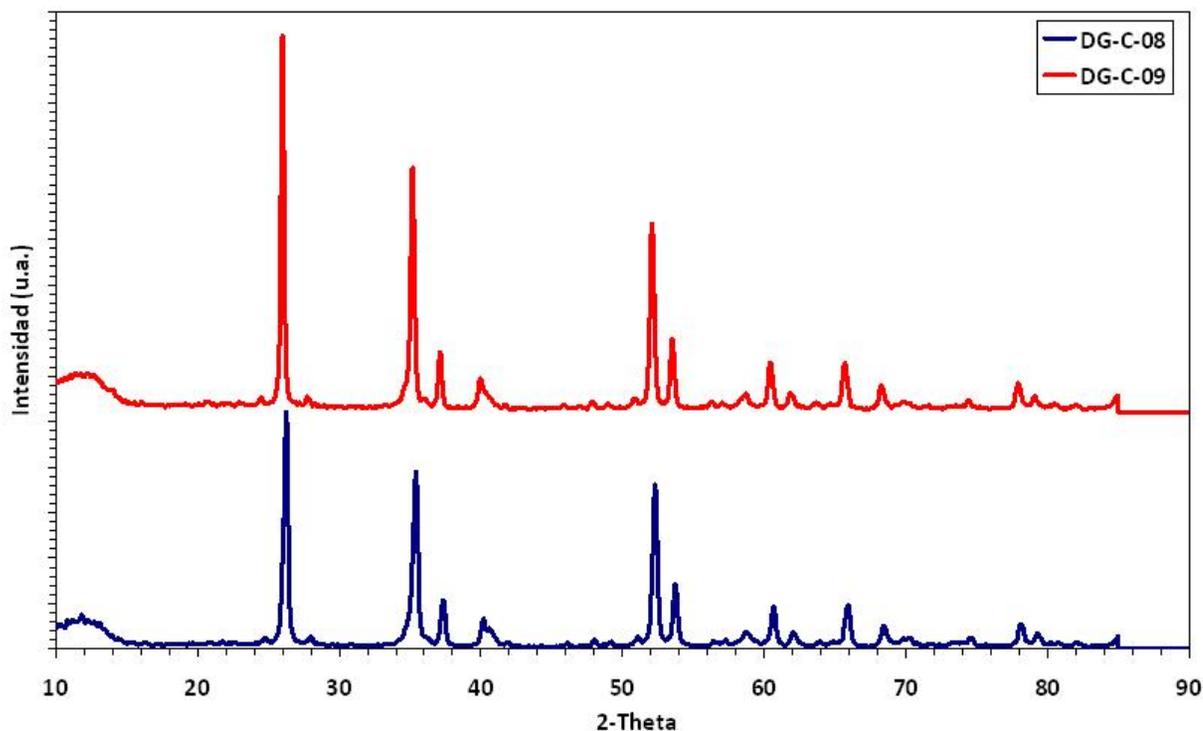


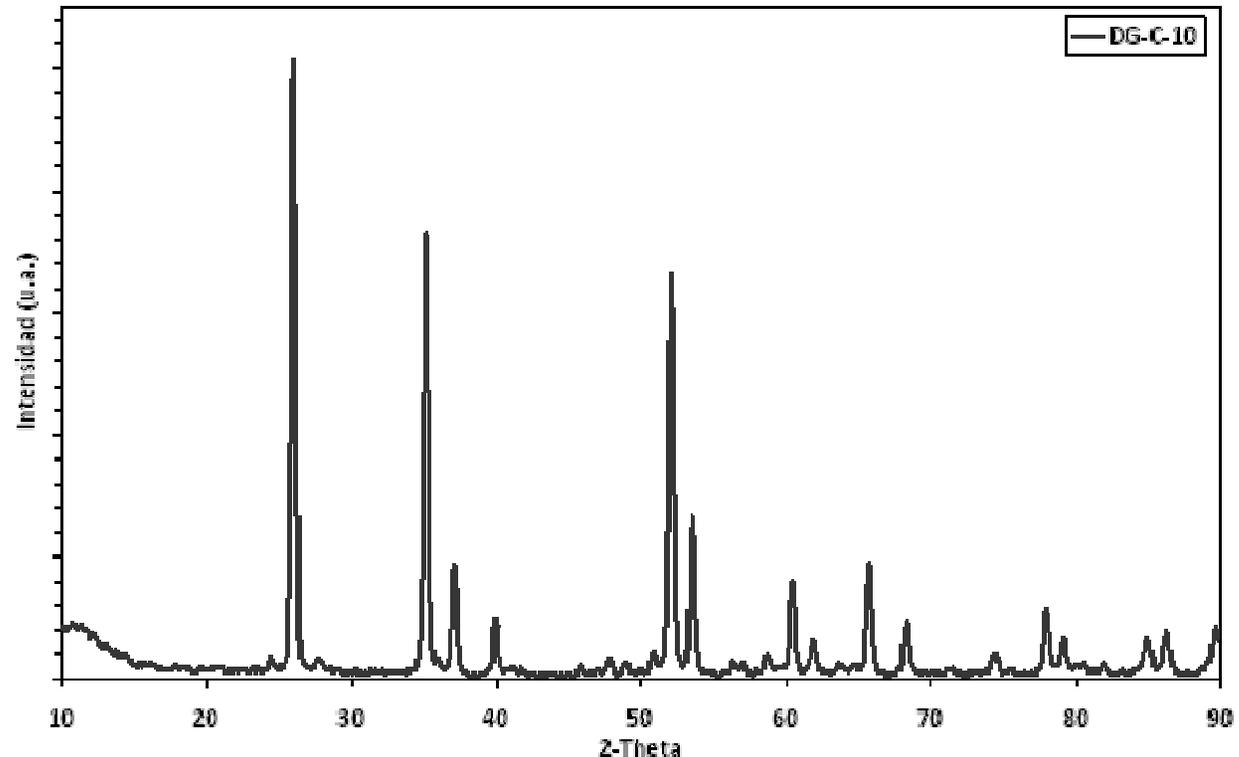
Gráfico N° 8: Difracción de Rayos X (DRX) de Carburos. Pasivación.

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

CARBUROS DE NIOBIO A PARTIR DE METANO Y LA SAL

Ensayo N°5: Tiempo de Reacción. 120 min.

DG-C-10 → 68 m²/g



Condiciones fijas:

Temp.: 950°C.

Caudal: 100mL/min.

Rampa: 10°C/min hasta 500°C y 5°C/min.

Tiempo de reacc.: 60 min.

Gráfico N°9: Difracción de Rayos X (DRX) de Carburos. Tiempo de Reacción.

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

ETAPAS

- 1.- Nitruros de Niobio a partir de la Sal.
- 2.- Carburos de Niobio a partir de la Sal.
- 3.- Carburos de Niobio a partir del Nitruro.

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

ESQUEMA DE TRABAJO → Nb_xC_y a partir de un Nitruro

CÓDIGO	SÍNTESIS				PASIVACIÓN	
	Temp (°C)	Rampa (°C/mni)	Caudal (mL/min)	tiempo (min)	Caudal (mL/min)	tiempo (min)
DG-C-11	950	10°C/min proceso continuo (NbN→NbC)	100	120	50	90
DG-C-12	950	10°C/min proceso escalonado (NbN→NbC)	100	120	50	90

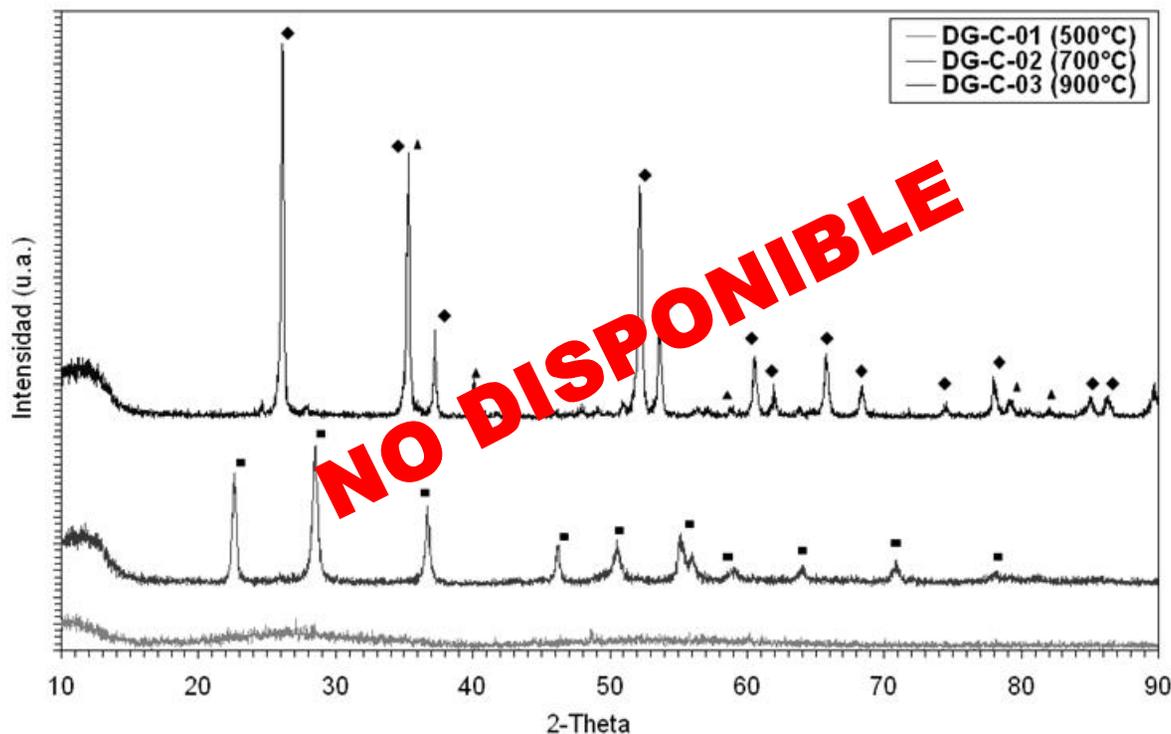
SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

CARBUROS DE NIOBIO A PARTIR DE METANO Y NbN

Ensayo N°1: Selección de la Temperatura (°C) de síntesis.

DG-C-11 → 46 m²/g

DG-C-12 → 66 m²/g



Condiciones fijas:

Rampa: 10°C/min.

Tiempo de reacc.: 120 min.

Caudal: 100 m/min.

Tiempo de pasivación: 90 min.

Gráfico N° 5: Difracción de Rayos X (DRX) de Carburos. Temp. de Síntesis.

◆ Carburo de Niobio (NbC), ■ Óxido de niobio (V) (Nb₂O₅), ◆ Óxido de niobio (IV) (NbO₂).

SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

ÁREA SUPERFICIAL (BET)

SÓLIDO	ÁREA BET								
DG-N-01	26	DG-N-05	79	DG-C-01	16	DG-C-05	67	DG-C-09	63
DG-N-02	19	DG-N-06	92	DG-C-02	43	DG-C-06	78	DG-C-10	68
DG-N-03	48	DG-N-07	159	DG-C-03	57	DG-C-07	118	DG-C-11	46
DG-N-04	60	DG-N-08	66	DG-C-04	70	DG-C-08	68	DG-C-12	66

CARACTERIZACIÓN DE LOS CATALIZADORES

ANÁLISIS QUÍMICO

Sólido	Análisis por Átomo					Análisis por Compuesto			
	%C	%N	%O	%Nb	%S	%NbC	%NbN	%Nb _x O _y	%Nb _x S _y
DG-N-01	2,29	2,39	18,55	76,77	0	20,04	18,27	43,14	0
DG-N-02	0,42	11,90	1,62	86,06	0	3,68	90,95	5,37	0
DG-N-03	0,16	12,12	1,80	85,92	0	1,40	92,63	5,97	0
DG-N-04	0,39	12,06	1,33	86,22	0	3,41	92,17	4,42	0
DG-N-05	0,24	12,70	0,25	86,81	0	2,10	97,06	0,84	0
DG-N-06	0,46	11,65	2,08	85,81	0	4,03	89,04	6,93	0
DG-N-07	3,94	0,35	18,90	76,81	0	34,48	2,68	62,84	0
DG-N-08	1,15	8,80	-	-	0	10,06	67,26	22,68	0
DG-C-01	3,85	3,41	-	-	0	33,69	26,06	40,25	0
DG-C-02	4,12	0,55	17,91	77,36	0	36,05	4,20	59,75	0
DG-C-03	3,65	0,28	16,88	79,19	0	31,94	2,14	65,92	0
DG-C-04	3,85	0,31	-	-	0	33,69	2,37	63,94	0
DG-C-05	3,61	0,27	-	-	0	31,59	2,06	66,35	0
DG-C-06	3,63	0,38	-	-	0	31,76	2,90	65,33	0
DG-C-07	3,21	0,42	17,59	78,78	0	28,09	3,21	68,70	0
DG-C-08	4,18	0,23	-	-	0	36,58	1,76	61,67	0
DG-C-09	3,44	0,22	-	-	0	30,10	1,68	68,22	0
DG-C-10	4,88	0,29	-	-	0	42,70	2,22	55,08	0
DG-C-11	6,44	2,35	-	-	0	56,35	17,96	25,69	0
DG-C-12	3,93	3,20	-	-	0	34,39	24,46	41,16	0

➔ DG-N-04

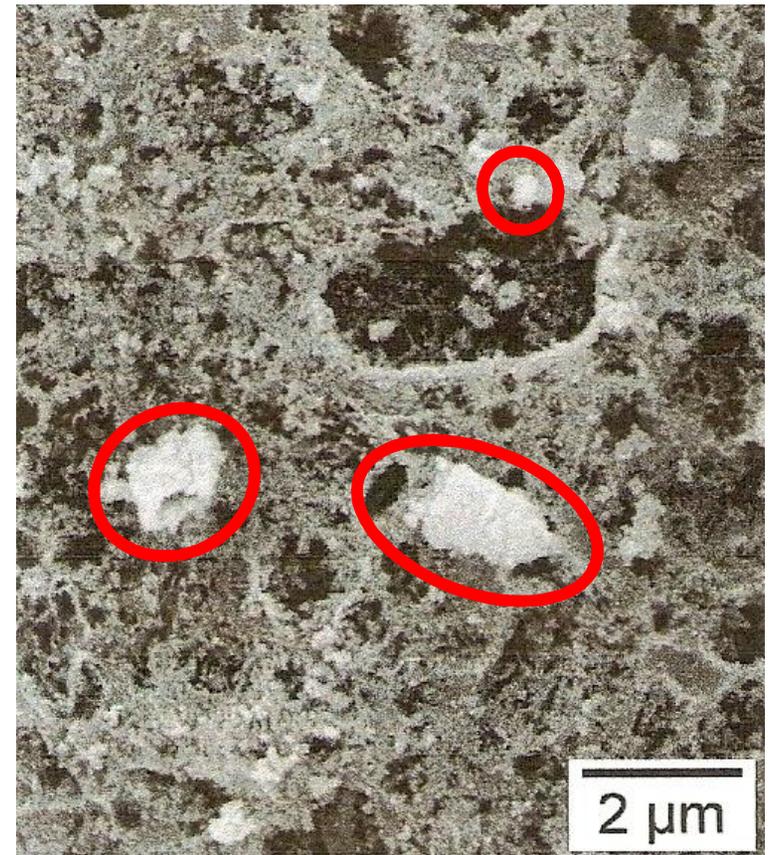
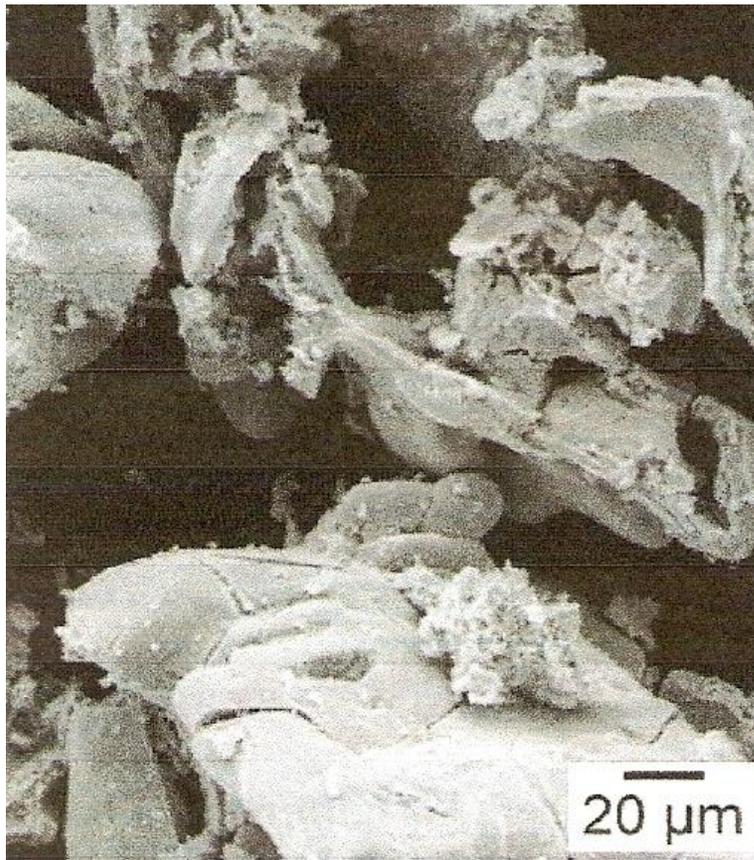
➔ DG-N-05

➔ DG-C-10

➔ DG-C-11

CARACTERIZACIÓN DE LOS CATALIZADORES

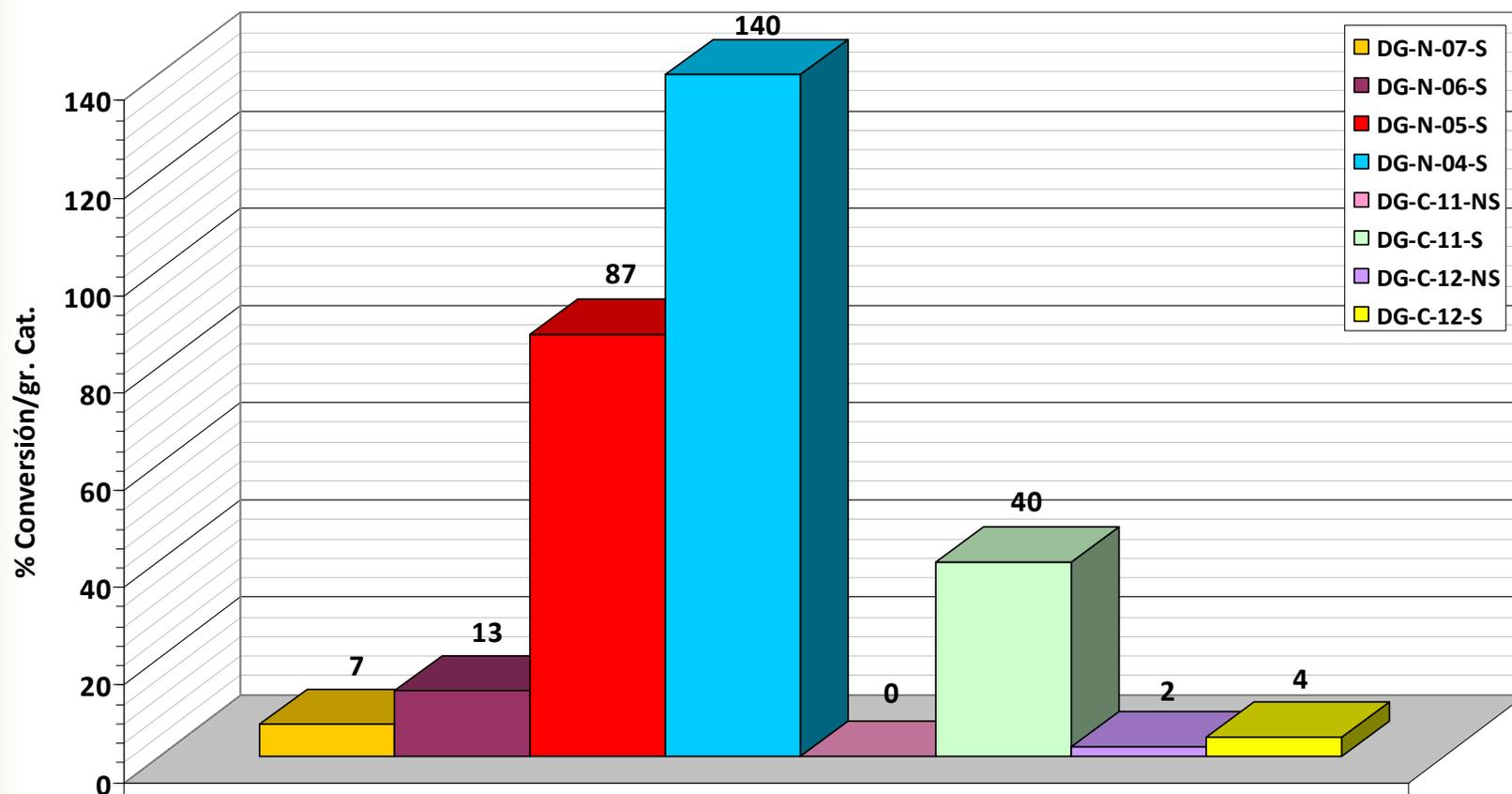
MICROSCOPIA ELECTRÓNICA.



Microscopía Electrónica de Barrido

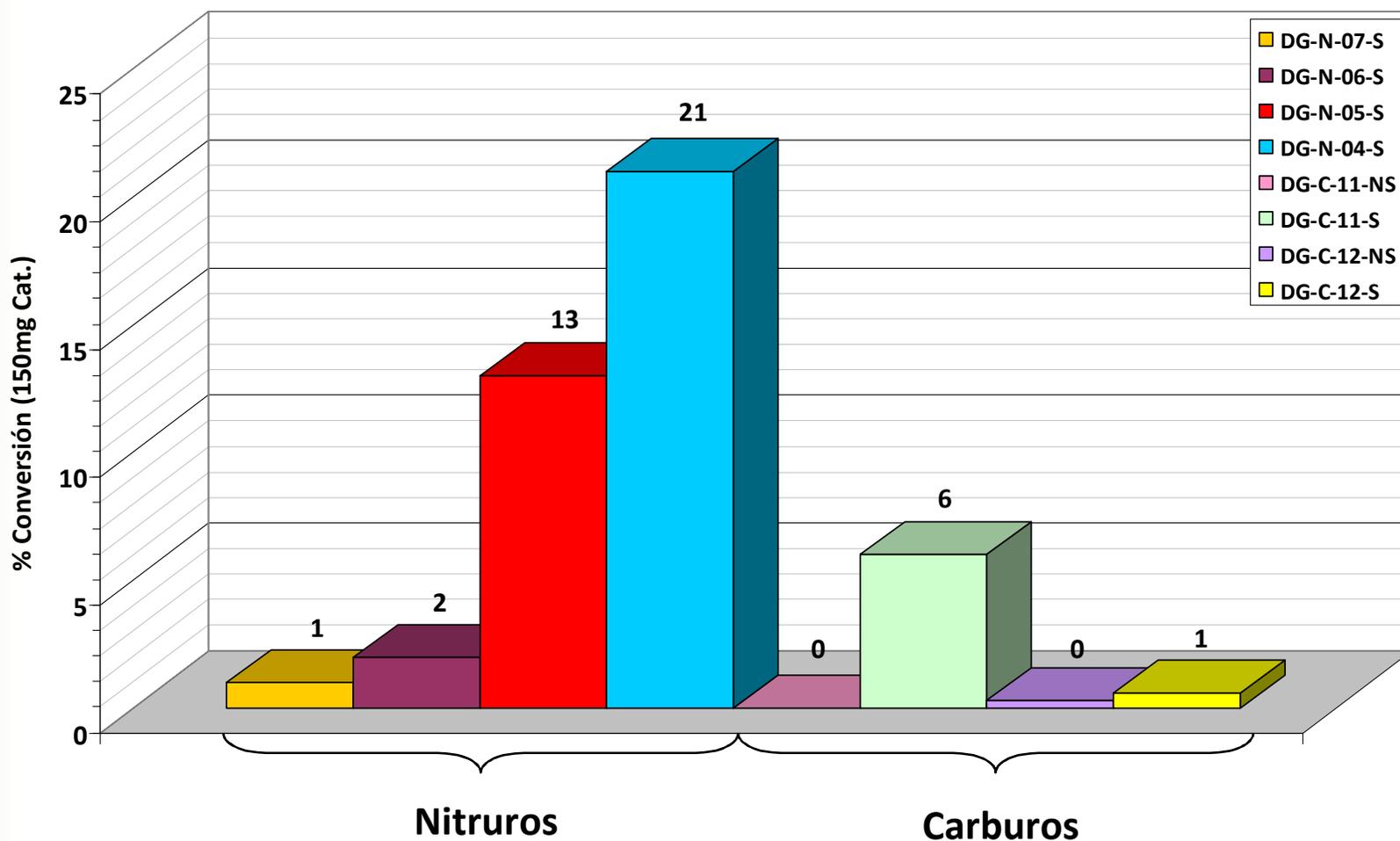
EVALUACIÓN EN HIDRODESULFURACIÓN

CONVERSIÓN



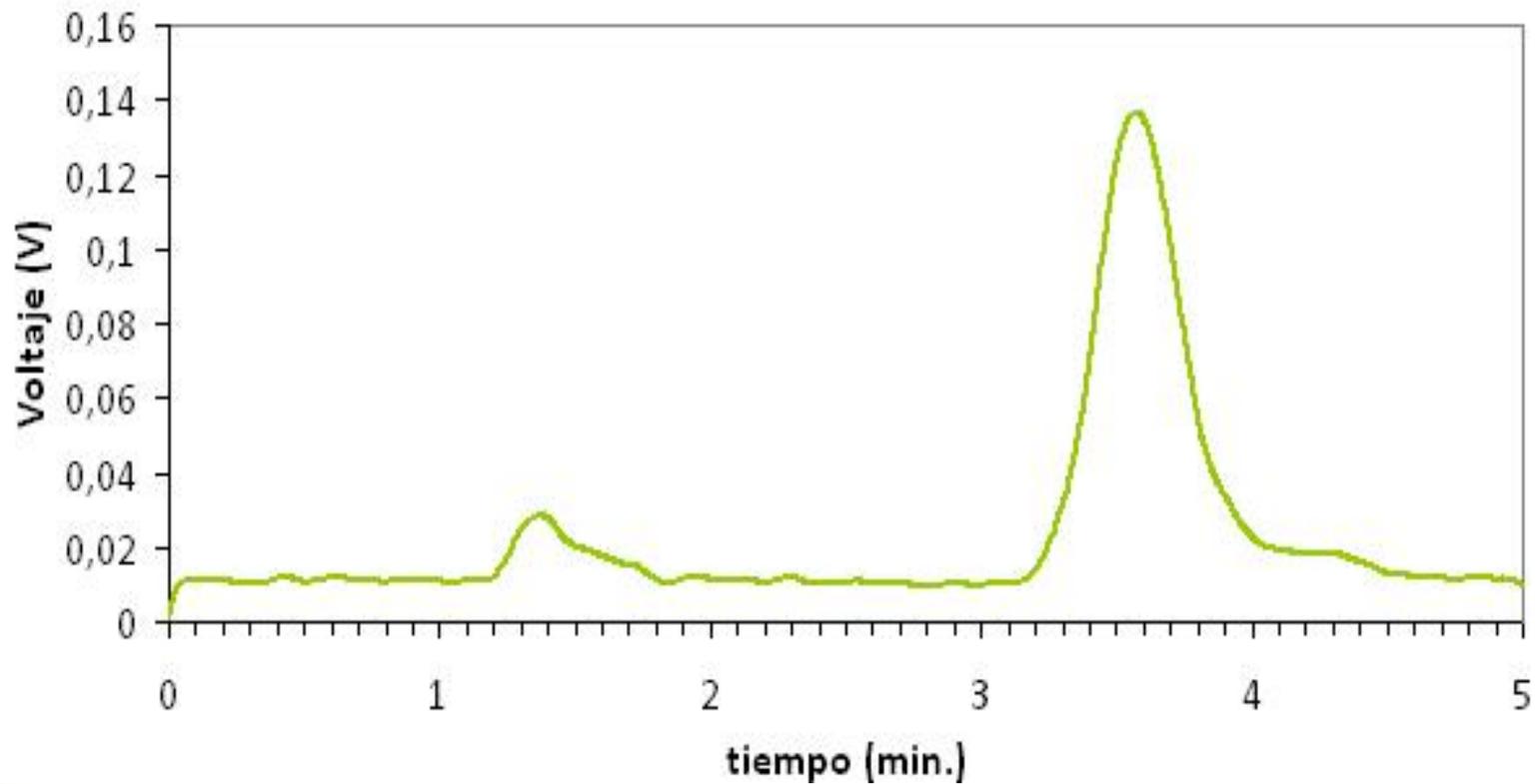
EVALUACIÓN EN HIDRODESULFURACIÓN

CONVERSIÓN



EVALUACIÓN EN HIDRODESULFURACIÓN

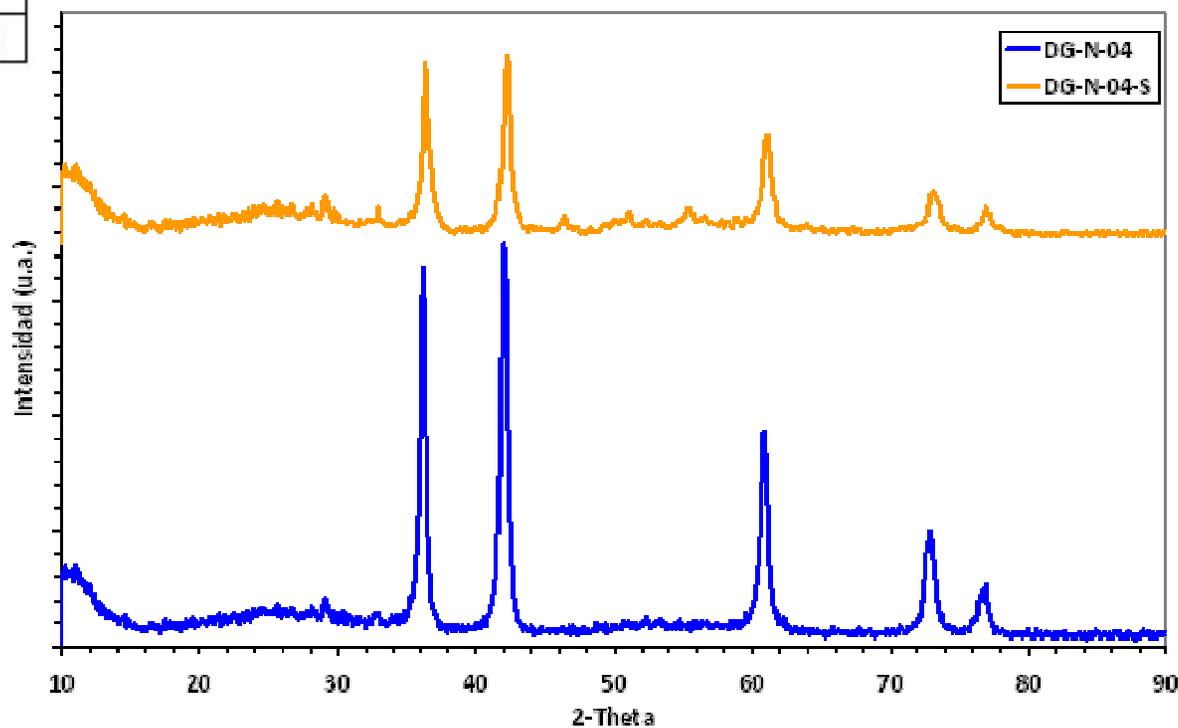
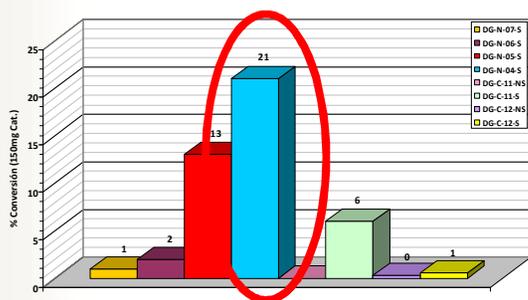
CROMATOGRAMA Y SELECTIVIDAD



EVALUACIÓN EN HIDRODESULFURACIÓN

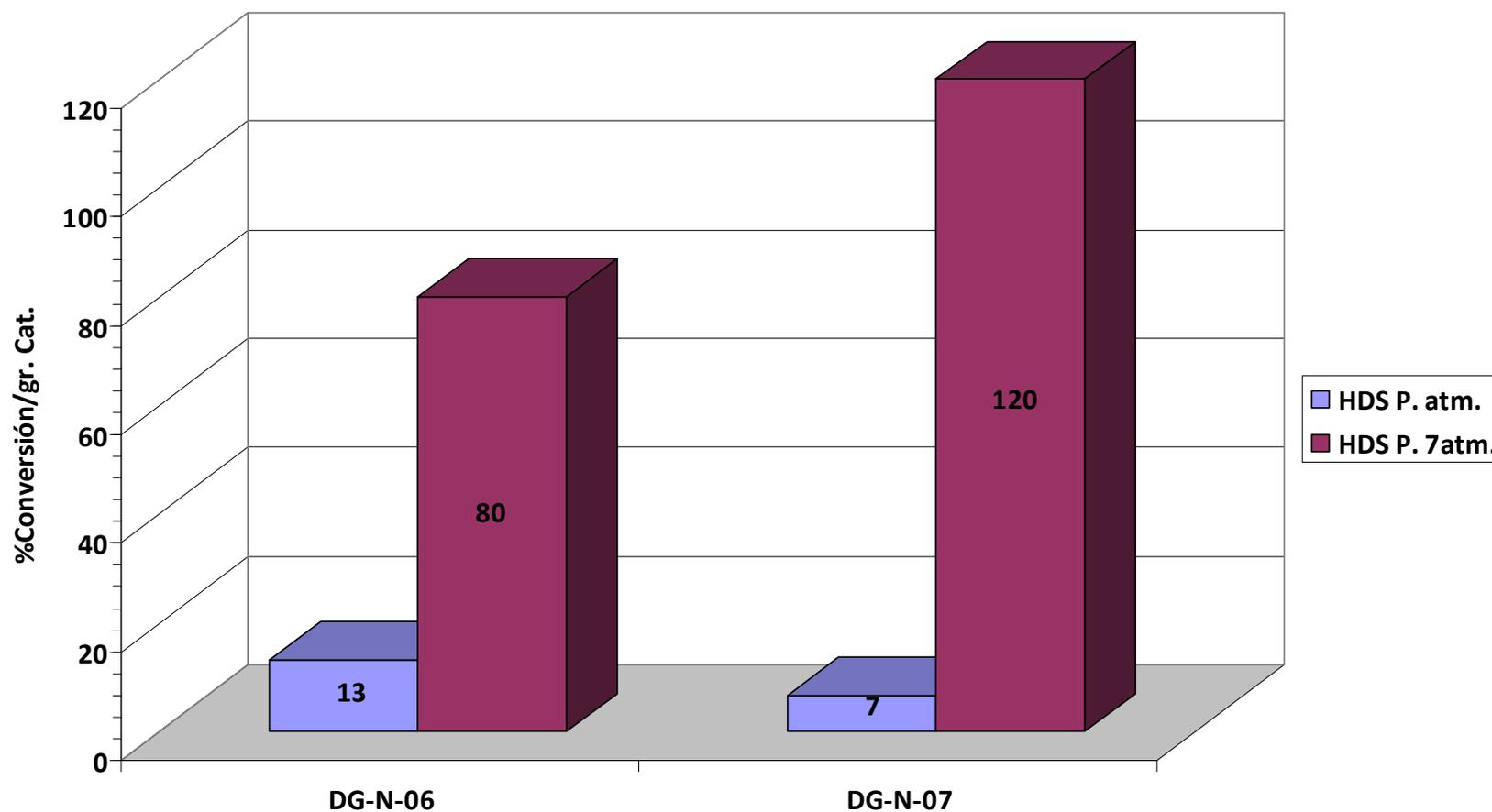
INFLUENCIA DE LA SULFURACIÓN EN LA ESTRUCTURA

SÓLIDO	ÁREA BET	SÓLIDO	ÁREA BET
DG-N-07	159	DG-N-07-S	151
DG-N-06	92	DG-N-06-S	89
DG-N-05	79	DG-N-05-S	-
DG-N-04	60	DG-N-04-S	120



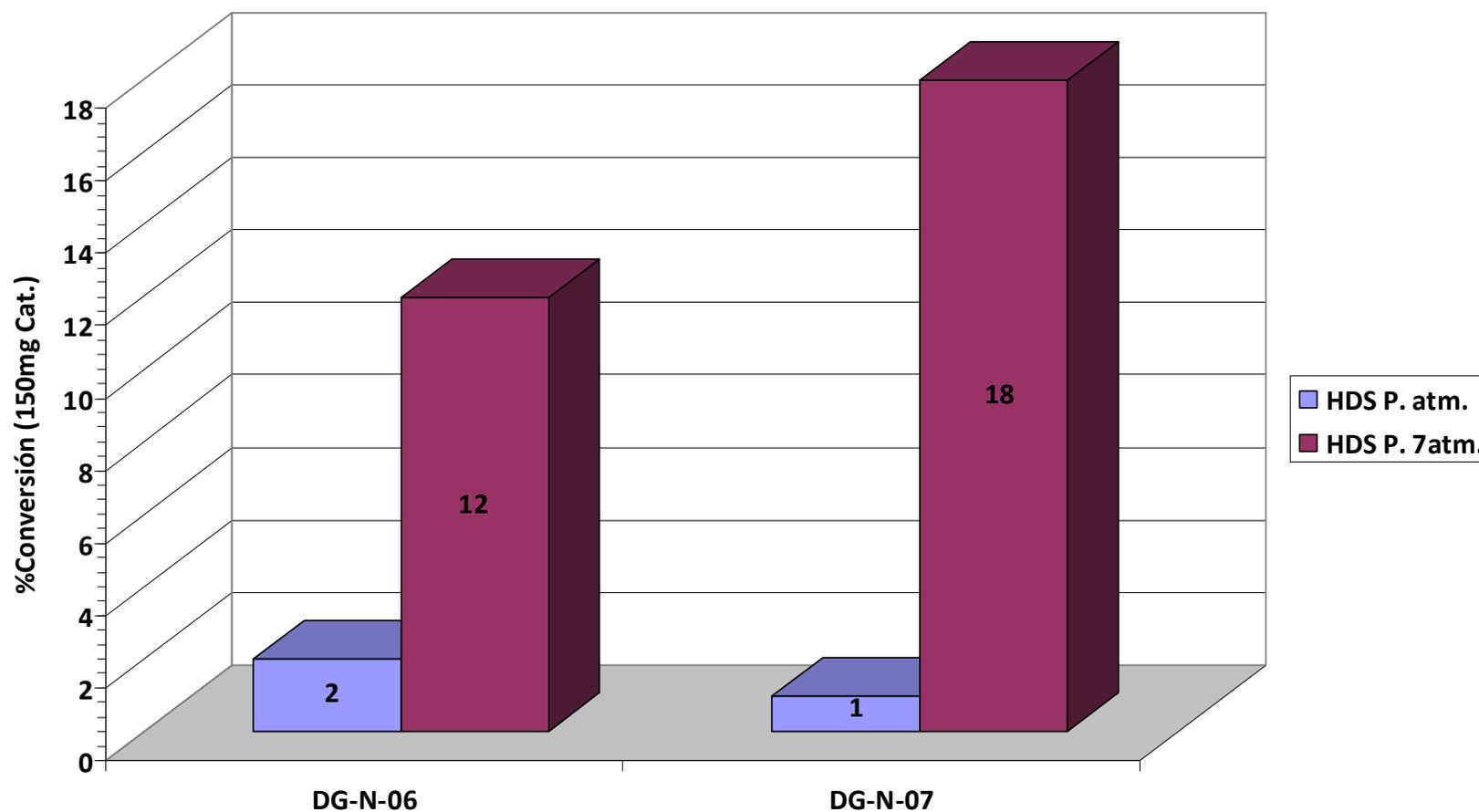
EVALUACIÓN EN HIDRODESULFURACIÓN

COMPORTAMIENTO A ALTA PRESIÓN



EVALUACIÓN EN HIDRODESULFURACIÓN

COMPORTAMIENTO A ALTA PRESIÓN



CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

CONCLUSIONES

1. Nitruros obtenidos a 800°C a partir de la sal.
2. Carburos obtenidos a 950°C a partir de nitruros (mayor cant. de carbono), ya que no se logró alta conversión partiendo de la sal a las condiciones de estudio.
3. Al sintetizar Carburos a partir de la sal se tiene:
 - 3.1. Nb_2O_5 a 700°C
 - 3.2. NbO_2 a 900°C.

CONCLUSIONES

4. Se tiene la siguiente secuencia de reacción para la formación de carburos:



5. A rampa de calentamiento rápidas, se obtienen sólidos pocos cristalinos y con áreas mayores.

6. Al tratar los nitruros con disulfuro de carbono, se aprecia poca formación de sulfuros, sin embargo se observa que la cristalinidad disminuye.

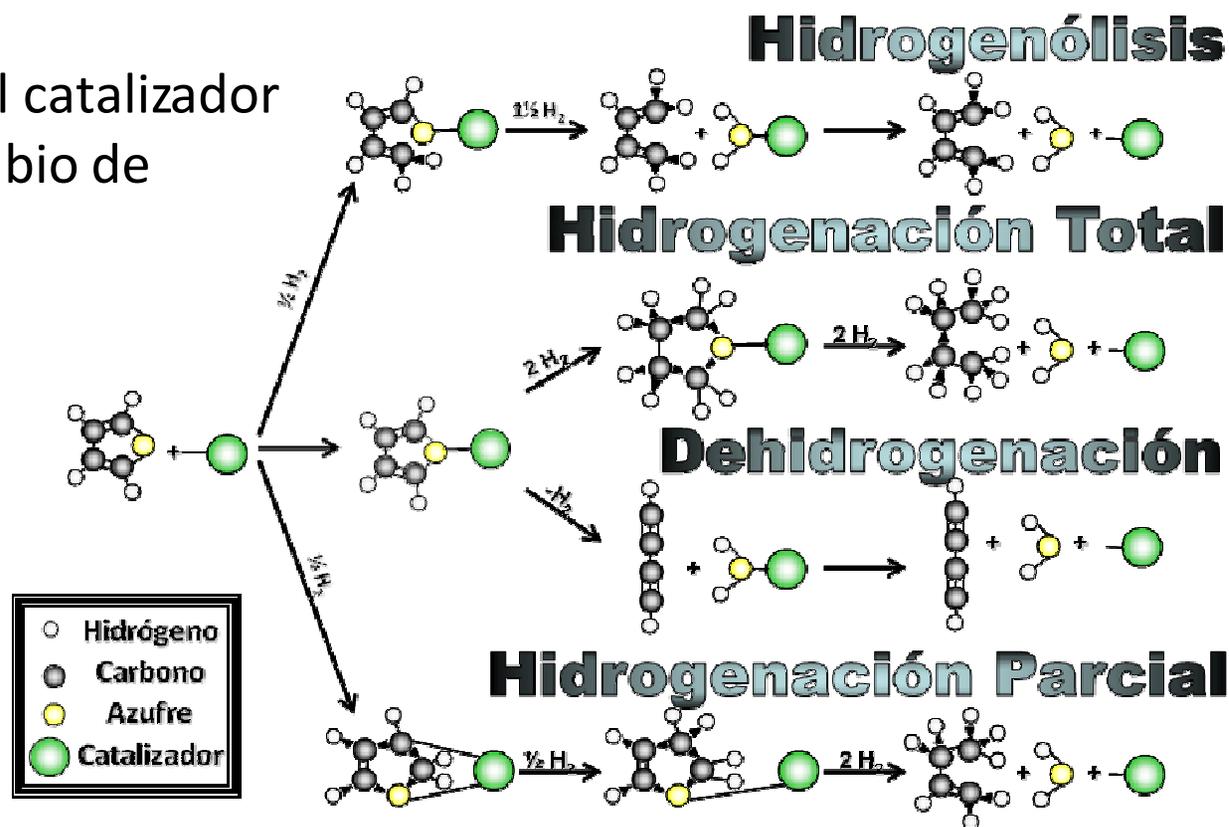
CONCLUSIONES

7. Los Nitruros arrojan conversiones máximas de 21% (DG-N-04), con desactivación en 1 ½ hora.
8. Los Carburos arrojan conversiones máximas de 6% (DG-C-11), con desactivación superiores a 2 horas.
9. Dan lugar a cuatro posibles productos: metano, buteno, butano y tetrahidrotiofeno).

CONCLUSIONES

10. Al evaluar a alta presión se tiene que la conversión aumenta significativamente, pudiendo deberse a factores, tales como:

a) Selectividad del catalizador frente a un cambio de presión.



RECOMENDACIONES

- 1.- Arreglar o sustituir los rotámetros por medidores de flujo másico para medir más eficientemente el caudal, sin necesitar un burbujómetro.
- 2.- Sintetizar a partir de una mayor cantidad de la sal de niobio ($4,0000 \pm 0,0001$ g), para así obtener una mayor cantidad del sólido final para facilitar su caracterización y evaluación.
- 3.- Acoplar a la salida de los diversos reactores un cromatógrafo de gases, con el fin de estudiar más a fondo la cinética de las reacciones, o por lo menos la composición de los gases de salida a cualquier instante de tiempo.

RECOMENDACIONES

4.- Mejorar la red de tuberías en el equipo de HDS colocando una serie de válvulas 3 vías que direccionen el flujo de hidrógeno hacia el burbujeador de disulfuro de carbono o al de tiofeno, sin necesidad de estar desconectando y reconectando mangueras en el momento de la corrida al pasar de la sulfuración a la reacción de HDS como tal.

5.- Al momento de sintetizar carburos a base de niobio, es recomendable hacerlo a rampas de calentamiento bajas, esto aumenta el tiempo de la reacción y por ende la formación del carburo a partir de los óxidos intermediarios; o sintetizarlos a partir del nitruro del metal.

RECOMENDACIONES

6.- Mandar a hacer un reactor de cuarzo más pequeño, tanto de diámetro, como de longitud; esto con el fin de mejorar la manipulación de la sal dentro del mismo, además de poder hacer más eficiente la manipulación del reactor al momento de ser lavado. Incluso, el hecho de ser de menor diámetro favorecería el contacto entre la sal y los gases, ya que con una misma cantidad de sal, se tendría un lecho más alto.