



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) **NO**

(11) **167856**

(13) **B**

(51) Int Cl⁵ C 01 G 55/00, C 22 B 11/00, C 01 B 21/26

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr 864036
(22) Inng. dag 10.10.86
(24) Løpedag 11.08.82
(41) Alm. tilgj. 14.02.83
(44) Utlegningsdag 09.09.91
(62) Avdelt fra 822734

(86) Int. inng. dag og søknadsnummer

(85) Videreføringsdag
(30) Prioritet 12.08.81, US, 292113
12.08.81, US, 292114
16.12.81, US, 331333

(71/73) Søker/Innehaver Engelhard Corporation, 70 Wood Avenue South, Iselin, NJ 08830, US
(72) Oppfinner(e) W. Robert Hatfield, Westfield, NJ, US
Bahjat S. Beshty, Princeton, NJ, US
Hyo C. Lee, Edison, NJ, US
Ronald M. Heck, Frenchtown, NJ, US
Thomas H. Hsiung, Piscataway, NJ, US
(74) Fullmektig Tandbergs Patentkontor AS, Oslo

(54) **Benevnelse Fremgangsmåte ved utvinning av platina i anlegg for produksjon av salpetersyre.**

(56) **Anførte publikasjoner** Britisk (GB) patent nr. 1082105, USA (US) patent nr. 2730189

(57) **Sammendrag**

Fremgangsmåte for utvinning av platina som er gått tapt fra en platinaholdig katalysatorduk i et salpetersyreanlegg, hvor katalysatorduken utskiftes periodevis i henhold til en katalysatorproduksykluslengde, Tp. Minst ett utvinningsdukark som består av en hovedsakelig andel av palladium anvendes anordnet tett nær katalysatorduken nedstrøms i forhold til katalysatorduken. Som utvinningsduk anvendes en utvinningsduk med en geometrisk utformning som er slik at det gjennomsnittlige utvinningsutbytte i løpet av katalysatorproduksykluslengden overskrider $1 - \text{eksp. } (-3,45/L^{0,7})$ hvori L er nitrogenbelastningen i anlegget.

Salpetersyre fremstilles kommersielt ved å lede ammoniakk og luft over en oxydasjonskatalysator som vanligvis er en trådduk vevet av platina-rhodiumlegeringstråder. Temperaturen for gassen som forlater trådduken, varierer typisk fra 810°C til 960°C , og er som oftest over 850°C . Etterhvert som ammoniakk blir oxydert tapes platina langsomt fra trådduken, antagelig i form av de mer flyktige oxyder. Rhodium går også tapt, men dette er ikke et så alvorlig problem. Tapet pr. tidsenhet er avhengig av typen av anlegget. For hvert tonn omvandlet ammoniakk vil et høytrykksanlegg typisk tape mer enn 1 g platina, mens anlegg med lavere trykk vil tape mindre. Selv om tapet av katalysator pr. tidsenhet er langsomt når det uttrykkes i vekt-enheter, er omkostningene som regel ganske høye. For en rekke prosesser er det blitt hevdet at omkostningene som skyldes det platina som går tapt under produksjonen, utgjør den nest største omkostning ved prosessen og at den bare overgås av omkostningene for ammoniakktilførselsmaterialet.

En lang rekke forsøk er blitt gjort på å utvinne en del av platinaet og rhodiumet. Filtere av forskjellige materialer er blitt anbragt nedstrøms i forhold til katalysatorduken for mekanisk å oppfange og holde på faste partikler av platina og rhodium. Det viste seg senere at forskjellige palladiumlegeringer var istand til å fjerne platinaholdig damp fra gasstrømmen. Mekanismen ved denne fjernelse har vært gjenstand for en viss kontrovers, men den teori er blitt fremsatt at i løpet av reaksjonen kan platinaoxyd i gassfasen omvandles til platina som enten vender tilbake til katalysatortrådduken eller føres bort av strømmen for eventuelt å inngå legering med palladium og katalysere dannelsen av flyktige palladiumforbindelser (se Holtzmann, *Chemie- Ingenieur-Technik*, 40, nr. 24:1229-37, 1968.) En lang rekke forskjellige legeringselementer er blitt valgt, hovedsakelig på grunn av deres evne til å forbedre palladiums mekaniske egenskaper. Typiske kommersielle palladiumlegeringer har inneholdt ca. 80 vekt% palladium og 20 vekt% gull. Utvinningslegeringene anvendes som regel i form av flere ark av vevet trådduk, men strikkede maskeduker eller

andre gjennomhullede elementer kan også anvendes. Utvinningsduken blir som oftest anbragt så nær katalysatorduken som mulig, og ofte innenfor noen få millimetre, som regel ikke over 10 mm. Da katalysatorduken i et salpetersyreanlegg blir regelmessig utskiftet i overensstemmelse med et program av fra alle 35 døgn til alle 270 døgn, avhengig av anleggets konstruksjon, blir av praktiske årsaker utvinningsduken som regel skiftet ut når katalysatorduken skiftes ut, selv om det er mulig å bytte denne mindre hurtig. Denne metode som for tiden er utstrakt anvendt, er mer detaljert beskrevet i US patentskrift 3434820, Platinum Metals Review, 13 [nr. 1]: s. 2-8 (jan., 1969), britisk patentskrift 1082105 og i Chemie-Ingenieur-Technik, 40, nr. 24: 1229-37 (1968). Som anvendt har det erholdte utvinningsutbytte for hvert ark av utvinningsduk som er blitt anvendt i overensstemmelse med denne metode, variert fra 10 til 60%, hovedsakelig avhengig av typen av anlegg som vanligvis karakteriseres uttrykt ved anleggets nitrogenbelastning.

Ved anvendelse av den foreliggende fremgangsmåte er det mulig å øke utvinningsutbyttet for hvert ark av utvinningsduk med flere prosent, og dette fører til en utvinning pr. år av mer enn 3000 ytterligere g platina i et anlegg med middels trykk, eller å oppnå tilsvarende utvinninger med færre ark med trådduk. Disse forbedringer kan utgjøre en meget vesentlig forskjell hva gjelder den økonomiske levedyktighet for et salpetersyreanlegg. Denne besparelse vil være mindre for anlegg med lave trykk, men for anlegg med høyere trykk vil besparelsen bli enda vesentligere. Disse besparelser er nu mulige på grunn av at det har vist seg at det er mulig å anslå utbyttet ved platinautvinning ved anvendelse av trådduker med høyt palladiuminnhold, basert på den modell at prosessen er masseoverføringsbegrenset, dvs. at fjernelsen av platina pr. tidsenhet fra strømmen av gass som kommer fra katalysatorduken, er bestemt eller begrenset av den hastighet med hvilken platinastoffene diffunderer gjennom gassen og til utvinningsdukens overflate, idet den hastighet med hvilken platina på trådoverflaten kan oppfanges eller holdes på plass i eller "legeres" med palladiumet i duken

er langt høyere enn den hastighet med hvilken platinastoffene kan diffundere til trådoverflaten fra gasstrømmen. På dette grunnlag er det mulig rasjonelt å konstruere og optimalisere utformningen av trådduken for å oppnå forbedret utbytte uten at et for sterkt trykkfall forårsakes.

Ved anvendelse av trådduker som er blitt laget for fremgangsmåten ifølge den foreliggende oppfinnelse, er det mulig å øke utbyttet fra hvert ark i tråddukpakken med flere prosent avhengig av anleggets nitrogenbelastning. Den foreliggende fremgangsmåte er spesielt ønskelig for anvendelse i anlegg med høyt trykk da ikke bare mer platina tapes pr. tonn omvandlet ammoniakk, men også antallet av tonn ammoniakk behandlet er langt høyere enn i anlegg med lavere trykk. Dessuten har kjente utvinningsutbytter ved anvendelse av en enkelt trådduk i anlegg med høyt trykk vært skuffende lave da det er meget vanskelig å utvinne platina i disse anlegg. Enhver forbedring vil derfor være av spesiell betydning for økonomien ved disse anlegg.

Utvinningsduker for utførelse av den foreliggende fremgangsmåte blir konstruert og fremstilt ved en fremgangsmåte som er særpregt ved at den omfatter de trekk at

- (1) strømningshastigheten, betingelsene og sammensetningen for den gassformige strøm som skal behandles med trådduken, måles, hvorefter
- (2) strømmens fysiske egenskaper bestemmes, enten ved måling eller ved beregning,
- (3) massehastigheten (G), den dynamiske viskositet (μ) og Schmidt-tallet (Sc) for prosesstrømmen i hvilken duken skal anvendes, bestemmes,
- (4) utvinningsutbyttet for et valgt tråddukark anslås, basert på den antagelse at platinautvinningen er i det vesentlige masseoverføringsbegrenset, og
- (5) en trådduk fremstilles og tilveiebringes som vil gi et gjennomsnittlig utvinningsutbytte for et enkelt ark innen katalysatorsyklusen innen oppfinnelsens område.

For eksempel kan utvinningsutbytter anslås for trådduker inntil en optimal utformning er blitt bestemt, som vil ha et gjennomsnittlig utvinningsutbytte som er høyere enn det som

er angitt i kolonne 2 i tabell I.

Oppfinnelsen angår en fremgangsmåte for utvinning av platina som er gått tapt fra en platinaholdig katalysatorduk i et salpetersyreanlegg, hvor katalysatorduken blir utskiftet periodevis, idet perioden er "katalysatorduksykluslengden", hvor minst ett utvinningsdukark som består av en legering som omfatter en hovedsakelig andel av palladium anbringes tilgrensende til katalysatorduken nedstrøms i forhold til katalysatorduken, og fremgangsmåten er særpreget ved at maskestørrelsen N (uttrykt som antall tråder pr. cm) og tråddiameteren d_t (i cm) for utvinningsduken velges slik at det gjennomsnittlige utvinningsutbytte i løpet av katalysatorduksykluslengden overskrider $1 - \exp(-3,22/L^{0,7})$, idet det gjennomsnittlige utvinningsutbytte η beregnes i overensstemmelse med formelen

$$\eta = 1 - \exp \left[- \frac{2C}{Sc^{2/3}} \cdot \frac{a d_t}{Re^m \xi^{1-m}} \right]$$

hvor ξ er dukens volumetriske hulromsfraksjon, Sc er Schmidts tall for diffusjonen av oxydert platina i avløpsstrømmen fra katalysatorduken, Re er Reynolds tall basert på tråddiameteren og gjennomsnittshastighet for prosessstrømmen like oppstrøms for utvinningsduken, dvs.

$$Re = \frac{G d_t}{\mu}$$

hvor G er massehastigheten ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$) for den gassformige strøm som tilføres til katalysatoren, og μ er den dynamiske viskositet ($\text{Pa} \cdot \text{s}$) for avløpsstrømmen fra katalysatorduken, C er den passende masseoverføringskorrelasjonskoeffisient for duken, a er dukens spesifikke bulkoverflateareal (cm^{-1}), m er den passende masseoverføringskorrelasjons-eksponent for duken, d_t er det geometriske middel for den opprinnelige og sluttelige diameter (cm) for trådene i duken, og L er vekten i tonn av nitrogen (i ammoniakk) som passerer over hver kvadratmeter av katalysatorduken pr.døgn.

Kortfattet beskrivelse av tegningene

Av tegningene viser Fig. 1 et diagram som viser det
5 forutsagte momentane utvinningsutbytte for forskjellige ut-
vinningsduker i et salpetersyreanlegg med en nitrogenbelast-
ning av 13,6 tonn (15 "short tons") nitrogen i ammoniakk pr.
 m^2 katalysatorduk pr. døgn og som arbeider ved en katalysator-
temperatur av 900°C og en ammoniakksentrasjon i det inn-
10 førte materiale av 10 m/o (molprosent).

Fig. 2 og 3 er diagrammer som er analoge med diagrammet
vist på Fig. 1, bortsett fra at de tilsvarende nitrogenbe-
lastninger er hhv. 51,7 og 90,7 (57 og 100 "short tons").

Fig. 4 viser kurver for utvinningsfunksjonen " ϕ ", som
15 funksjon av tråddiameteren for en rekke forskjellige maske-
tall for en linvevet duk.

Fig. 5 er et diagram som viser forventet platinatap som
funksjon av nitrogenbelastningen for et typisk salpetersyre-
anlegg.

20 Fig. 6 er en kurve som viser de gjennomsnittlige ut-
vinningsutbytter som kan erholdes ifølge den foreliggende
oppfinnelse, i løpet av katalysatorsyklusen som funksjon av nitrogen-
belastningen for et typisk anlegg.

Fig. 7 viser en sammenligning mellom forutsagte ut-
25 vinningsutbytter med en lang rekke eksperimentelt fastslåtte
punkter.

Fig. 8 er et isometrisk riss av en typisk linvevingsduk.

Fig. 9 er et tverrsnittsriss gjennom katalysator- og
utvinningsdukpakken i en salpetersyrereaktor.

30 Fig. 10 viser skjematisk salpetersyrereaktoren.

I en lang rekke tilfeller kan høye utbytter oppnås ved
å anvende en dukutformning hvor det opprinnelige produkt
av masken (uttrykt i tråder pr. lengdeenhet) og tråddiameteren
er høyere enn minst 0,2 for duker som inneholder en hoved-
35 sakelig andel av palladium og en mindre andel av nikkel. Det
opprinnelige produkt av masken og tråddiameteren vil fortrinnsvis ligge

- innen området fra 0,2 til 0,9. For legeringer som sveller mindre, som palladium-gull, bør det opprinnelige produkt av masken og tråddiameteren være minst 0,3, fortrinnsvis innen området 0,3-0,9, og mer foretrukket innen området 0,35-0,9.
- For duker av 95% Pd:5% Ni foretrekkes det at masken N ligger innen området $3,9-31,5 \text{ cm}^{-1}$, d_t ligger innen området $0,0076-0,2286 \text{ cm}$ og deres respektive verdier er slike at det opprinnelige produkt av N og d_t er større enn minst 0,2.

I praksis hva gjelder oppnåelse av formålet med den foreliggende oppfinnelse, kan under de betingelser som påtreffes i de fleste kommersielle anlegg, de opprinnelige momentane utvinningsutbytter (η), dvs. den prosentuelle mengde platina i strømmen som utvinnes ved hjelp av en enkelt duk med høyt palladiuminnhold, anslås ved anvendelse av den kvasi-empiriske formel

$$\eta = 1 - \exp \left[- \frac{2C}{Sc^{2/3}} \cdot \frac{ad_t}{Re^m \xi^{1-m}} \right] \quad (I)$$

hvor ξ er den volumetriske hulromsfraksjon for duken som er under 0,76, fortrinnsvis under 0,685, men større enn 0, "Sc" er Schmidt-tallet for diffusjonen av oxydert platina i avløpet fra katalysatorduken og som vanligvis ligger mellom 0,8 og 1,0, "Re" er Reynolds-tall basert på tråddiameteren og den gjennomsnittlige hastighet for prosessstrømmen like oppstrøms for utvinningsduken, dvs. $Re = \frac{G d_t}{\mu}$.

hvor "G" er massehastigheten for den gassformige tilførselsstrøm til katalysatoren, og " μ " er den dynamiske viskositet for avløpet fra katalysatorduken. Reynolds-tall vil typisk ligge mellom 10 og 200, som oftest mellom 20 og 50. "C" er den passende masseoverføringskorrelasjonskoeffisient for geometrien for forsøksduken som vanligvis ligger innen området fra 0,4 til 1, "a" er det spesifikke bulkoverflateareal for duken i resiproke cm, dvs. det samlede overflateareal for én kvadratcentimeter av duken dividert med dens overflatevolum. "a" har som regel en verdi innen området fra 53 til 640 resiproke tommer ($20,86 \text{ cm}^{-1}$ til $251,97 \text{ cm}^{-1}$), "m" er den passende masseoverføringskorrelasjonsekspONENT for utformingen av duken, som regel med en verdi av fra 0,6 til

0,8, og " d_t " er diameteren (cm) for trådene i duken. De fleste tråder som anvendes i duker i overensstemmelse med den foreliggende oppfinnelse, vil ha diametere som varierer mellom 0,0015 og 0,508 tommer (0,00381 cm og 0,00508 cm).

For en kvadratisk linvevingsduk, som de som hyppigst påtreffes i praksis, er de følgende approksimasjoner nyttige:

$$a = \pi [1 + N^2 d_t^2]^{\frac{1}{2}N}$$

hvor "N" er masken eller antallet tråder pr. cm

og

$$\xi = 1 - 1/4 \pi N d_t (1 + N^2 d_t^2)^{\frac{1}{2}}.$$

Metoder for å bestemme den passende masseoverføringskorrelasjonskoeffisient "C" og masseoverføringskorrelasjons-eksponent "m" er velkjente for fagmannen. En bemerkelsesverdige oppsummering av den litteratur som angår de vanlige utformninger, finnes i "Estimation of Platinum Catalyst Requirement for Ammonia Oxidation" av Robert og Gillespie i Advances i Chemistry Series, Number 133, Chemical Reaction Engineering II, 1974 s. 600-611. For mer uvanlige utformninger kan disse konstanter bestemmes eksperimentelt. For de vanlige stablede siktduker kan egnede korrelasjoner finnes i (1) Satterfield og Cortez, Ind. Eng. Chem. Fundamentals (1970) 9, 613, og Shah, Ph.D. Thesis, University of Birmingham, England (1970). For den foreliggende oppfinnelse vil ligningen (1) kunne anvendes med tilfredsstillende resultat med verdier for "C" av 0,94 og for "m" av 0,7 for siktene, reaktorene og strømningsbetingelsene beskrevet i denne patentsøknad dersom de nedenfor angitte verdier for Schmidt-tallet og viskositeten anvendes, selv om de diffunderende arter ikke nødvendigvis behøver å være platinaoxyd.

For å gjøre det lettere å konstruere utvinningsduken for et spesielt anlegg kan kurver for utbyttet i forhold til tråddiameteren og lignende de som er vist på Fig 1, 2 og 3, trekkes opp ved anvendelse av formel 1.

Av praktiske grunner varierer egenskapene for gasstrømmene bare med små mengder innen de temperaturområder som påtreffes i praksis, av fra 810°C til 960°C, slik at egenskaper ved 900°C kan anvendes med bare en liten feil.

- På lignende måte blir konsentrasjonen av påmatningen til katalysatoren normalt regulert til mellom 10,0 og 10,5 ^m/o (molprosent) ammoniakk og mellom 90,0 og 89,5 ^m/o luft, slik at sammensetningen for reaksjonsproduktene fra katalysatorduken holder seg konstant, slik at fysikalske egenskaper innen dette område kan anvendes. Innen disse områder er Schmidt-tallet 0,9-0,95 for diffusjon av platinaoxyddamper i luft, og den dynamiske viskositet for gassen er ca. 42×10^{-5} poise.
- 10 Utbyttet η blir derfor hovedsakelig bestemt av masken "N" og tråddiameteren " d_t " for en gitt nitrogenbelastning "L", hvor nitrogenbelastningen "L" er antallet av
- | | |
|------|-----------------|
| tonn | med nitrogen (i |
|------|-----------------|
- ammoniakk) som passerer gjennom hver kvadratmeter av katalysatorduken pr. døgn. Utbyttet kan således avsettes som en funksjon av tråddiameteren for en lang rekke forskjellige maskestørrelser. Dessuten kan tomromsfraksjonen vises parametrisk på det samme diagram, slik at utbyttet og tomromsfraksjonen kan bestemmes samtidig for hver gitt kombinasjon av
- 20 tråddiameter og maske. For en gitt tomromsfraksjon og et gitt antall av tråddukark kan trykkfallet gjennom duken anslås ved anvendelse av kjente korrelasjoner. For å oppnå et høyt utvinningsutbytte uten et for stort trykkfall over duken foretrekkes det at den volumetriske tomromsfraksjon
- 25 (ξ) ligger mellom 0,76 og 0,5. Volumetriske tomromsfraksjoner av fra 0,5 ned til 0,3 kan gi endog bedre utvinningsutbytter, men forsiktighet må utvises for på tilstrekkelig måte å understøtte utvinningsduken slik at den ikke blir beskadiget eller forskjøvet som følge av den kraft som
- 30 strømmen av gass utøver som passerer gjennom denne. For en lang rekke anvendelser vil volumetriske tomromsfraksjoner av mellom 0,685 og 0,5 gi en utmerket kombinasjon av spesielt høyt utvinningsutbytte med aksepterbart trykkfall. Tomromsfraksjoner av ca. 0,3 og derunder kan anvendes for
- 35 å oppnå ekstremt høye utvinningsutbytter, men for flere eksisterende anlegg vil dette kreve en forandring av dukunderstøttelsesanordningene slik at duken vil være istand til å motstå og på egnet måte fordele den resulterende kraft

fra strømmen mot duken. I enkelte tilfeller kan kraftomkostningen som skyldes trykkfallet, også være av en viss betydning. I praksis vil det imidlertid normalt være tilstrekkelig å begrense avveiningen til å gjelde volumetriske tomromsfraksjoner over ca. 0,3, fortrinnsvis innen området fra 0,5 til 0,76. Det mest foretrukne tomromsfraksjonsområde er fra 0,5 til 0,685.

Fremstillingen av duker kan lett utføres ved å avsette i det minste en del av diagrammet for det

passende utbytte i forhold til tråddiameteren for slike betingelser som temperatur, trykk og nitrogenbelastning for det anlegg som dukene skal anvendes for. Derefter kan katalysatorsykluslengdelinjen avsettes på dette diagram ved anvendelse av den følgende metode, slik at dersom en maske- og tråddiameterkombinasjon nær katalysatorsykluslengdelinjen velges, vil det gjennomsnittlige utvinningsutbytte for duken over katalysatorsyklusen ($\bar{\eta}$) ligge innen området ifølge den foreliggende oppfinnelse.

Katalysatorsykluslengdelinjen avsettes ved å bestemme hvilke duker vil gi utbytter (η) innen området ifølge oppfinnelsen ved først å vurdere Fig. 6 for derefter å trekke en horisontal linje som overensstemmer med det minimumsutbytte som er blitt bestemt fra Fig. 6, på tvers av det passende diagram for utbytte i forhold til tråddiameter, som vist på Fig. 1-3. Derefter bestemmes de passende utvinningsduksykluslengder "T" for en lang rekke forskjellige maskestørrelser og tråddiameterer over denne horisontale linje ved å anvende formelen

$$T = \frac{W}{1,25\eta bL}$$

hvor "W" er vekten av hver kvadratmeter av utvinningsduket ark og "b" mengden av platina tapt pr. 0,907 tonn behandlet ammoniakk. I overensstemmelse med modellen for den foreliggende oppfinnelse er platinautvinningshastigheten tilnærmet konstant, i det minste inntil utvinningsduksykluslengden er blitt nådd, men derefter avtar den hurtig.

"W" er i alminnelighet $\pi P_w \phi$.

P_w er utvinningsduksens densitet.

"Ø" for en enkelt linvevingsduk kan bestemmes fra Fig.4. For duker med en veving som er forskjellig fra linveving, kan vekten beregnes på lignende måte ut fra første prinsip-
 5 per eller om nødvendig bestemmes empirisk. Dersom ingen bedre data er tilgjengelige ut fra anleggets historikk eller historikken for et lignende anlegg, kan "b" anslås fra Fig.5 som viser tap av platina pr. 907 kg behandlet nitrogen som funksjon av nitrogenbelastning på katalysator-
 10 duken. Endelig trekkes katalysatorsykluslengdelinjen som forbinder de punkter hvor utvinningsduksykluslengden "T" sammenfaller med den planlagte katalysatorsykluslengde for anlegget, "Tp". En duk som gir et aksepterbart utbytte og trykkfall nær denne linje, blir derefter valgt. For å
 15 nedsette renteomkostningene så langt som mulig bør fortrinnsvis en duk med den minste vekt som både vil gi et utbytte innen området ifølge oppfinnelsen og være tilpasset den planlagte katalysatorsykluslengde for anlegget, velges. Det foretrekkes at de anvendte dukark har en vekt av under 6,86 g/dm² eller mer foretrukket under 6,36 g/dm².
 20 Forutsatt at utvinningsduksykluslengden for foranstående duker ikke er blitt overskredet bestemmes utvinningsduksykluslengden for den n'te duk ved anvendelse av ligningen

$$25 \quad T_n = \frac{W_n}{1,25 \eta_n \text{ bL } \left[\prod_{i=1}^{n-1} (1 - \eta_i) \right]}$$

hvor " η_i " er utvinningsutbyttet for det i'te utvinningsduk-
 ark og W_n er vekten for den n'te duk. Av praktiske grunner kan duker tilsettes inntil omkostningene for tapt palladium,
 30 rentene for omkostningene for duken, omkostningene for fremstillingen og omkostningene for installeringen i løpet av arbeids- og utvinningssyklusen ikke lenger er berettiget av den utvundne platinavekt. Normalt vil fra 0,3 til 0,5 g palladium tapes fra utvinningsduken for hvert gram utvunnet
 35 platina. I en rekke tilfeller vil det være fordelaktig å anvende duker som er forholdsvis grovmaskede og tråder med stor diameter i de innledende lag av utvinningsduken, og å anvende en mer finmasket duk, tynnere tråder eller begge i de påfølgende duker, selv om utbyttet ved de innledende

duker ikke skulle være så høyt som det som ville kunne oppnås. Ved å foreta et korrekt valg av maskestørrelsen og tråddiameteren for hver duk er det mulig å oppnå utvinningsduksykluslengder som ligger nær den planlagte katalysator-
 5 sykluslengde for hver duk i pakken. Dette resultat kan oppnås fordi utbyttet ved dukene som befinner seg nedstrøms, kan gjøres høyere enn utbyttet ved de duker som befinner seg oppstrøms.

Dersom det skulle være ønsket å lage utvinningspakker
 10 slik at tilnærmet like utvinningsduksykluslengder oppnås for hvert ark i pakken, bør det første ark i pakken lages som beskrevet ovenfor, slik at det vil ha et gjennomsnittlig utvinningsutbytte i løpet av katalysatorsyklusen innen området ifølge oppfinnelsen, dvs. større enn
 15 1 - eksp. ($-3,22/L^{0,7}$). Utvinningsduksykluslengden for dette første dukark vil fortrinnsvis ligge innen området fra 9/10 til 11/10 av den planlagte katalysatorduksykluslengde for anlegget. Den geometriske utformning for hvert påfølgende dukark kan derefter velges slik at det følgende forhold til-
 20 nærmet blir tilfredsstilt for hvert dukark:

$$25 \quad a_n \left(\frac{d_n}{\bar{\eta}_n} \right)^{1-m} = \frac{Sc}{2C}^{2/3} \left(\frac{G}{\mu} \right)^m \ln \left\{ \frac{1 + \frac{\bar{\eta}_i}{\phi_1} \left[\phi_n - \sum_{i=1}^n \phi_i \right]}{1 - \frac{\bar{\eta}_1}{\phi_1} \sum_{i=1}^n \phi_i} \right\}$$

30 hvor a_n , d_n og ξ_n er hhv. det spesifikke masseoverflateareal, tråddiameteren og tomromsfraksjonen for det n'te ark i duken, $\bar{\eta}_1$ er det gjennomsnittlige utvinningsutbytte for den første duk, $\bar{\eta}_i$ og ϕ_i er hhv. utvinningsutbyttene og utvinningsfunksjonene for det i'te dukark, Sc , G , C , m og μ er som
 35 definert ovenfor, og n er antallet av dukark som anvendes i pakken. For eksempel bør for det annet dukark i pakken forholdet være tilnærmet tilfredsstilt med $n = 2$ og for det tredje dukark med $n = 3$ osv. Sterkt forbedrede resultater kan oppnås ved å sikre at minst én duk (fortrinnsvis minst

to, i pakken har et gjennomsnittlig utvinningsutbytte som er høyere enn 1 - eksp. $(-3,22/L^{0,7})$, og at minst ett, men fortrinnsvis minst to, dukark har en utvinningsduksykluslengde av fra 9/10 til 11/10 av den planlagte katalysator-
5 duksykluslengde.

Under anvendelse av den foreliggende fremgangsmåte for et gitt anlegg er det mulig å oppnå gjennomsnittlige utvinningsutbytter for enkeltark i løpet av katalysator-
syklusen ($\bar{n}$) som er større enn de verdier som er angitt
10 i kolonne 2 i tabell I. Ved anvendelse av foretrukne utformninger er det mulig å oppnå gjennomsnittlige utbytter som er høyere enn de som er angitt i kolonne 3. Fig. 6 er en kurve som viser de gjennomsnittlige utvinningsutbytter som kan oppnås i løpet av katalysatorsykluslengden ved an-
15 vendelse av dukene ifølge den foreliggende oppfinnelse, som en funksjon av nitrogenbelastningen, sammenlignet med utbytter som er blitt rapportert i teknikkens stand.

I praksis inneholder utvinningsduken en hovedsakelig andel av palladium eller gull og mindre til-
20 setninger av andre legeringselementer som forbedrer de mekaniske egenskaper. Med hovedsakelig andel av palladium er ment at utvinningsduken inneholder minst 70 vekt% palladium. Utvinningdukene vil fortrinnsvis inneholde minst 80 vekt% palladium, og ennå mer foretrukket minst 90 vekt%.
25 De mest foretrukne utvinningsduker inneholder minst 95 vekt% palladium. Kanskje den mest utstrakt anvendte legering har vært en legering som inneholder 80 vekt% palladium og 20 vekt% gull. Selv om denne legering har funnet utstrakt anvendelse, er alternativer blitt forsøkt da med anvendelse av
30 gull sterkt øker prisen for duken. Andre legeringselementer for palladium omfatter andre platinagruppermetaller, nikkel, mangan, krom, carbon eller bor etc. Spesielt anvendbare palladiumlegeringer inneholder palladium/gull, palladium/platina, palladium/nikkel, palladium/kobber, palladium/
35 ruthenium eller palladium/sølv. Som et alternativ er duker som inneholder en hovedsakelig andel av gull og en mindre andel av et platinagruppermetall blitt foreslått da det er blitt rapportert at gull ikke forflyktiges i samme grad som

palladium. Disse gullrike legeringers evne til å fjerne platina synes å være noe mindre enn de palladiumrike legeringers evne. På samme måte som for de palladiumrike legeringer kan de mekaniske egenskaper for de gullrike legeringer forbedres ved å tilsette metaller som har sterkere affinitet overfor platina enn overfor oxygen, som tantal eller niob etc. Andre egnede legeringselementer omfatter titan, zirkonium, krom, nikkel eller mangan etc.

10

Tabell I

	Anleggsbelastning med nitrogen ut- trykt ved tonn* nitrogen, som ammoniakk, pr m ² pr. døgn	Utbytte ved duker ifølge oppfinn- elsen	Utbytte ved foretrukne duker
15	10-15 (9,07-13,61)	49	52
	15-20 (13,61-18,14)	41	44
	20-25 (18,14-22,68)	35	37
	25-30 (22,68-27,22)	31	33
20	30-35 (27,22-31,75)	28	30
	35-40 (31,75-36,29)	25	27
	40-45 (36,29-40,82)	23	24
	45-55 (40,82-49,89)	21	22
	55-65 (49,89-58,97)	19	20
25	65-75 (58,97-68,04)	17	18
	75-85 (68,04-77,11)	16	16
	85-100 (77,11-90,72)	15	15
	100 + (90,72+)	13	14

* "short ton", metriske tonn i parentes

30

De foretrukne legeringer for anvendelse ifølge oppfinnelsen, er palladium/gull- og palladium/nikkel-legeringer, spesielt legeringer som inneholder minst 80 vekt% palladium. En legering med 95 vekt% palladium og 5 vekt% nikkel er en spesielt fordelaktig legering for anvendelse ifølge oppfinnelsen da den er forholdsvis rimelig og lett lar seg fremstille, og når den utsettes for det varme platinaholdige avløp, vil trådene svulle og kan få en dobbelt så stor diameter før de må fjernes. I enkelte tilfeller kan diameteren

35

- for trådene i duken mer enn fordobles og nå tilnærmet 2,5 ganger deres opprinnelige diameter. Denne svelling kan, dersom tilstrekkelig hensyn tas til denne, være spesielt fordelaktig da utbyttet ved anvendelse av duken øker etterhvert som
- 5 trådene sveller. For eksempel vil i et anlegg med en nitrogenbelastning av 51,7 tonn/m² pr. døgn en duk med 36 mesh x 0,1727 mm tråddiameter med et opprinnelig utbytte av ca. 11% kunne gi et utbytte av ca. 14% etter at trådene har svellet til 0,3048 mm, og over ca. 18% dersom trådene når 2,5 ganger deres opprinnelige diameter. En duk som ga et momentant ut-
- 10 bytte som til å begynne lå utenfor området ifølge den foreliggende oppfinnelse, kan således svelle slik at det fås et gjennomsnittlig utbytte innen området ifølge den foreliggende oppfinnelse og derved slik at det fås et langt høyere ut-
- 15 bytte enn hva som kunne ha vært forutsagt på grunnlag av dukens opprinnelige utformning.

Når således nikkel/palladiumduker anvendes, kan en duk velges slik at dens utvinningsutbytte basert på den opprinnelige utformning er under 1 - eksp. $(-3,22/L^{0,7})$, men slik

20 at når de har svellet, vil disse duker gi et gjennomsnittlig utvinningsutbytte i løpet av katalysatorsyklusen som er høyere enn det utbytte som er angitt i tabell IA.

Tabell IA

	<u>Utbytte</u>	<u>Belastning ("short ton")</u>
25	48	10-15
	40	15-20
	34	20-25
	30	25-30
	27	30-35
30	24	35-40
	22	40-45
	20	45-55
	18	55-65
	16	65-75
35	15	75-85
	14	85-100
	12	100+

For 95% Pd:5% Ni er det best korrelasjon mellom de gjennomsnittlige utvinningsutbytter i løpet av katalysator-

- syklusen ($\bar{n}$) når utvinningen forutsies basert på det geometriske middel av de opprinnelige og de svelledede diametre, men en tilstrekkelig korrelasjon for 80% Pd:20% Au-dukene kan fås dersom utvinningen forutsies basert på den opp-
- 6 rinnelige diameter, da virkningen av svellingen synes å være noe mindre fremherskende. Dersom det er ønskelig å ta hensyn til virkningen av svellingen for en duk av palladiumgullegering, kan det geometriske middel for tråddiameteren anslås ved å multiplisere den opprinnelige diameter med 1,1.
- 10 For 95% Pd:5% Ni kan den geometriske middeldiameter ofte anslås på tilfredsstillende måte ved å multiplisere den opprinnelige diameter med en faktor innen området fra 1,4 til 1,6, avhengig av plasseringen av duken i utvinningspakken, idet den øvre ende av området anvendes for det første
- 15 eller det annet lag i pakken og den lavere ende for det femte og sjette lag, se arbeidseksempel 11 for flere detaljer. Ligningen 1 kan således også anvendes for å anslå gjennomsnittsutbyttene dersom det geometriske middel for tråddiameterne anvendes og utvinningsduksykluslengden ikke overs-
- 20 skrides.

Spesielle utførelsesformer av oppfinnelsen

- Som vist på Fig. 8 kan utvinningsdukene ifølge oppfinnelsen anvendes i form av sikter 10 med tråder 20 og
- 25 åpninger 30. Som forklart bestemmer kombinasjonen av diameteren for trådene 20 og masketallet eller antallet av tråder pr. lineær cm masseoverføringsparameterne (MTP) for sikten i overensstemmelse med ligningen

$$30 \quad MTP = \frac{a d_t}{Re^m \xi^{1-m}}$$

Derefter kan tallet for masseoverføringsenheter (MTU) som er representert av en enkelt duk, bestemmes ut fra forholdet

$$35 \quad MTU = \frac{2C}{Sc^{2/3}} MTP .$$

Som vist på Fig. 9 anbringes før et typisk forsøk en dukmontasje 20 i et reaksjonskammer 40 (Fig. 10) i en for-

brenningsbeholder 42. Denne montasje 20 omfatter en utvinningdukpakke 21 og en katalysatorpakke 25 som er anbragt nær ved hverandre. Katalysatorpakken 25 inneholder adskilte ark 24 av katalysator i form av nett eller sikter stablet ovenpå hverandre. På Fig. 9 er katalysatorpakken vist med syv katalysatorark, men det vil forstås at det nøyaktige antall av ark ikke er av avgjørende betydning og at arkenes antall kan økes eller minskes etter behov for å oppnå en i det vesentlige fullstendig omvandling av ammoniakk til nitrogenoxyder. En slik katalysator består av 90% platina/5% rhodium/5% palladium, men andre platinaholdige katalysatorer kan også anvendes med gode resultater. Utvinningsdukpakken 21 inneholder to ark med utvinningsduk 22 som er flatanbragt mellom separatorsikter 23. Utvinningsdukkene må ha en tilstrekkelig mekanisk styrke til at de vil kunne motstå den kraft som utøves av prosessstrømmen ved høye reaksjonstemperaturer, samtidig som de skal være istand til å motstå de korroderende virkninger av de gjenværende ammoniakk, oxygen- og nitrogenoxydprodukter som dannes under prosessen.

Konstruksjonseksempel 1

En utvinningsduk skal lages for et salpetersyreanlegg som drives ved 900°C , med 10% NH_3 og en belastning av 15 U.S.tonn (13,6 metriske tonn) nitrogen i ammoniakk pr. m^2 pr. døgn. Anlegget drives med en syklusvarighet av 130 døgn ved et trykk av $7,0 \text{ kg/cm}^2$ overtrykk. Til å begynne med lages et diagram (Fig. 1) for utbyttet med en enkelt ark av utvinningsduk som funksjon av maskestørrelsen og tråddiameteren. Fig. 6 blir derefter benyttet, og det fastslås at et utbytte av over 40% skulle være oppnåelig. Det fremgår av Fig. 1 at en 50 mesh duk med tråder med en diameter av $0,2413 \text{ mm}$ vil gi et egnet momentant utbytte (η). For å kompensere for svelling lages derfor en 50 mesh duk med tråder med en diameter av $0,1524 \text{ mm}$ fra 95% Pd:5% Ni. Ved anvendelse i reaktoren vil duken svelle med en faktor på ca. 2,5 til en tråddiameter av ca. $0,381 \text{ mm}$ og gi et utbytte (basert på det geometriske gjennomsnitt for tråddiameteren av $0,2413 \text{ mm}$) av over 40%. Det kan anslås

fra Fig. 5 at et slikt anlegg kan forventes å tape 0,8-
0,9 g platina for hvert tonn omvandlet nitrogen. Ca. 12,75 g
platina pr. døgn frembys således for hver kvadratmeter av duk
som veier ca. 916 g/m^2 . Ved bruk kan det første dukark for-
6 ventes å fjerne over 40% av dette platina under erholdelse
av en utvinning av ca. 5,1 g Pt pr. døgn pr. m^2 av duken
eller ca. 665 g/m^2 i løpet av katalysatorsyklusen. Syklus-
lengden for utvinningsduken sammenfaller nøye med den plan-
lagte sykluslengde for anlegget, slik at denne duk kan an-
10 vendes uten en tyngre, men mindre effektiv, duk oppstrøms i
forhold til denne. Ca. 0,3-0,4 g palladium kan forventes
å gå tapt for hvert gram utvunnet Pt. Tre sikter anvendes
for å oppnå et gjennomsnittlig utvinningsutbytte av 78%.
En tiltagende finere og lettere sikt kan om ønsket anvendes
15 nedstrøms for å utvinne en del av det gjenværende platina.

Konstruksjonseksempel 2

En duk skal lages for et anlegg lignende det som er be-
skrevet i konstruksjonseksempel 1, bortsett fra at belast-
20 ningen er $51,7 \text{ tonn/m}^2$ pr. døgn og at sykluslengden er 60 døgn.
Ifølge Fig. 5 kan et anlegg av denne type forventes å tape
mellom 1,4 og 1,6 g Pt pr. tonn omvandlet ammoniakk. På
Fig. 6 er vist at et utbytte av over 17% kan oppnås. Det
fremgår av Fig. 2 at dette kan oppnås med en 60 mesh sikt med
25 en tråddiameter av 0,1524 mm. En 80% Pd:20% Au sikt med
disse dimensjoner velges. Ved bruk frembys ca. 85 g Pt for
hver kvadratmeter av sikten, og ca. 14,5 g oppsamles hvert
døgn. Seks sikter anvendes for erholdelse av et samlet
gjennomsnittlig utvinningsutbytte av 67%.

Konstruksjonseksempel 3

En duk skal lages for et anlegg med en belastning av
90,7 tonn nitrogen i ammoniakk pr. kvadratmeter pr. døgn og
med en sykluslengde av 60 døgn. Ifølge Fig. 5 kan et anlegg
35 av denne størrelse forventes å tape mellom 1,7 og 1,9 g
platina pr. tonn omvandlet nitrogen, mens et utbytte av
over 12% kan oppnås. Dersom imidlertid en 80% Pd:20% Au
duk med maskenummeret 80 og en tråddiameter av 0,127 mm

anvendes, selv om et utbytte av over 5% fås, vil sykluslengden for utvinningsduken bli kortere enn sykluslengden for katalysatorduken. Derfor bør grovere, tyngre duker innføres oppstrøms i forhold til de finere, lettere utvinningsduker etter katalysatorduken. Da en duk av 80 mesh x 0,127 mm tråddiameter av 80% Pd:20% Au har en sykluslengde for utvinningsduken av 60 døgn for en platinautvinning av 948 g/m², må det antall gram Pt som frembys for hver kvadratmeter av den første duk, minskes fra ca. 180 g til ca. 105 g. Derfor bør 4 grove duker av 50 mesh x 0,2159 mm tråddiameter etterfølges av 4 finmaskede duker av 68 mesh x 0,1524 mm tråddiameter for å oppnå en samlet utvinning av 67%.

15 Konstruksjonseksempel 4

Et utvinningsduksystem skal lages for et salpetersyreanlegg som arbeider ved et trykk av 4,5 atmosfærer og en nitrogenbelastning av 12,0 tonn nitrogen i ammoniakk pr. kvadratmeter pr. døgn i en sykluslengde for katalysatorduken av 150 døgn. Tapshastigheten fra katalysatoren vites å være 0,144 g Pt og Rh pr. tonn nitrogen. Produksjonskapasiteten for anlegget er 330 tonn HNO₃ pr. døgn, og reaktorens effektive areal er 5,8 m².

25 Dersom to standard 80 mesh x 0,0787 mm tråddiameterutvinningsduker av 80% Pd:20% Au anvendes, vil den forutsagte sykluslengde for utvinningsduken bare være ca. 130 døgn og føre til et gjennomsnittlig utvinningsutbytte i løpet av sykluslengden av anlegget av ca. 46% pr. duk eller et samlet utbytte av 71% for begge duker.

30 Ved å følge metoden i henhold til konstruksjonseksempel 1 fremgår det at dersom to 50 mesh x 0,1626 mm tråddiameterutvinningsduker av 95% Pd:5% Na anvendes istedenfor standarddukene, vil den forutsagte sykluslengde for den første utvinningsduk være noe lenger enn 150 døgn for et gjennomsnittlig utvinningsutbytte i løpet av sykluslengden av 72% pr. duk og samlet gi 92%.

Hver kvadratmeter av de forbedrede duker som anvendes ifølge oppfinnelsen, er således istand til å utvinne over

370 ytterligere gram platina i løpet av hver sykluslengde.

I de nedenstående arbeidseksempler ble en gassformig strøm av luft som inneholdt 10 volum% NH_3 , innført i reaktoren i en mengde av 19,26 standard m^3 pr. time.

- 5 Før forsøket påbegynnes, foroppvarmes tilførsels-
gassen til en temperatur innen området $290\text{--}310^\circ\text{C}$. Under
forsøket ble utløpstemperaturen fra duken holdt forholds-
vis konstant ved 930°C . I de nedenstående arbeidseksempler
1-6 ble forsøket utført i løpet av en periode på ca. 146
10 timer, og i arbeidseksempelene 7 og 8 ble forsøkene utført
i en tid av hhv. ca. 292 og 483 timer. Det vil imidlertid
forstås at i praksis kan reaksjonstiden varieres innen et
vidt område. I arbeidseksempelene 9, 10, 11 og 12 ble for-
søkene utført i arbeidende salpetersyreanlegg.
- 15 Oppfinnelsen vil nu bli nærmere beskrevet under
henvisning til eksemplene som nærmere bestemt beskriver
dukene som anvendes ifølge oppfinnelsen, og anvendelsen av
disse for utvinningsprosesser. I eksemplene er alle andeler
for metallene, omfattende oxydasjonskatalysatoren og ut-
20 vinningsdukene, uttrykt i vekt% dersom intet annet er angitt.

Sammenlignende arbeidseksempel 1

- 25 En utvinningsdukpakke bestående av to 80% Pd:19,4% Au:
0,6% Ru dukark av 80 mesh x 0,0991 mm tråddiameter ble an-
bragt mellom tre separatorsikter, som vist på Fig. 9, og
denne montasje ble anbragt i et reaksjonskammer under 10
ark med 90 Pt/5 Rh/5Pd oxydasjonskatalysator med en vekt av
30 4,6769 g. Utvinningsdukene hadde et masketall (N) av $31,5\text{ cm}^{-1}$ og
en tråddiameter (d_t) av 0,0787 mm. Overflatearealet for
hver utvinningssikt (bulkoverflateareal av trådene pr.
volumenhet av sikten) var $10,4\text{ mm}^{-1}$ (263 tomme^{-1}).

- 35 Tilførselsgass som besto av ammoniakk og luft, ble
tvunget gjennom oxydasjonskatalysatoren og utvinningsduk-
pakken i form av en blandet gasstrøm under et trykk av
7,0 kg/cm^2 overtrykk ved en belastning av 51,7 tonn nitrogen
pr. kvadratmeter pr. døgn. Utbyttet av nitrogenoxyder

(NO_x) var ca. 95%.

Det gjennomsnittlige utvinningsutbytte (η^*) for pakken av Pd/Au-utvinningsduk ble bestemt ut fra forsøksdata ved å måle Pt-gevinsten for hver utvinningsduk og Pt-tapet for ammoniakkoxydasjonskatalysatoren (dvs. oxydasjonsduk-pakken), som følger:

$$\eta^* = \frac{\text{Pt-gevinst pr. utvinningsduk}}{\text{Pt-tap for oxydasjons-dukpakke} - \text{samlet Pt-gevinst for forutgående duker}}$$

Efter forsøket veide katalysatoren 4,3951 g, og påfølgende forsøksdata viste et Pt-tap av 0,4203 g for oxydasjonskatalysatoren. Til sammenligning veide det første lag av utvinningsdukpakken 0,5965 g med en Pt-gevinst av 0,0853g. Basert på disse data viste det gjennomsnittlige Pt-opptaksutbytte (η') for den første utvinningsduk seg å være 20,3%. Ved beregning av opptaksutbyttet av Pt for den annen utvinningsduk må vekten av Pt-gevinsten for den første utvinningsduk tas i betraktning. Det annet lag av utvinningsdukpakken veide 0,5747 g med en Pt-gevinst av 0,0592 g, og Pt-opptaksutbyttet for den annen utvinningsduk viste seg å være 17,67%. Det gjennomsnittlige Pt-utvinningsutbytte viste seg å være 19,00%.

Lignende sammenlignende undersøkelser med lignende utvinningsduksikter med varierende masketall (N) og tråddiameter (d_t) ble utført ved anvendelse av den metode som er beskrevet i eksempel 1, for ytterligere å bekrefte anvendbarheten av den foreliggende modell. For hver undersøkelse ble de anvendte duksikter og katalysatorer veid før anvendelsen og straks etter denne. Dukforsøk ble utført med enkeltdukark for å erholde det gjennomsnittlige Pt-utvinningsutbytte ($\bar{\eta}$). I tabell II er geometrien for utvinningsdukene som ble anvendt i arbeidseksemplene 1-6 oppsummert. Basert på disse geometriske utformninger og strømningsbetingelsene ble den dimensjonsløse masseoverføringsenhet for en enkelt sikt beregnet ut fra

$$MTU = \frac{2C}{Sc^{2/3}} \cdot \frac{ad_t}{Re^m \xi^{1-m}}$$

Det forutsagte gjennomsnittlige utvinningsutbytte ($\bar{\eta}$) for et enkelt ark kunne derefter anslås ved anvendelse av ligningen $\bar{\eta} = 1 - \exp(-MTU)$. For alle forsøk lå omvandlingen av nitrogenoxyder innen området 95-98,9%.

5 Pt-tapet for katalysatoren som ble anvendt i arbeids-
eksemplene 1-6, Pt-gevinstene for de respektive utvinnings-
sikter og deres utvinningsutbytter er gjengitt i tabell III.
Disse resultater er overført på Fig. 7 som viser overens-
stemmelsen ifølge den foreliggende oppfinnelse mellom ut-
10 vinningsutbyttet (η) og MTU.

15

20

25

30

35

Tabell II

Eksempel	Duktype	Masketall N (mm ⁻¹)	Tråddiameter d _t (mm)	Siktareal "a" (mm ⁻¹)	Volumetrisk tomromfraksjon (ξ)	MTU
1,2	4	3,15	0,0991	10,4	0,743	0,210
3,4	2	3,15	0,0787	10,1	0,799	0,186
5	3	1,97	0,0991	6,3	0,844	0,122
6	6	0,95	0,2032	3,0	0,846	0,075

TABELL III

Eks- empel	Forsøk	Antall ark	Opprinnelig		Sluttvekt (146 timer)		Pt-utvinnings- utbytte		
			vekt (g)	Pt (%)	Pt (g)	Pt (%)	Pt-tap (g)	Pt-økning (g)	n (%)
1	Pt/5Rh/5 Pd Type 4 1. lag 2. lag	10 1 1	4,6769 0,5475 0,5442	90,00 - -	4,3951 0,5965 0,5747	86,20 14,30 10,30	0,4203 - -	- 0,0853 0,0592	- 20,30 17,67 19,00 gj.snitt
2	Pt/5Rh/5Pd Type 4 1. lag 2. lag	10 1 1	4,6957 0,5390 0,5372	90,00 - -	4,4631 0,5768 0,5615	87,20 10,68 8,08	0,3343 - -	- 0,0616 0,0454	- 18,43 16,64 17,54 gj.snitt
3	Pt/5Rh/5Pd Type 2 1. lag 2. lag	10 1 1	4,6872 0,2900 0,2873	90,00 - -	4,4282 0,3197 0,3104	87,60 11,28 10,96	0,3394 - -	- 0,0361 0,0340	- 10,63 11,22 10,93 gj.snitt
4	Pt/5Rh/5Pd Type 2 1. lag 2. lag	10 1 1	4,6955 0,2942 0,2849	90,00 - -	4,3885 0,2985 0,2890	90,10 11,80 13,40	0,2720 - -	- 0,0352 0,0387	- 12,95 16,36 14,67 gj.snitt
5	Pt/5Rh/5Pd Type 3 1. lag 2. lag	10 1 1	4,6865 0,3070 0,3189	90,00 - -	4,3604 0,3360 0,3433	90,24 11,70 13,50	0,2831 - -	- 0,0393 0,0463	- 13,89 19,02 16,49 gj.snitt
6	Pt/5Rh/5Pd Type 6 1. lag 2. lag	10 1 1	4,6958 0,6027 0,6136	90,00 - -	4,3455 0,6284 0,6408	86,60 6,21 5,99	0,4630 - -	- 0,0390 0,0384	- 8,43 9,05 8,73 gj.snitt

Arbeidseksempel 7

En utvinningsdukpakke som var laget i overenstemmelse med prinsippene som ligger til grunn for den foreliggende oppfinnelse og som besto av to utvinningsdukark (95 Pd/5Ni), ble anbragt mellom tre separatorsikter, som vist på Fig. 9, og denne montasje ble anbragt i reaksjonskammer av den type som er vist på Fig. 8, under en 90 Pt/5Rh/5Pd oxydasjonskatalysator (15 ark). Utvinningsdukene var på 60 mesh og hadde tråddiametre (d_t) av 0,1524 mm. Ammoniakkoxidasjonskatalysatoren veide 7,1066 g. Separatorsiktene forelå i form av en trådmaskeduk som var laget av en jernlegering.

Ammoniakk og luft ble tvunget innført gjennom reaksjonskammeret i løpet av en periode på 292 timer i form av en blandet gasstrøm ved et trykk av 7,0 kg/cm² overtrykk ved en nitrogenbelastning av 51,7 tonn/m² pr. døgn.

Det gjennomsnittlige Pt-opptaksutbytte ($\bar{\eta}$) for Pd/Ni-utvinningsdukene ble bestemt ved å måle Pt-gevinsten for hver utvinningsduk og Pt-tapet for ammoniakkoxidasjonskatalysatoren ut fra forsøksdata.

Efter forsøket veide katalysatoren 6,1783 g, og de påfølgende forsøksdata viste et Pt-tap av 1,0393 g for oxydasjonskatalysatoren. Det første lag av utvinningsdukpakken veide 1,0110 g, og 0,2709 g platina var blitt utvunnet, basert på dukforsøksdataene, for et gjennomsnittlig platinaopptaksutbytte ($\bar{\eta}$) av 26,07%. Det annet lag av utvinningsdukpakken veide 0,9560 g og utvant 0,1998 g platina basert på forsøksdataene for duken, ved et platinaopptaksutbytte av 26,0%. Det gjennomsnittlige platinautvinningsutbytte viste seg å være 26,04% som er en meget betydningsfull forbedring sammenlignet med kjente oppfangere som er blitt drevet under lignende reaksjonsbetingelser.

Duksiktene og katalysatoren som ble anvendt for hver undersøkelse, ble målt og veid før bruk og straks etter bruk. Forsøk ble utført med katalysatoren og separate dukark på den måte som er beskrevet i det ovenstående avsnitt, for å bestemme det gjennomsnittlige platinautvinningsutbytte ($\bar{\eta}$).

Utformningen av utvinningsdukene som ble anvendt ved denne undersøkelse, er gjengitt i tabell IV.

Tabell IV

Periode	Duktype	Masketall $N(\text{mm}^{-1})$	Tråddiameter $d_t(\text{mm})$	Siktareal "a" (mm^{-1})	Volumetrisk tomromfraksjon (ξ)	MTU
Forsøkets begynnelse	Ni-1	2,36	0,152	7,9	0,699	0,184
Forsøkets avslutning	Ni-1	2,36	0,320	9,3	0,256	0,367

. På grunnlag av denne undersøkelse ble det geometriske gjennomsnitt for masseoverføringsenheten for utvinningsdukene beregnet til 0,260.

5 Arbeidseksempel 8

Metoden ifølge arbeidseksempel 7 ble gjentatt, bortsett fra at utvinningsduken ble anvendt i 483 timer. Resultatene av denne undersøkelse, inkludert platinatapet, platinagevinsten for utvinningsdukene og utvinningsdukenes utvinnings-
10 utbytter er gjengitt i tabell V. Disse resultater er også gjengitt på Fig. 7.

15

20

25

30

35

TABELL V

Eks- empel	Forsøk	Antall ark	Opprinnelig Vekt (g)	Pt (%)	Sluttelig Vekt (g)	Pt (%)	Pt-tap (g)	Pt-økning (g)	Pt-utvinnings- utbytte n (%)
7	Pt/5Rh/5Pd	15	7,1066	90,00	6,1783	86,70	1,0393	-	-
					(292 timer)				
	Type Ni-1:								
	1. lag	1	0,8493	-	1,0110	26,80	-	0,2709	26,07
	2. lag	1	0,8505	-	0,9560	20,90	-	0,1998	26,00
									26,04 gj.snitt
8	Pt/5Rh/5Pd	15	7,1392	90,00	5,8563	89,60	1,1781	-	-
					(438 timer)				
	Type Ni-1:								
	1. lag	1	0,8303	-	1,0311	32,10	-	0,3310	28,10
	2. lag	1	0,8232	-	0,9953	27,50	-	0,2737	32,31
									30,24 gj.snitt

Forbedringen i Pt-utvinningsutbyttet ($\tilde{\eta}$) for 95Pd/5Ni-utvinningsdukene som ble anvendt i arbeidseksemplene 7 og 8, er vist i tabell VI. De gunstige virkninger som kan tilskrives bruken av palladium/nikkel og de høye gjennomsnittlige masseoverføringsenheter for Pd/Ni-dukene som anvendes ifølge oppfinnelsen, gjør dem spesielt egnede for utvinning av platina/rhodiummetall. Dataene i tabell VI viser fordelene ved ifølge oppfinnelsen å anvende Pd/Ni-utvinningsdukene og det forbedrede platinautvinningsutbytte for 95 Pd/5Ni-utvinningsdukene ifølge eksemplene 7 og 8 sammenlignet med en 80 Pd/19,4Au/0,6Ru-utvinningsduk ifølge eksemplene 3 og 4 med en lignende opprinnelig MTU.

TABELL VI
PLATINAUTVINNINGSGUTBYTTE

Sammensetning: 80Pd/19,4Au/0,6Ru Sammensetning: 95Pd/5Ni			
Eksempel	Type 2	Type Ni-1	
	80 mesh, diameter 0,0762 mm (Opprinnelig MTU: 0,186)	60 mesh, diameter 0,1524 mm (Opprinnelig MTU: 0,184)	
3	10,93%	-	
4	14,67%	-	
7	-	26,04%	
8	-	30,24%	

Sammenligningsarbeidseksempel 9

En utvinningsdukpakke bestående av fem 80%Pd:20% Au dukark á 24 mesh x 0,2032 mm tråddiameter ble anbragt mellom seks separatorsikter ved en anordning lignende den som er vist på Fig. 9. Denne montasje ble øyeblikkelig anordnet nedstrøms i forhold til en pakke av platinalegeringskatalysator for ammoniakkoxidasjon (90 Pt/5Rh/5Pd) i et salpetersyreanlegg med en nitrogenbelastning av 70,7 tonn nitrogen (beregnet som ammoniakk) pr. kvadratmeter av utvinningsdukens effektive tverrsnittsareal pr. døgn (dvs. $70,7 \text{ t(N)}/\text{m}^2/\text{d}$). Anlegget ble drevet i 77 døgn, og i løpet av disse tapte oxydasjonskatalysatoren en vekt av 6375,5 g, hvorav 92% av 5847 g ble anslått å være platina. Ved slutten av arbeidsyklusen på 77 døgn ble utvinningsdukmontasjen fjernet, veid og undersøkt for å fastslå mengden av utvunnet platina. Platinautvinningen viste seg å være 1306,2 g eller ca. 22% av det anslåtte tapte platina.

Masseoverføringsenheten (MTU) for en enkelt duk i utvinningspakken ble beregnet til 0,05, basert på dens mesh (24), tråddiameter (0,2032 mm) og nitrogenbelastning ($70,7 \text{ t(N)}/\text{m}^2/\text{d}$). Den samlede beregnede platinautvinning for de fem ark var 24%, og dette er et tall som gunstig lar seg sammenligne med den iakttagne utvinning av 22%.

For å illustrere virkningen av dette system ble en utvinningsdukpakke som ble laget ved å anbringe fem dukark (fremstilt fra en legering av 80 Pd/19,4Au/0,6Ru med et maskenummer av 36 og en tråddiameter av 0,1803 mm) adskilt mellom seks separatorsikter. Utvinningsdukpakken som var laget på denne måte, ble anordnet i en reaktor med en nitrogenbelastning av $70,7 \text{ t(N)}/\text{m}^2/\text{d}$. Ved dette forsøk ble masseoverføringsenheten (MTU) for den enkelte duk beregnet til 0,082, og det ble forutsagt at fem ark av utvinningsduk ville utvinne ca. 34% av platina som ville gå tapt fra oxydasjonsdukkatalysatoren.

Utvinningsdukpakken ble montert i anlegget umiddelbart nedstrøms i forhold til oxydasjonsdukpakken, og anlegget ble drevet i 78 døgn i løpet av hvilke oxydasjonsduken tapte en vekt av 6624,3 g, hvorav 92% eller 6 095,6 g ble anslått

å være platina. Ved slutten av syklusen på 78 døgn ble utvinningsdukpakken fjernet, og mengden av utvunnet platina viste seg å være 35%, basert på utvinningsdukpakkens vekt og platinaanalyse. Dette tall lar seg gunstig sammenligne med den forutsagte utvinning av 34%. Disse data er gjengitt på Fig. 7.

Sammenligningsarbeidseksempel 10

En utvinningsdukpakke bestående av seks utvinningsduker à 36 mesh og med en tråddiameter av 0,1803 mm ble adskilt anbragt mellom syv separatorsikter. Utvinningsdukarkene ble laget av en legering av 80 vekt% palladium, 19,4 vekt% gull og 0,6 vekt% ruthenium. Utvinningsduken ble anordnet umiddelbart nedstrøms i forhold til en ammoniakk-oxydasjonskatalysatorpakke av platinalegering (90Pt/10Rh) i et salpetersyreanlegg med en nitrogenbelastning av 59 tonn (beregnet som ammoniakk) pr. kvadratmeter av reaktorens tverrsnittsareal pr. døgn (dvs. $59 \text{ t(N)}/\text{m}^2/\text{d}$). Anlegget ble drevet i 61 døgn, og i løpet av denne tid tapte katalysatorpakken 4260,7 g i vekt, hvorav 92% eller 3918,6 g ble anslått å være platina. Basert på trådstørrelsen og maske-nummeret for utvinningsdukarket og nitrogenbelastningen for det angjeldende anlegg viste masseoverføringsenheten (MTU) for en enkelt duk seg å være 0,093, og den forutsagte samlede pakkeutvinning av platina ble beregnet til 43%. Dette forutsagte utvinningstall (43%) lot seg gunstig sammenligne med den virkelige eller iaktttatte platinautvinning av 52%. Dette resultat er gjengitt på Fig. 7.

Arbeidseksempel 11

En platinautvinningsdukpakke bestående av 95% Pd/5%Ni ble adskilt anbragt mellom syv separatorsikter. Denne pakke inneholdt seks ark platinautvinningsduk, og av disse hadde de første tre et maskenummer av 45 og en tråddiameter av 0,2108 mm, mens de siste tre hadde et maskenummer av 60 og en tråddiameter av 0,127 mm. Denne pakke ble anordnet umiddelbart nedstrøms i forhold til en ammoniakk-oxydasjonskatalysatorpakke av en legering av 90Pt/5Rh/5Pd i et

salpetersyreanlegg med en nitrogenkapasitet av 34,5 tonn (beregnet som ammoniakk) pr. kvadratmeter effektivt tverrsnittsareal av duken pr. døgn (dvs. 34,5 t (N)/m²/d). Den av platinautvinningsdukene som var plassert høyest oppstrøms, var dukarket 1 som ble fulgt av dukarkene 2, 3, 4, 5 og 6, dvs. at dukarket 6 er anordnet lengst nedstrøm av alle duker. Anlegget ble drevet kontinuerlig i 71 døgn, og i løpet av denne tid tapet ammoniakkoxydasjonskatalysatorpakken en vekt av 13777,3 g, hvorav 12688,8 g (92%) ble anslått å være platina.

Ved slutten av det 71ende døgn av arbeidssyklusen ble platinautvinningsduken fjernet fra anlegget og demontert for inspeksjon. I løpet av forsøket øket utvinningsduktrådenes størrelse til over deres opprinnelige diameter, og denne økning påvirket i betydelig grad deres masseoverføringsenhetsverdier. Trådsvellingsfaktoren (S) for hvert dukark ble bestemt i overensstemmelse med den følgende ligning:

$$S = \frac{(\text{gj.snittlig sluttråddiameter}) - (\text{opprinnelig tråddiameter})}{(\text{opprinnelig tråddiameter})}$$

og resultatene av disse beregninger er gjengitt i tabell VII.

Tabell VII

Dukark	Gj.snittlig svelling-faktor (S)
1	1,45
2	1,30
3	1,08
4	1,08
5	0,90
6	0,90

På grunnlag av den opprinnelige tråddiameter, maskestørrelsen og nitrogenkapasiteten kunne den samlede platinautvinning for dukpakken forutsies å være 69,8%. På grunnlag av sluttdiameteren for trådene for hver platinautvinningsduk med identiske maskestørrelse- og nitrogenbelastningsparametre kunne den samlede platinavinning forutsies å være 83,7%. Utvinningen som korrekt skal være basert på

det geometriske middel for trådenes sluttdiameter og opprinnelige diameter i utvinningsduken, er 76,4%.

En analyse av platinautvinningsdukpakken viste en virkelig samlet utvinning i pakken av 9516,6 g platina (75,0%). Den iaktatte utvinning på 75,0% lar seg gunstig sammenligne med den forutsagte utvinning på 76,4%.

En oppsummering av parameterne for utvinningsdukpakkene som ble anvendt i arbeidseksemplene 9-11, og de respektive utvinninger av platinametall med disse er gjengitt i den nedenstående tabell VIII.

15

20

25

30

35

TABELL VIII

Eks- empel nr.	Nitrogen- tilførsel [t(N ₂)/m ² /d]	Antall duker	Maske (tråder pr. lineær cm)	Tråd- diameter (cm)	Legerings-		Syklus- lengde (døgn)	Masse- over- førings- enhet (mtu)	Volumetrisk tomroms- fraksjon (%)	Platinautvinning	
					sammen- setning (%)	setning (%)				for samlet pakke Forutsagt Iakttatt (%)	(%)
9	70,8	5	9,5	0,0203	80Pd/20Au	77	0,055	0,846	24	22	
	70,8	5	14,2	0,0180	80Pd/20Au [*]	78	0,082	0,793	34	35	
10	59,0	6	14,2	0,0180	80Pd/20Au [*]	61	0,093	0,793	43	52	
11	32,7	{ 3 3	17,7	0,0211	95Pd/5Ni	71	0,199	0,687	70	75	
			23,6	0,0127					76 ^{***}	-	

Fotnoter:

^{*} Nominell sammensetning: 80 Pd/20 Au

Virkelig sammensetning: 80 Pd/19,4 Au/0,6 Ru

^{**} Dette tall er det geometriske middel for den forutsagte
platinautvinning basert på de opprinnelige og sluttelige tråddiameter.

Arbeidseksempel 12

En utvinningsdukpakke bestående av to dukark (80 Pd/19,6 Au/0,4 Ru) ble anbragt mellom tre separatorsikter, og denne montasje ble anordnet i et første reaksjonskammer under en oxydasjonskatalysator (10 ark) av 90 Pt/5 Rh/5 Pd. Pd/Au-dukene med en maskestørrelse av 14 tråder pr. lineær cm (N) og en tråddiameter (d_t) av 0,018 cm ($N \times d_t = 0,256$). Oxydasjonskatalysatoren veide 4,6963 g, og utvinningsdukpakken veide 5,1737 g før forsøket. Overflatearealet "a" for hver utvinningssikt, dvs. overflatearealet av trådene pr. volumenhet av siktpakken, var $46 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$ og $5,156 \text{ dm}^2$ pr. 31,1 g utvinningsduk. Separatorsiktene forelå i form av en vidmasket duk laget av en jernlegering.

I et annet kammer som var anordnet umiddelbart bak det første kammer, ble en annen dukpakke anordnet bestående av to utvinningssikter (80% Pd:20% Au) flate-anordnet mellom tre separatorsikter.

De to kamre ble forvarmet til 300°C , og ammoniakk og luft ble ledet gjennom disse i form av en blandet gasstrøm under et trykk av $7,0 \text{ kg/cm}^2$ overtrykk og ved en samlet strøm av $19,3$ standard m^3 pr. time. Ammoniakk utgjorde 10% av den gassformige blanding og representerte en kapasitet på 51,7 tonn nitrogen pr. kvadratmeter pr. døgn, dvs. $51,7 \text{ t}(\text{N}_2)/\text{m}^2/\text{d}$. I løpet av dette forsøk ble det første kammer holdt på en temperatur av 930°C og det annet kammer på en temperatur av 890°C . Forsøket ble utført i løpet av en periode på 146 timer, og utbyttet av nitrogenoxyder (NO_x) var 98,4%.

Vektutvinningsutbyttet (η') for Pd/Au/dukene ble bestemt ved å måle vektøkningen for hver utvinningsdukpakke og vekttapet for ammoniakkoxidasjonskatalysatoren. Vektforskjellen ble derefter omvandlet til vektutvinningsutbytte (η') i overensstemmelse med den følgende ligning:

$$\eta' = 1 - (1 - R)^{1/n}$$

hvor n og η' er som definert ovenfor og R vekten av edelmetall utvunnet ved hjelp av utvinningsdukpakken dividert med vekten av edelmetall i strømmen som ble tilført til pakken. Etter forsøket veide katalysatoren 4,3973 g, og dette inne-

bærer et tap av 0,2989 g i forhold til dens utgangsvekt. Til sammenligning veide utvinningsdukpakken i det første kammer 5,2350 g som representerer en økning på 0,0623 g. Basert på disse data viste opptaksutbyttet (η') for utvinningsdukpakken i det første kammer seg å være 14,6%. Ved beregning av vektupptaksutbyttet for utvinningsdukpakken i det annet kammer må vektutvinningsutbyttet for det første kammer tas i betraktning.

Sammenlignende undersøkelser ble utført ved å gjenta denne metode med utvinningsduksikter med forskjellig maskestørrelse (N) og tråddiameter (d_t). For hver undersøkelse ble den anvendte duksikt og katalysator veid før bruk og straks etter bruk, og vektforandringene ble omvandlet til vektutvinningsutbytte (η'). Begge forsøk ble utført i løpet av den samme forsøksperiode. Utformningene av katalysatoren og utvinningsdukene som ble anvendt i eksemplene 12-17, er gjengitt i tabell IX. Ved begge forsøk ble utbytter av nitrogenoxyd av 96-98,9% oppnådd.

Tabell IX

Eks.	Type	Maske (N) (tråder pr. cm)	Tråddiameter d_t (cm)	Spesifikk sikt- vekt (g/dm^2)	$\frac{\text{Siktareal}}{\text{cm}^2/\text{cm}^3}$	$\frac{\text{dm}^2/\text{g}}{\text{dm}^2/\text{g}}$	$N \times d_t$
12	1	14,2	0,0180	10,01	46,1	0,166	0,256
13	2	31,5	0,0079	4,39	101,3	0,361	0,248
14	3	19,7	0,0099	4,39	63,0	0,280	0,195
15	4	31,5	0,0099	6,93	103,6	0,296	0,312
16	5	19,7	0,0180	13,89	66,8	0,170	0,355
17	6	9,5	0,0203	9,91	30,3	0,136	0,192

Vekttapet for katalysatoren ifølge arbeidseksemplene 12-17 og tre vektøkninger for de respektive utvinnings-sikter og deres utvinningsutbytter er gjengitt i tabell X.

5

10

15

20

25

30

35

TABELL X

Arbeids- eks.	Forsøk	Antall ark	Vekt av hver pakke Ny, g Etter bruk, g	Vektøkning (brukt-ny), g	Utbytte η
12	Pt/5Rh/5Pd Type 1 Type 1	10 2 x 3 2 x 3	4,6963 5,1958 5,1737	-0,2990 +0,0811 +0,0613	-- 14,6 15,5
13	Pt/5Rh/5Pd Type 2 Type 2	10 2 x 3 2 x 3	4,6872 4,1930 4,2136	-0,2610 +0,0644 +0,0460	-- 13,2 12,5
14	Pt/5Rh/5Pd Type 3 Type 3	10 2 x 3 2 x 3	4,6865 4,2480 4,2367	-0,3261 +0,0682 +0,0553	-- 11,1 11,3
15	Pt/5Rh/5Pd Type 4 Type 5	10 2 x 3 2 x 3	4,6957 4,7025 5,7280	-0,2326 +0,0741 +0,0654	-- 17,5 23,4
16	Pt/5Rh/5Pd Type 4 Type 5	10 2 x 3 2 x 3	4,7027 4,7260 5,7054	-0,2526 +0,0775 +0,0610	-- 16,9 19,6
17	Pt/5Rh/5Pd Type 6 Type 6	10 2 x 3 2 x 3	4,6958 4,8494 4,8538	-0,3503 +0,0668 +0,0598	-- 10,0 11,2

* "2 x 3" angir at to utvinningsdukark
og tre separatorark ble anvendt.

Disse data bekrefter den høye utvinningsgrad (η') som kan tilskrives de ved den foreliggende fremgangsmåte anvendte utvinningsduker. De viser dessuten at dukene anvendt i arbeidseksemplene 15 og 16 som har verdier for produktet av maske og trådstørrelse over 0,3, gir et utmerket utvinningsutbytte.

Analyser ble utført for å sammenligne platinautvinningsutbyttet ($\bar{\eta}$) med vektutvinningsutbyttet (η'). Også disse analyser bekrefter at dukene er istand til å utvinne såvel platina som rhodium, se i denne forbindelse tabell XI hvor resultatene av disse undersøkelser er angitt omfattende platina- og rhodiumutvinning uttrykt som et forhold.

Tabell XI

15

Type	$N \times d_t$	η' (%)	$\bar{\eta}$ (%)	Pt/Rh-utvinning
3	0,195	11,1	16,5	----
2	0,248	13,2	10,9	46,3
20 4	0,312	15,9	17,5	39,9

På grunnlag av disse undersøkelser ble det fastslått at palladium/gullutvinningsduker med en maskestørrelse (N) innen området 19,7-31,5 tråder pr. lineær cm og en tråddiameter (d_t) innen området 0,0076-0,0457 cm oppviser spesielt egnede edelmetallutvinningsegenskaper forutsatt at de har et $N \times d_t$ av minst 0,3.

Det viste seg også at utvinningsdukene i det første reaksjonskammer og utvinningsdukene av det samme materiale og med den samme utformning i det annet reaksjonskammer oppviste ingen vesentlig forskjell i vektutvinningsutbytte (η'). Det fremgår imidlertid av disse data at betydelig forbedrede resultater fås ved anvendelse av utvinningsduker av den type som er beskrevet i arbeidseksemplene 15-16 og som har de nødvendige verdier for $N \times d_t$. Disse spesielle utvinningsduker oppviser det viktige trekk at de har en opprinnelig $N \times d_t$ -parameter av minst 0,3.

De ovenstående data viser at utbyttet med en utvinnings-

duk av 80% palladium og 20% gull ved ammoniakkoxidasjonsprosesser blir betydelig forbedret ved å lage duken slik at den får en opprinnelig $N \times d_t$ parameter av minst 0,3. Ifølge en foretrukken utførelsesform av den foreliggende oppfinnelse anvendes en utvinningsdukmontasje som er sammensatt av flere slike utvinningssikter flateanordnet mellom flere separatorsikter.

I det nedenstående eksempel er den forbedring av vektutvinningsutbyttet beskrevet som kan oppnås ved anvendelse av Pd/Ni-utvinningsduker.

Arbeidseksempel 18

En utvinningsdukpakke bestående av to utvinningsdukark (type Ni-B:95% Pd/5% Ni) ble anordnet mellom separator-sikter, og denne montasje ble anordnet i et første reaksjonskammer under en oxydasjonskatalysator (15 ark) av 90% Pt/5%Rh/5%Pd. Utvinningsdukene hadde 23,6 tråder pr. lineær cm (N) og en tråddiameter (d_t) av 0,0152 cm ($N \times d_t = 0,36$). Ammoniakkoxidasjonskatalysatoren veide 7,107 g, og utvinningsdukpakken veide 5,164 g før forsøket. Separatorsiktene hadde form av en finmasket duk laget av en jernlegering.

I et annet kammer anordnet straks nedstrøms i forhold til det første kammer ble en annen dukpakke anordnet som også besto av to utvinningssikter (type Ni-A: 95% Pd/5% Ni) flateanordnet mellom tre separatorsikter. Utvinningsdukene inneholdt 17,7 tråder pr. lineær cm (N) og hadde en tråddiameter (d_t) av 0,0152 cm ($N \times d_t = 0,27$). Utvinningsdukpakken veide 4,666 g før forsøket.

De to kamre ble forvarmet til 300°C, og ammoniakk og luft ble ledet gjennom disse i form av en blandet gasstrøm under et trykk av 7,0 kg/cm² overtrykk og i en samlet strøm av 19,3 standard m³ pr. time. Under forsøket ble det første kammer holdt på en temperatur av 930°C og det annet kammer på en temperatur av 890°C. Ammoniakk utgjorde 10% av den gassformige blanding, og dette representerte en kapasitet på 51,7 tonn nitrogen pr. kvadratmeter pr. døgn, dvs. 51,7 t(N₂)/m²/d.

Vektutvinningsutbyttet (η) for Pd/Ni-utvinningsdukene i hvert

reaktorkammer ble bestemt ved å måle vektøkningen for hver utvinningsdukpakke og vekttapet for ammoniakkoxidasjonskatalysatoren. Disse målinger ble derefter omvandlet til vektupptaksutbytte (η') i overensstemmelse med ligningen

5 $\eta' = 1 - (1 - R)^{1/n}$ hvori n , η' og R er som definert ovenfor. Etter forsøket veide katalysatoren 6,178 g, og dette representerer et tap på 0,929 g i forhold til dens opprinnelige vekt. Til sammenligning veide utvinningsduken i

10 det første kammer 5,452 g, og dette representerer en økning på 0,288 g. Utvinningsduken i det annet kammer veide 4,826 g, og dette er en økning på 0,160 g. På grunnlag av disse data var vektutvinningsutbyttet (η') for utvinningsduken i det

annet kammer 13,4%.

Den anvendte ammoniakkoxidasjonskatalysatorpakke og de

15 to utvinningsdukmontasjer ble analysert for å bestemme deres virkelige platinautvinningsutbytte ($\bar{\eta}$) såvel som for å bekrefte at en utvinningsduk av Pd/Ni-legering utvant Rh i samme grad som utvinningsdukene av Pd/Au-legering. Resultatene av disse analyser er gjengitt i tabell XII hvori

20 platina- og rhodiumutvinningen er uttrykt som et forhold.

Tabell XII

26	Kammer	Type	N	d_t (cm)	$N \times d_t$	Utbytter		Utvinning av Pt/Rh
						η' (%)	$\bar{\eta}$ (%)	
	2	Ni-A	17,7	0,0152	0,27	13,4	10,8	27,0
	1	Ni-B	23,6	0,0152	0,36	16,9	26,0	50,7

30 I arbeidseksempel 18 er det vist at såvel nikkelholdige legeringer som gullholdige legeringer er effektive ved utvinning av platina og rhodium som er gått tapt fra ammoniakkoxidasjonskatalysatorer, og at det karakteristiske forbedrede utvinningsutbytte som er forbundet med et høyt

35 $N \times d_t$ -produkt, gjelder like meget for gullegeringsutvinningsdukene som de ikke-gullholdige legeringsutvinningsduker som anvendes ved den foreliggende fremgangsmåte.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte for utvinning av platina som er gått
 tapt fra en platinaholdig katalysatorduk i et salpetersyre-
 5 anlegg, hvor katalysatorduken blir utskiftet periodevis,
 idet perioden er "katalysatorduksykluslengden", hvor minst
 ett utvinningsdukark som består av en legering som omfatter
 en hovedsakelig andel av palladium anbringes tilgrensende
 til katalysatorduken nedstrøms i forhold til katalysator-
 10 duken,

k a r a k t e r i s e r t v e d at masketallet N
 (uttrykt som antall tråder pr. cm) og tråddiameteren
 d_t (i cm) for utvinningsduken velges slik at det gjennem-
 snittlige utvinningsutbytte i løpet av katalysatorduk-
 15 sykluslengden overskrider $1 - \exp(-3,22/L^{0,7})$, idet det
 gjennomsnittlige utvinningsutbytte η beregnes i overens-
 stemmelse med formelen

$$\eta = 1 - \exp \left[- \frac{2C}{Sc^{2/3}} \cdot \frac{ad_t}{Re^m \xi^{1-m}} \right]$$

20 hvori " ξ " er dukens volumetriske hulromsfraksjon, Sc er
 Schmidts tall for diffusjonen av oxydert platina i avløps-
 strømmen fra katalysatorduken, Re er Reynolds tall basert
 på tråddiameteren og gjennomsnittshastigheten for prosess-
 25 strømmen like oppstrøms for utvinningsduken, dvs.

$$Re = \frac{Gd_t}{\mu}$$

30 hvori G er massehastigheten ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$) for den gass-
 formige strøm som tilføres til katalysatoren, og μ er den
 dynamiske viskositet ($\text{Pa} \cdot \text{s}$) for avløpsstrømmen fra kataly-
 satorduken, C er den passende masseoverføringskorrelasjons-
 koeffisient for duken, a er dukens spesifikke bulkoverflate-
 areal (cm^{-1}), m er den passende masseoverføringskorrelasjons-
 35 eksponent for duken, d_t er det geometriske middel for den
 opprinnelige og sluttelige diameter (cm) for trådene i
 duken, og L er vekten i tonn av nitrogen (i ammoniakk)
 som passerer over hver kvadratmeter av katalysatorduken pr.
 døgn.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1,

k a r a k t e r i s e r t v e d at det anvendes et ut-
vinningsdukark med en slik geometrisk utformning at det
gjennomsnittlige utvinningsutbytte for duken i løpet av an-
leggets katalysatorsyklus vil bli
over 49% dersom anlegget drives med en belastning av mellom
9,07 og 13,61 tonn nitrogen i ammoniakk pr. kvadratmeter
pr. døgn,

over 41% dersom nitrogenbelastningen er mellom 13,61 og
18,14 tonn pr. kvadratmeter pr. døgn,

over 35% dersom nitrogenbelastningen er mellom 18,14 og
22,68 tonn pr. kvadratmeter pr. døgn,

over 31% dersom nitrogenbelastningen er mellom 22,68 og
27,22 tonn pr. kvadratmeter pr. døgn,

over 28% dersom nitrogenbelastningen er mellom 27,22 og
31,75 tonn pr. kvadratmeter pr. døgn,

over 25% dersom nitrogenbelastningen er mellom 31,75 og
36,29 tonn pr. kvadratmeter pr. døgn,

over 23% dersom nitrogenbelastningen er mellom 36,29 og
40,82 tonn pr. kvadratmeter pr. døgn,

over 22% dersom nitrogenbelastningen er mellom 40,82 og
49,89 tonn pr. kvadratmeter pr. døgn,

over 19% dersom nitrogenbelastningen er mellom 49,89 og
58,97 tonn pr. kvadratmeter pr. døgn,

over 17% dersom nitrogenbelastningen er mellom 58,97 og
68,04 tonn pr. kvadratmeter pr. døgn,

over 16% dersom nitrogenbelastningen er mellom 68,04 og
77,11 tonn pr. kvadratmeter pr. døgn,

over 14% dersom nitrogenbelastningen er mellom 77,11 og
90,72 tonn pr. kvadratmeter pr. døgn, og

over 13% dersom nitrogenbelastningen er over 90,72 tonn
pr. kvadratmeter pr. døgn.

3. Fremgangsmåte ifølge krav 1 eller 2,

k a r a k t e r i s e r t v e d a t det anvendes en
rekke utvinningsdukark og at den geometriske utformning for
i det minste to av utvinningsdukarkene er slik at det gjennom-
snittlige utvinningsutbytte i løpet av katalysatorsyklusen
for hvert av i det minste disse to ark overskrider
 $1 - \exp(-3,22/L^{0,7})$, hvori L er som definert i krav 1.

4. Fremgangsmåte ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d a t det anvendes en
rekke utvinningsdukark idet utformningen for i det minste
5 ett av dette sett er slik at dets utvinningsduksykluslengde
er fra 0,9 Tp til 1,1 Tp, hvor Tp betegner katalysatorduk-
sykluslengden.
5. Fremgangsmåte ifølge krav 3,
10 k a r a k t e r i s e r t v e d a t i det minste ett av
de to utvinningsark med det angitte utbytte anvendes med
en slik utformning at dets utvinningsduksykluslengde er fra
0,9 til 1,1 Tp, hvor Tp betegner katalysatorduksykluslengden.
- 15 6. Fremgangsmåte ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d a t det anvendes en duk
hvis masketall ligger innen området fra 3,9 til 31,5 tråder
pr. cm og hvis tråddiameter ligger innen området fra 0,00762
til 0,2286 cm.
- 20 7. Fremgangsmåte ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d a t det anvendes en ut-
vinningsduk med en hulromsfraksjon på under 0,76.
- 25 8. Fremgangsmåte ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d a t det anvendes en ut-
vinningsduk med en hulromsfraksjon på under 0,685.
9. Fremgangsmåte ifølge krav 1,
30 k a r a k t e r i s e r t v e d a t det anvendes en ut-
vinningsduk som omfatter minst 80 vekt% palladium.
10. Fremgangsmåte ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d a t det anvendes minst
35 ett utvinningsdukark med en slik geometrisk utformning at
utvinningsduksykluslengden er fra 0,9 Tp til 1,1 Tp, hvori
Tp er katalysatorduksykluslengden i anlegget.

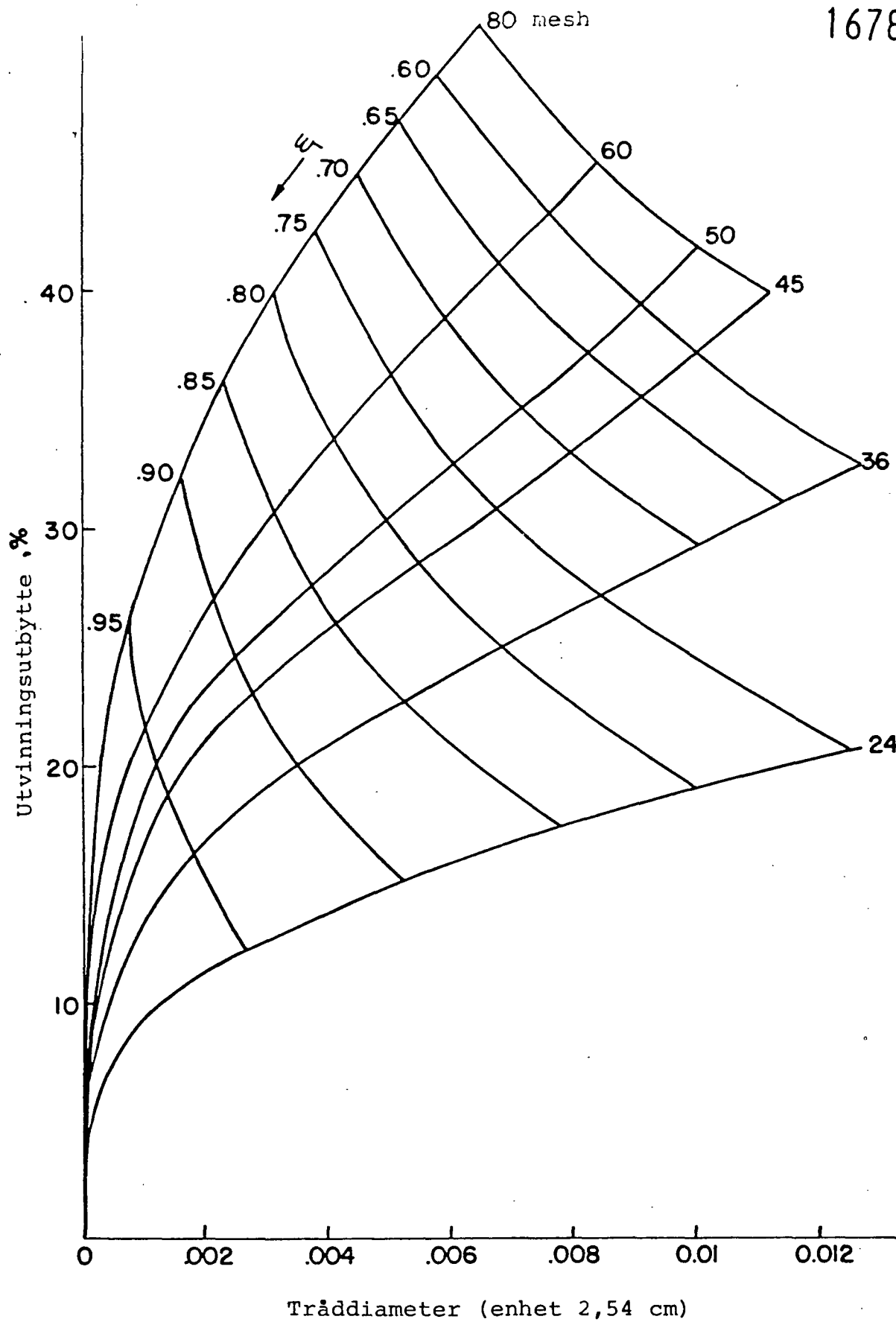


FIG. I

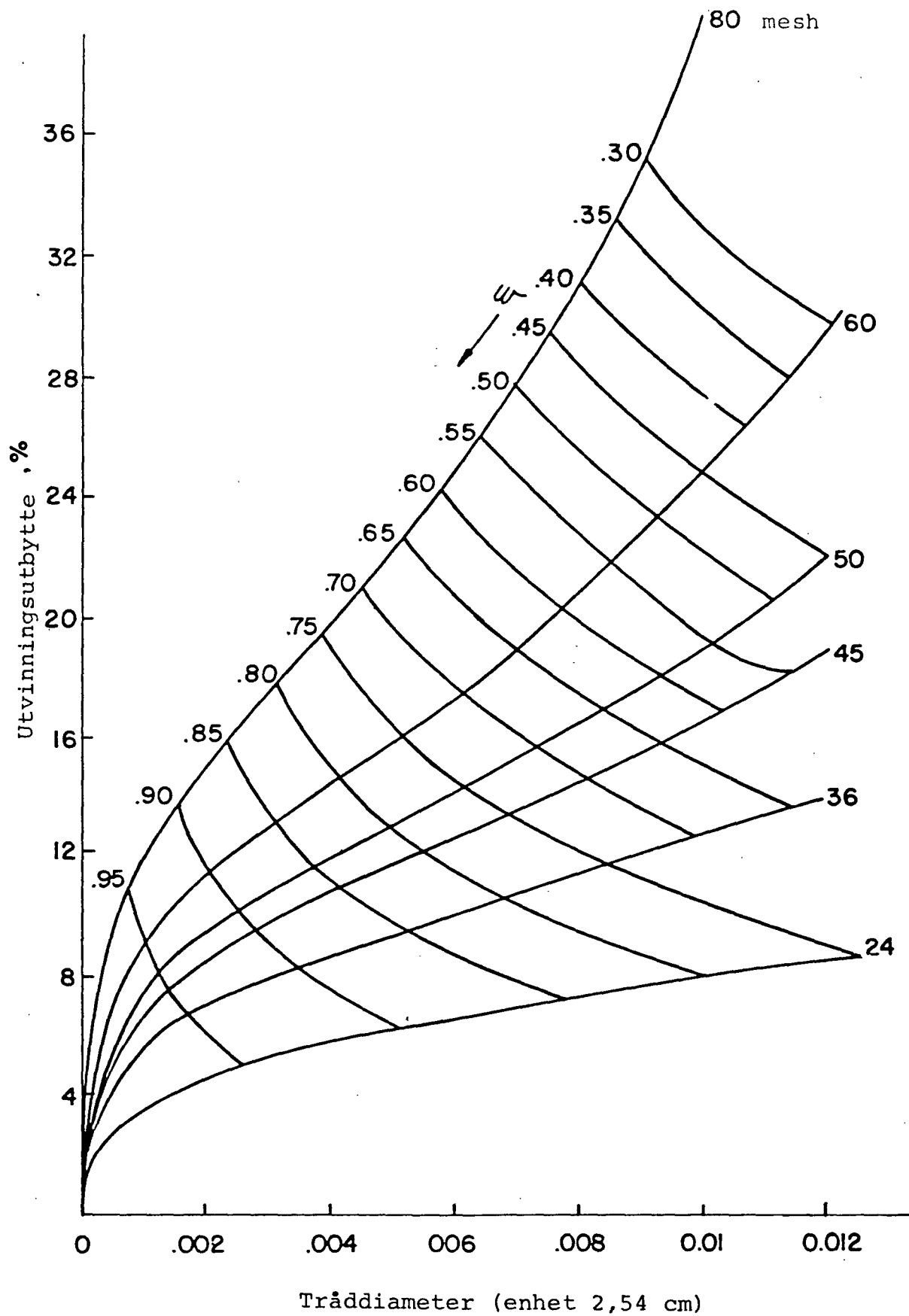


FIG. 2

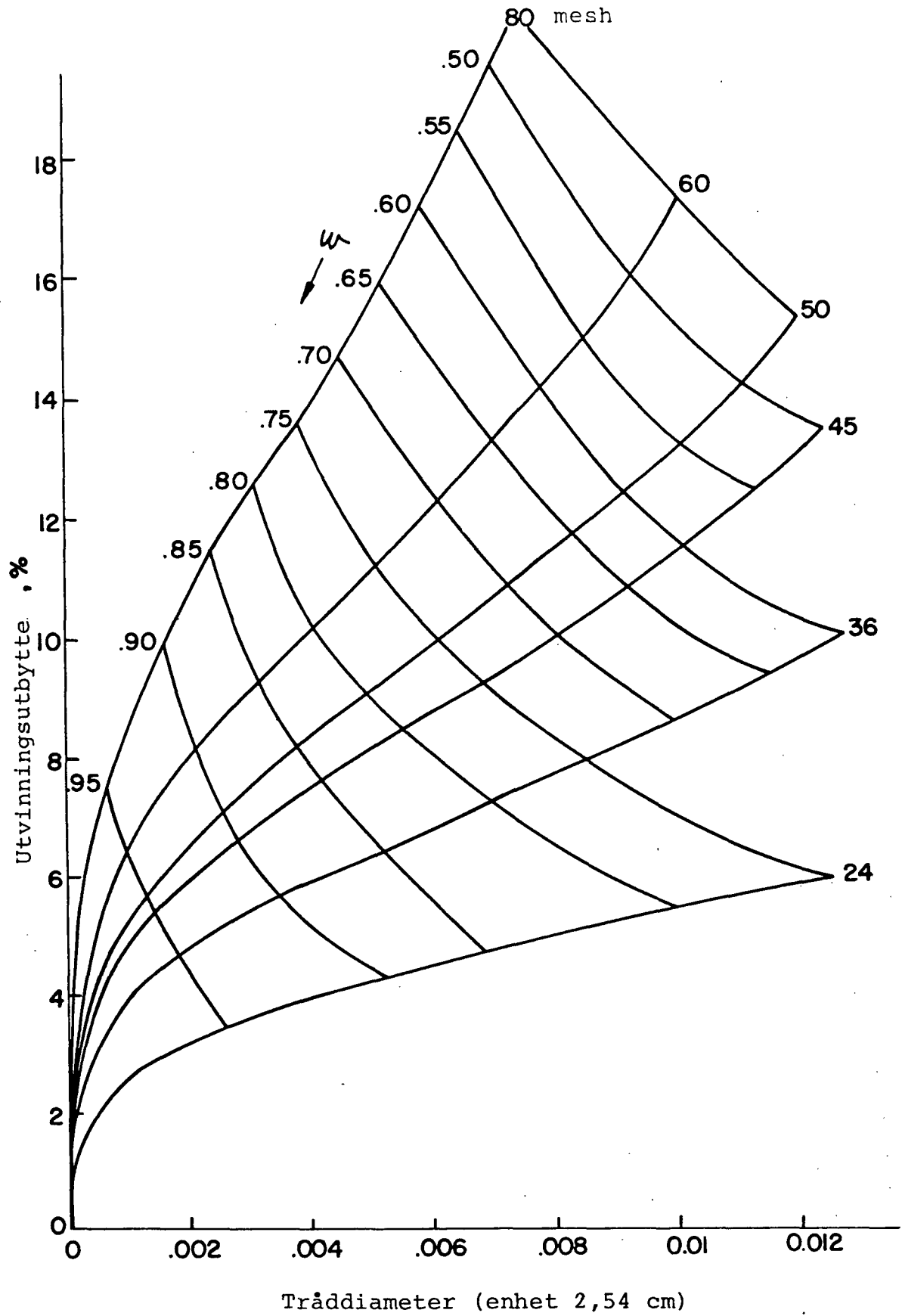
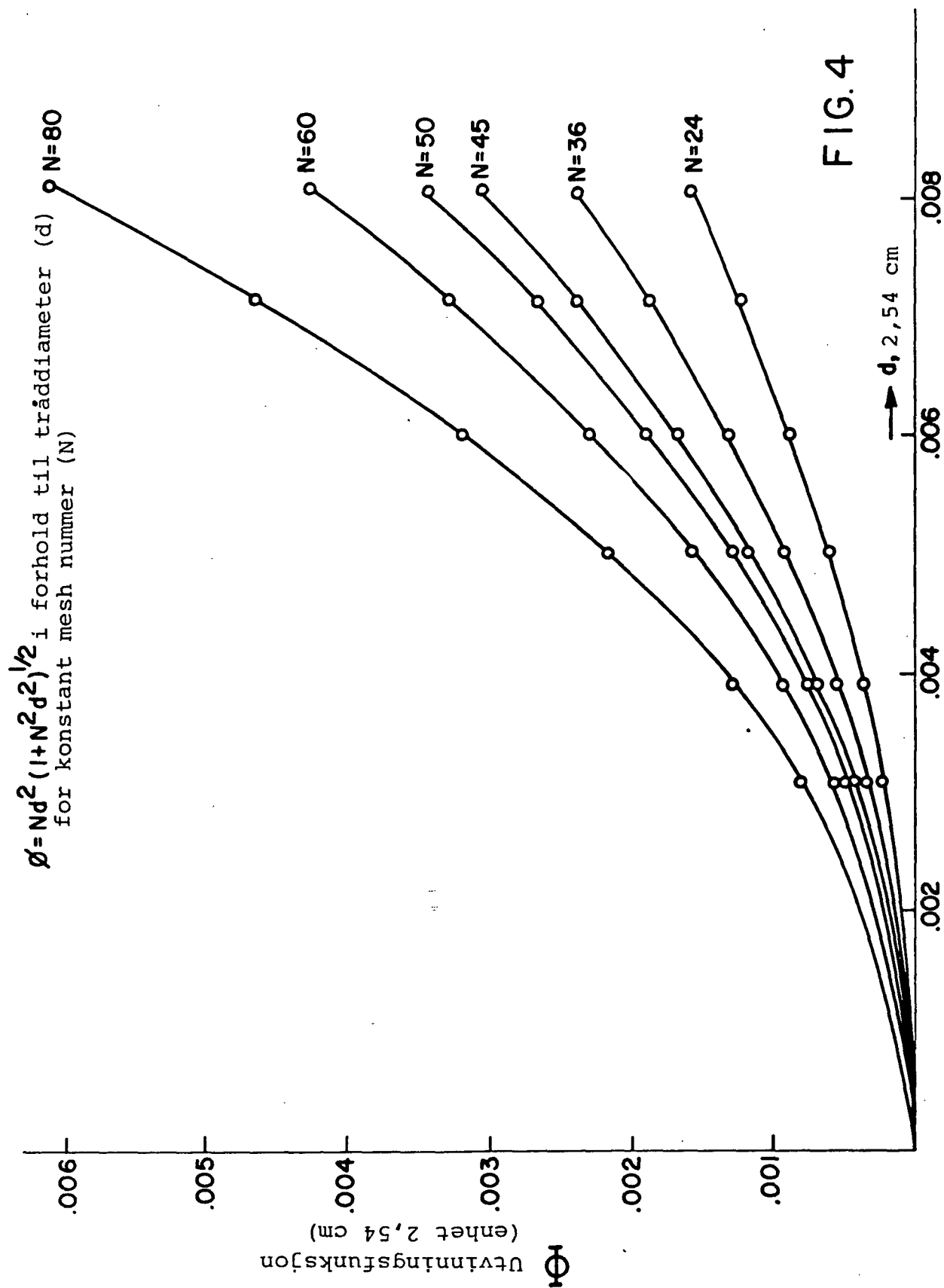


FIG. 3



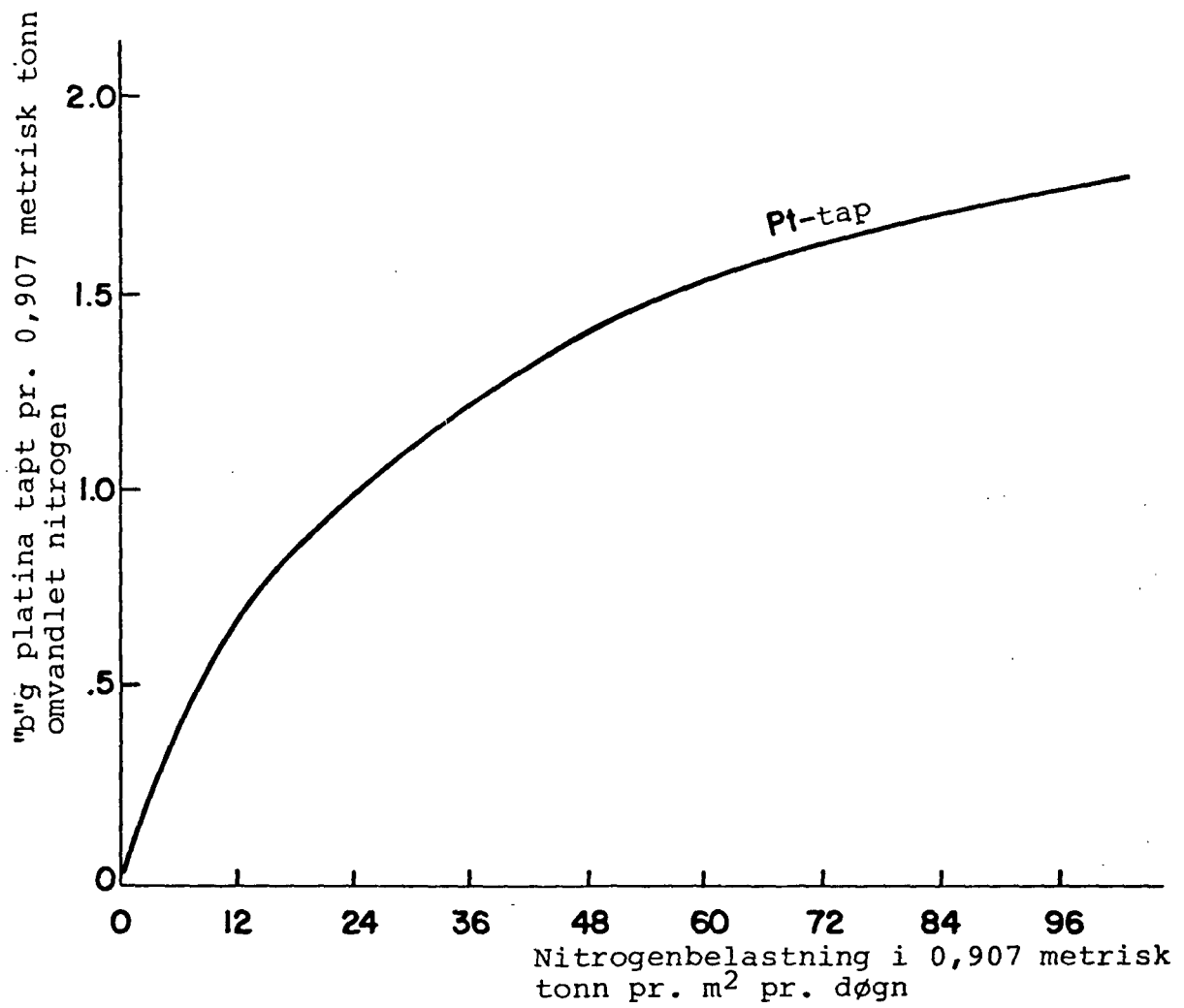
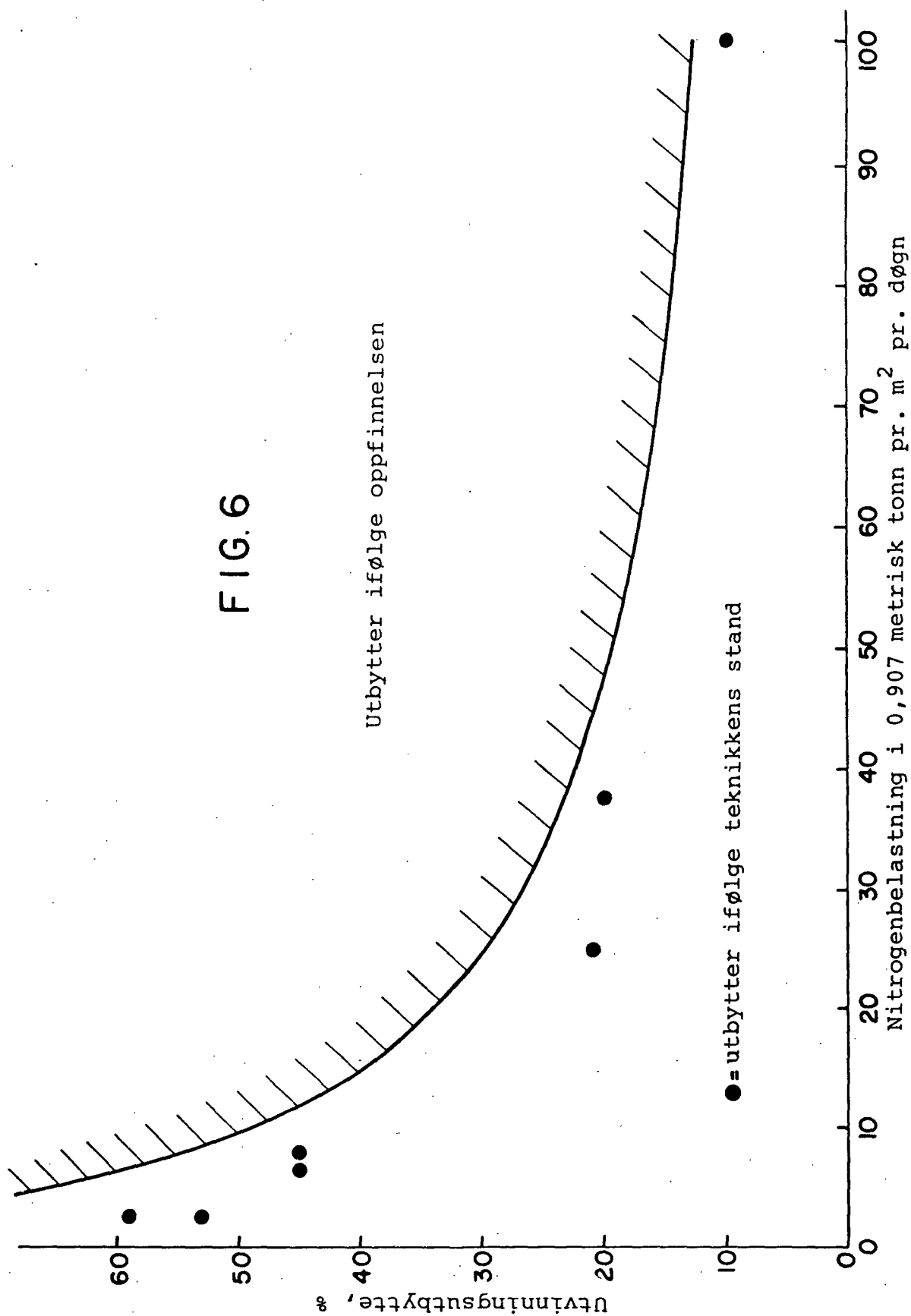
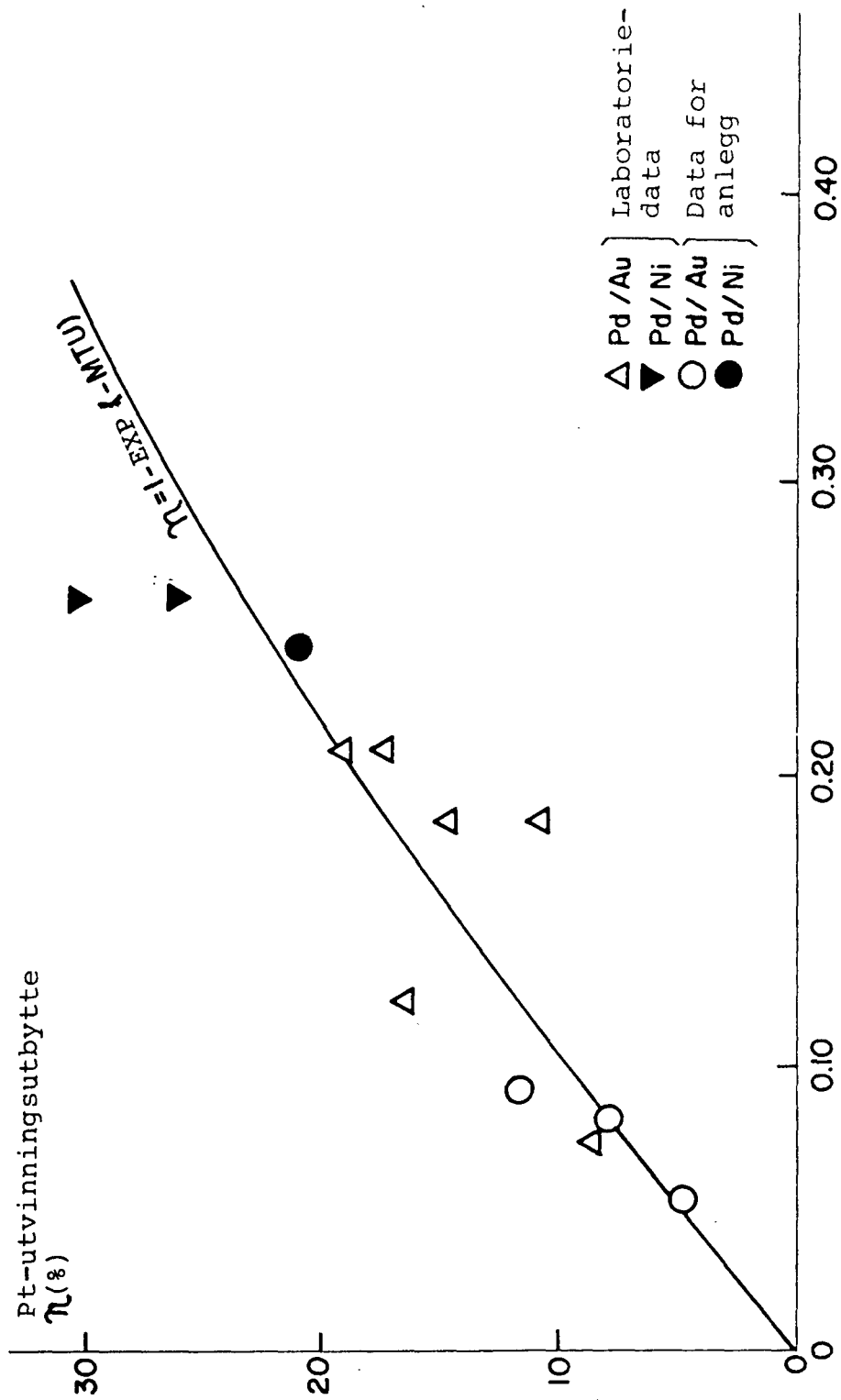


FIG. 5

FIG. 6



Platinautvinningsutbytte med
Pd-legeringsoppfangningsduk



Masseoverføringsenhet (MTU)

FIG. 7

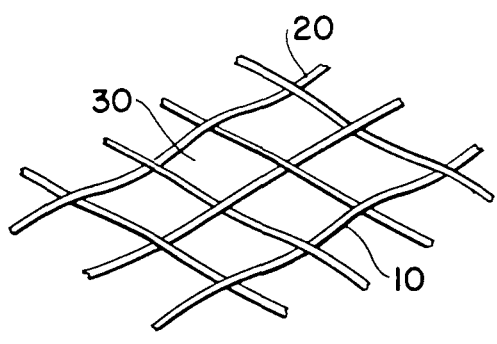


FIG. 8

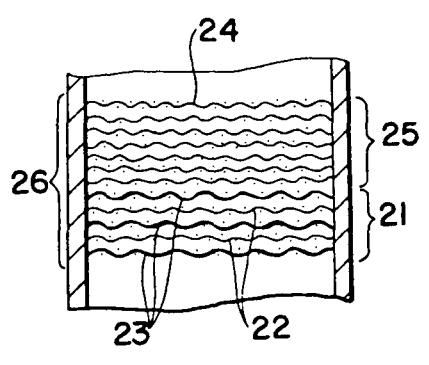


FIG. 9

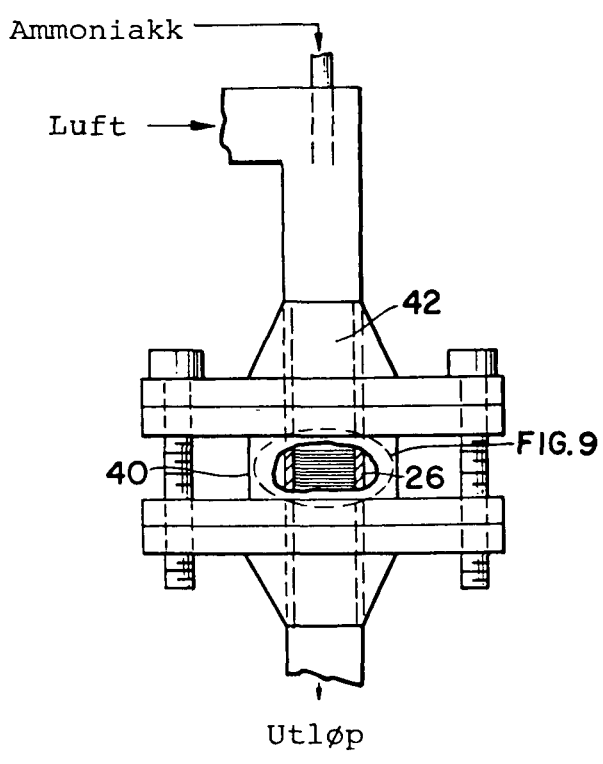


FIG. 10