

AÑO 1959

Expediente núm.



247131

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCION

247131

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una PATENTE DE INVENCION por VEINTE años, en España

a favor de

STAMICARBON N.V., de nacionalidad
holandesa domiciliado en 2 van der Maesenstraat,
~~XIXXX~~ Heerlen, Holanda. ~~núXX~~

por:

UN PROCEDIMIENTO DE PREPARAR UNA ALEACION DE NIQUEL
Y ALUMINIO O DE COBALTO Y ALUMINIO

Nº 12647

Agente Sr. ELZABURU.

23 FEB 1959

P - 17.902

1071 S.



247131

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de STAMICARBON N.V., entidad holandesa, establecida en 2 van der Maesenstraat, Heerlen, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE PREPARAR UNA ALEACION DE NIQUEL Y ALUMINIO O DE COBALTO Y ALUMINIO".

5 El presente invento se refiere a un procedimiento de preparación de una aleación níquel-aluminio o cobalto-aluminio, a partir de catalizador de Raney. Por catalizadores de Raney se entienden aquí los catalizadores de níquel Raney y cobalto Raney en forma de polvo así como en trozos (los llamados catalizadores porosos).

10 Cuando se ha gastado uno de estos catalizadores, esto es, cuando se ha utilizado durante un periodo de tiempo tan largo que la disminución de su actividad hace inefectivo su empleo posterior o regeneración, por ejemplo por tratamiento con un



23 F

247131

álcali, es conveniente recuperar el níquel o cobalto contenido en él y convertirlo en una aleación níquel-aluminio o cobalto-aluminio, a partir de la cual puede prepararse de nuevo por un tratamiento con álcali un catalizador Raney activo. Hasta ahora se ha propuesto un procedimiento para efectuar esta recuperación oxidando el catalizador Raney gastado con aire para obtener el óxido correspondiente y convirtiendo el último mediante polvo de aluminio por el proceso termítico en una aleación de aluminio. Esta aleación puede utilizarse a continuación para preparar un catalizador Raney activo del modo indicado bien conocido.

Sin embargo, el tratamiento termítico del óxido resultante con polvo de aluminio no transcurre muy satisfactoriamente. En algunos casos, la reacción no se inicia, en otros la escoria de alúmina formada en el proceso de la termita es difícil de separar, en particular si se ha añadido a la mezcla níquel o cobalto metálico o una aleación de aluminio de estos metales. Es conveniente una adición de níquel o cobalto metálico de vez en cuando de modo que se obtenga una nueva cantidad de aleación superior a la de material añadido, que compensará las pérdidas de catalizador Raney que son inevitables en un proceso de hidrogenación en gran escala.

Por otra parte, se ha descubierto que el óxido de níquel u óxido de cobalto, que se han formado según se indicó, no pueden conseguirse en un estado en el que puedan tratarse con éxito en el proceso de la termita ni aunque se aplique un tratamiento de oxidación prolongado, por ejemplo, si el catalizador gastado se calienta en aire a 600°C durante 24 horas.

El presente invento da lugar a un procedimiento de realización de la oxidación de tal modo que el óxido resultante pueda someterse al tratamiento termítico con resultados satisfac-



247131

torios, incluso si se añaden a la mezcla níquel o cobalto metálicos.

5 De acuerdo con el presente invento, para la preparación de una aleación níquel-aluminio o cobalto-aluminio a partir de un catalizador Raney gastado por oxidación y reacción posterior del óxido respectivo con aluminio según el proceso termítico, la oxidación se lleva a cabo, por lo menos en parte, con nitrato, preferentemente en presencia de agua.

10 La presencia de agua es conveniente, porque facilita una mezcla adecuada del nitrato y del catalizador, que es de particular importancia si la reacción tiene lugar violentamente. El nitrato puede añadirse al catalizador en forma de solución acuosa. Como alternativa, o además de ello, el catalizador al que se añade el nitrato puede hallarse en forma de pasta o suspensión acuosa.

15 Si se añade una cantidad tal de nitrato que la oxidación prevista se efectúe completamente por el nitrato, la adición del nitrato y la calefacción posterior han de realizarse con gran precaución. Sin embargo, el procedimiento preferido consiste en oxidar el catalizador parcialmente por medio de un nitrato y en parte por la acción de un gas que contenga oxígeno.

20 Una de las maneras de realizar este proceso consiste en añadir una solución de un nitrato, con agitación, a una suspensión de catalizador Raney gastado, evaporar la masa a sequedad y calentar el polvo seco resultante en aire a 600°C durante algunas horas, de modo que todo el níquel o cobalto se convierta en el óxido correspondiente. Preferentemente, sin embargo, el catalizador se calienta con nitrato mientras se hace pasar a través de la masa un gas que contenga oxígeno. Como resultado

25

30 de este paso del gas que contenga oxígeno, por ejemplo aire, a

247131



través de la masa, se efectúa una oxidación, como consecuencia de la cual la temperatura asciende considerablemente. Es conveniente, mediante un control de la entrada de aire, asegurarse que la temperatura no ascienda por encima de 900°C, ya que de otro modo se corre el riesgo de que las partículas de catalizador se sintericen unas con otras. Después del enfriamiento, se obtiene un óxido que reacciona muy violentamente en el proceso termítico y que es de tal calidad que puede añadirse níquel o cobalto metálico a la mezcla de la termita sin inconveniente.

5

10 Una ventaja más del último procedimiento mencionado es que el calor necesario para llevar el níquel o cobalto a una temperatura a la cual la oxidación por medio del oxígeno molecular transcurre convenientemente, se produce por la propia reacción.

El nitrato empleado debe elegirse desde luego de modo que no queden metales indeseables en la aleación que se forma. Es posible, por ejemplo, emplear nitrato de aluminio o nitrato de níquel o cobalto, puede hacerse uso asimismo, por ejemplo, de nitrato de sodio, potasio o calcio.

15

Preferimos el empleo de nitrato amónico, ya que éste no deja metales extraños en la aleación a formar y puede obtenerse fácilmente a bajo costo y en grandes cantidades en forma pura.

20

La cantidad de nitrato amónico necesaria puede determinarse fácilmente mediante ensayos. Preferimos emplear más del 10% en peso con respecto al catalizador Raney gastado, aunque en algunos casos se ha encontrado que da buenos resultados un 5% en peso o menos. En general, una adición de más del 50% en peso no produce ninguna ventaja adicional. En algunos casos es conveniente lavar el catalizador con una solución de nitrato antes de oxidarlo. Después de este lavado se necesita menos

25

30



247131

nitrate para la oxidación mientras que por adición del nitrate se produce una reacción menos violenta.

El invento se aclarará más haciendo referencia a los siguientes ejemplos.

5 Ejemplo 1

300 kg. de una pasta de níquel Raney que contenía un 35% en peso de agua y que había sido utilizada para la hidrogenación de fenol, se mezcló cuidadosamente en un tanque abierto de acero con 45 kg. de nitrate amónico disueltos en 60 l de agua. La masa se evaporó a continuación a sequedad, durante cuya evaporación no se formó nada de NO ni NO₂. El polvo seco se calentó en aire a 600°C y se mantuvo a esta temperatura durante 4 horas.

15 El óxido de níquel resultante se enfrió y, a continuación, se trató por la termita mezclándolo con el 80% en peso del aluminio. Esta mezcla se inflamó por medio de un cebador. La reacción en la termita tiene lugar de forma excelente y asimismo después de añadir un 4% en peso de níquel metálico y un 4% más en peso de aluminio.

20 Ejemplo 2

30 kg. de una pasta de níquel Raney gastado que contenía un 35% en peso de agua, que se había utilizado para la hidrogenación de ϵ -aminocapronitrilo y se había lavado con una solución de nitrate amónico, se mezcló en un tanque de acero con 4,5 kg de nitrate amónico y se trató después según se describió en el ejemplo 1. El resultado del proceso de la termita es el mismo que se indicó en el ejemplo 1.

Ejemplo 3

30 Una solución de 4 kg de nitrate de níquel en 6 litros de agua se añadió con agitación, a 30 kg de una pasta de cataliza-



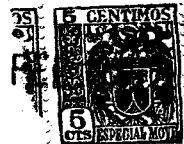
5 dor de níquel Raney gastado que contenía 35% de agua y se había
 utilizado para la hidrogenación de fenol. La masa se trató a
 continuación según se indicó en el ejemplo 1; el resultado del
 proceso de la termita es el mismo que se describió en el ejemplo
 1.

Ejemplo 4

10 A 15 kg de una pasta de catalizador de níquel Raney, que
 contenía el 35% en peso de agua, que se había utilizado para la
 hidrogenación de fenol y que estaba contenido en un tanque de
 acero, se le añadieron 3 kg. de nitrato amónico en 6 litros de
 agua; esta mezcla se evaporó a sequedad calentándola inicial-
 mente a unos 150°C, mientras se introducía aire en ella por un
 conducto de alimentación que se abría en el fondo del tanque,
 provisto de una cabeza de distribución. Una vez completa la eva-
15 poración, la temperatura asciende rápidamente y mediante un con-
 trol apropiado de la entrada de aire y una mezcla adecuada de
 la masa, la temperatura se mantiene a unos 800°C. Después de
 enfriamiento, se obtiene un óxido de níquel que se presta muy
 bien para ser tratado en el proceso de la termita. Incluso es
20 posible añadir grandes cantidades de níquel metálico y alumi-
 nio adicional (8 y 8% en peso, respectivamente).

Ejemplo 5

25 10 kg de una pasta de catalizador de níquel Raney que
 contenía un 35% en peso de agua y que había sido utilizado
 para la hidrogenación de ϵ -aminocapronitrilo, se trató, des-
 pués de haber sido lavado con una solución de nitrato amónico,
 según se describió en el ejemplo 4. El resultado del proceso
 de la termita es el mismo que se utilizó en el ejemplo 4. En
 ninguno de los experimentos citados en los ejemplos tiene lu-
30 gar formación de NO ni NO₂.



247131

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda el 14 de Febrero de 1958, bajo el Núm. 224.937, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10

1º. - Un procedimiento de preparar una aleación de níquel y aluminio o de cobalto y aluminio a partir de un catalizador Raney gastado, por oxidación y reacción posterior del óxido respectivo con aluminio de acuerdo con el proceso de la termita, en el que la oxidación se realiza por lo menos en parte con nitrato.

15

2º. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la oxidación se realiza en parte por medio de nitrato y en parte por medio de un gas que contenga oxígeno.

20

3º. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el gas que contiene oxígeno se hace pasar mientras se lleva a cabo la calefacción del catalizador con nitrato.

25

4º. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la cantidad de gas que contiene oxígeno que se hace pasar se ajusta de manera que la temperatura de la mezcla de reacción no ascienda por encima de 900°C.

5º. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que se emplea nitrato amónico.

23



247131

6º. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que se emplea un 10-50% en peso de nitrato amónico con respecto al catalizador Raney gastado.

5 7º. - Un procedimiento de preparar una aleación de níquel y aluminio o de cobalto y aluminio.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de ocho hojas escritas por una sola cara.

Madrid,

23 FEB 1959

P. A.

[Handwritten signature]
Director de Eléctrico
P. A.

DG/.