



P.- 57.963

OZ 73 074

429216
COLB

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

en ESPAÑA

Por VEINTE años

A nombre de DYNAMIT NOBEL AKTIENGESELLSCHAFT

entidad alemana

establecida en 521 Troisdorf, Bez. Köln,
República Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE HIDRUROS DE
METALES ALCALINOS NO INFLAMABLES ESPONTANEAMENTE".

(Clase Internacional C01d)

11-7-74

- 1 -

13 AGO. 1974



En la preparación de hidruros de metales alcalinos, en especial de hidruro de sodio, por reacción de metal alcalino fundido con hidrógeno, se trabaja por lo general en recipientes de reacción, en los que el material de reacción se mantiene continuamente en movimiento mediante rastrillos. Puesto que por lo general el hidruro de metal alcalino que se forma oculta metal alcalino aún no transformado, y lo sustrae de la reacción posterior con hidrógeno, por lo que la velocidad de reacción puede ser reducida tan fuertemente que ya no tenga lugar ninguna reacción adicional, y se pone en duda la realización económica del procedimiento, se propusieron ya la más diversas variantes del procedimiento, para soslayar estos inconvenientes. Así, por ejemplo, es conocido insuflar hidrógeno sobre la superficie de la masa fundida de metal alcalino y retirar el hidruro de metal alcalino formado, inmediatamente después de su formación, de la superficie de la masa fundida por medio de hidrógeno en exceso. A causa del exceso de hidrógeno necesario, que para su devolución al procedimiento tiene que ser liberado de polvo de hidruro y comprimido de nuevo, tampoco este procedimiento está libre de inconvenientes considerables.

Para acelerar la reacción entre los componentes de la misma, se han empleado ya también sustancias

13 33



5 extrañas, tales como fenol, ácidos grasos y sales de éstos, con las que se debía favorecer la humectación o activar la superficie. Sin embargo, estas sustancias extrañas tienen que ser eliminadas de los hidruros de metales alcalinos, a continuación, en una purificación adicional, que encarece el procedimiento.

10 Además se intentó dejar al descubierto constantemente, mediante desmenuzamiento mecánico continuo, la superficie del metal alcalino, para hacerla accesible para el hidrógeno, pero por otra parte esto conducía a que el hidruro de metal alcalino resultase en forma dividida de manera extraordinariamente fina; en esta forma era inflamable con especial facilidad y por ello sólo se podía manipular con grandes dificultades.

15 Finalmente, es conocido de la memoria de la patente alemana 490 077, emplear hidruros de metales alcalinos como agentes de dilución y de distribución en la reacción de un metal alcalino líquido, finamente dividido, con hidrógeno. Sin embargo, es común a todos estos procedimientos conocidos el hecho de que se obtiene un hidruro de metal alcalino de cristales comparativamente finos, que no fluye libremente, que se inflama muy fácilmente en el aire, de modo espontáneo incluso, por lo que son imprescindibles complicadas y costosas
20 medidas de seguridad para almacenar, transportar, trans-
25



ferir y descargar estos hidruros de metales alcalinos de cristales finos. Por consiguiente, por razones de seguridad, sólo era posible poner en el comercio los hidruros de metales alcalinos puros, capaces de reaccionar y de cristales finos, suspendidos en grandes cantidades de aceite. Por consiguiente, el empleo de hidruro de metal alcalino en una forma muy pura no era prácticamente posible; puesto que sólo por purificaciones muy costosas podía obtenerse un producto libre de aceite, que no fuese inflamable espontáneamente en aire.

No obstante, también es conocido un hidruro de sodio de cristales finos no inflamable espontáneamente, con tamaños de granos de 10 a 15 μ , que se obtiene añadiendo cantidades muy pequeñas de monóxido de carbono al hidrógeno, antes de la reacción con sodio. Sin embargo, este producto tiene igualmente inconvenientes inequívocos, puesto que su superficie específica es mayor por lo menos en una potencia de diez que la de los productos habituales. Además de ello, este hidruro de sodio es inactivo por pasivación superficial, que ha de ser atribuida a los formiatos, oxalatos, carbonatos y al carbono elemental formados, de forma indeseable, en la reacción entre monóxido de carbono e hidruro de sodio. Por consiguiente, el producto tampoco tiene nunca una pureza de 100%.

13 A



La presente invención se estableció la misión de preparar hidruros de metales alcalinos puros, capaces de fluir libremente, no inflamables espontáneamente en aire y no impurificados por sustancias extrañas que, o bien resultasen con una estructura cristalina tan gruesa que pudiera suprimirse cualquier estabilización con aceite, o que, en forma desmenuzada, sólo necesitaran para la estabilización cantidades de aceite tan pequeñas, que los hidruros de metales alcalinos estuvieran exentos de adhesividad y a pesar de ello fueran no inflamables espontáneamente, y que además las cantidades de aceite se pudieran eliminar fácilmente.

La solución de esta misión es un procedimiento para la preparación de hidruros de metales alcalinos no inflamables espontáneamente, por reacción de metales alcalinos líquidos con hidrógeno, en presencia de hidruro de metal alcalino previamente formado, caracterizado porque en el hidruro de metal alcalino previamente dispuesto mantenido en el recipiente de reacción, con una sobrepresión de hidrógeno ajustada a valor constante y en movimiento continuo con una velocidad periférica de los útiles de mezclado que se mueven por el borde de 0,5 a 2 m/s, se introduce continuamente por unidad de tiempo, a temperaturas en el intervalo entre 250° y 310°C, sólo suficiente metal alcalino líquido y sólo su-

13 A30-1974

ficiente hidrógeno para que tenga lugar una reacción estequiométrica, con formación de un hidruro de metal alcalino de grano grueso, no inflamable espontáneamente, con tamaños de grancs en el intervalo entre 100 y 5 1000 μ , que eventualmente, a continuación, es molido para obtener un hidruro de metal alcalino de grano fino, con una superficie específica comparativamente menor, en una mezcla consistente, por una parte, en hidrocarburos o mezclas de hidrocarburos inertes frente a hidruros de 10 metal alcalino, líquidos, con puntos de ebullición en el intervalo entre 220° y 400°C, y por otra parte, en hidrocarburos igualmente inertes frente a hidruros de metales alcalinos, con punto de ebullición en el inter- 15 valo entre 20° y 160°C, como disolvente, y por evaporación del hidrocarburo de punto de ebullición más bajo, hasta como máximo a 90°C, se recupera hidruro de metal alcalino estabilizado, exento de adhesividad e igualmente no inflamable espontáneamente.

Se comprobó que el procedimiento puede lle- 20 varse a cabo con especial éxito si el metal alcalino líquido y el hidrógeno se introducen continuamente en el hidruro de metal alcalino previamente dispuesto, a temperaturas en el intervalo entre 275 y 300°C. El metal alcalino líquido se incorpora dosificadamente de prefe- 25 rencia en el recipiente de reacción según el procedimien-

13 AGO. 1974



to que se describe en la DOS 1 944 601, y que consiste esencialmente en desplazar el metal fundido desde el depósito de dosificación hasta el recipiente de reacción mediante un medio de presión circulante que, por ejemplo, puede ser también hidrógeno. Es conveniente trabajar en el recipiente de reacción con una sobrepresión de hidrógeno en el intervalo entre 2 y 10 atmósferas manométricas, de preferencia entre 3 y 6 atmósferas manométricas.

Para la realización del procedimiento se pueden emplear los mezcladores de movimiento por el borde habituales, de marcha lenta, por ejemplo mecanismos agitadores de ancla y mezcladores con útiles de mezclado similares a reja de arado, esto es, mezcladores cuyos útiles de mezclado se mueven junto a las paredes del recipiente a pequeña distancia de ellas, de forma que se pueden ejercer sobre el material de reacción fuerzas de cizallamiento y de fricción, sin que se produzca simultáneamente un efecto de despedazamiento o desmenuzamiento. Esto se evita por el ajuste de la velocidad periférica del útil de mezclado en el intervalo antes mencionado, y que es esencial para la realización satisfactoria del procedimiento.

Sin pretender establecer ninguna teoría se supone que en las condiciones citadas del procedimiento tiene lugar una formación del grano de hidruro en forma

13 AS



de cáscara, depositándose el sodio introducido continuamente sobre el grano primario previamente dispuesto, con formación de una película de sodio que se hidrogena por completo, depositándose renovadamente después de ello
5 una película de sodio alrededor del grano, que se hidrogena a su vez, y así sucesivamente. Sin embargo, bajo la acción del útil de mezclado de movimiento por el borde se llega entonces al establecimiento de un equilibrio, sin que se forme un grano demasiado grueso, que tendría
10 una velocidad de reacción demasiado pequeña. Sin embargo, en cualquier caso, los cristales tienen que tener tiempo suficiente para la formación de las capas de sodio en forma de cáscaras y para la reacción a fondo con formación del hidruro, lo que el especialista en la materia
15 puede lograr sin dificultades por regulación adecuada de la velocidad de agitación y de la presión de hidrógeno, así como de la temperatura.

Para la realización del procedimiento según
20 la invención es conveniente llenar por lo menos 10% del volumen del recipiente de reacción con hidruro de metal alcalino previamente formado, antes de que se añadan dosificadamente el metal alcalino líquido y el hidrógeno. Ventajosamente se añade de antemano suficiente hidruro
25 de metal alcalino para que el recipiente se llene a

13 ABO 1974

aproximadamente una tercera parte.

5 Se comprobó además de ello que la concentración de metal alcalino en el hidruro de metal alcalino previamente dispuesto tiene asimismo según el invento una cierta importancia. Así, por ejemplo, en la preparación de hidruro de sodio, el contenido de sodio no reaccionado durante la reacción no debe sobrepasar de 3% en peso, de preferencia de 0,5 a 1% en peso.

10 Si el procedimiento se lleva a cabo en la forma mencionada, se obtiene en primer lugar un producto de grano grueso, con tamaños de granos en el intervalo entre 100 y 1000 μ , que puede ser cargado, almacenado y transportado sin medidas especiales de precaución, únicamente con una protección con N_2 , pero que
15 eventualmente ya no posee una velocidad de reacción plenamente suficiente para determinadas reacciones especiales, a causa de su granulometría gruesa. Para obtener entonces a partir de ello un hidruro de metal alcalino, que, por una parte, sea suficientemente capaz
20 de reaccionar, y que, sin embargo, por otra parte, posea la ventaja del material de grano grueso, de estar libre de adhesividad y de ser al mismo tiempo no inflamable espontáneamente, este hidruro de metal alcalino de estructura cristalina gruesa, según la invención,
25 se muele en una mezcla de hidrocarburos inertes hasta



el tamaño de granos deseado, de por ejemplo 15 μ , después de lo cual se evapora el hidrocarburo de punto de ebullición más bajo y se recupera el hidruro de metal alcalino estabilizado, de cristales finos. Al evaporar
5 el hidrocarburo de punto de ebullición más bajo hay que prestar atención a que no se sobrepase una temperatura de como máximo 90°C, lo que eventualmente se logra también por aplicación de vacío. Este hidruro de grano fino, de por ejemplo 15 μ de tamaño de granos, por consi-
10 guiente, con un tamaño de granos como el de los productos de cristales finos, obtenidos hasta ahora por procedimientos conocidos, pero que son inflamables espontáneamente y sólo estabilizables con grandes cantidades de aceite, tiene la gran ventaja de que no es poroso,
15 de que tiene una superficie específica más pequeña y por ello necesita para su estabilización cantidades de aceite sustancialmente menores que los hidruros preparados por procedimientos conocidos. Precisamente a causa de la gran superficie específica del hidruro de sodio poroso,
20 preparado directamente en forma de polvo fino, se necesitan grandes cantidades de aceite de parafina para preparar un polvo capaz de fluir y no inflamable espontáneamente. Así, con un tamaño de granos de aproximadamente 10 μ se necesitan, para 50 partes de hidruro de so-
25 dio, 50 partes de aceite de parafina. Por el contrario,



5 si se emplea el hidruro de sodio desmenuzado por mo-
lienda según la invención, de igual tamaño de granos,
se necesita esencialmente menos cantidad de aceite de
parafina, a saber, dependiendo precisamente del corres-
pondiente tamaño de granos, para obtener un producto
final de grano fino, exento de adhesividad y no infla-
mable espontáneamente en aire. Por consiguiente, el pro-
ducto según la invención contiene mucha menos carga
inerte que los productos según la situación actual de
10 la técnica.

Para la caracterización del producto de
cristales finos preparado según la invención, se pueden
establecer la superficie cristalina específica y la pro-
porción de aceite de parafina por 1 g de hidruro de
15 sodio, referidas al diámetro medio de los cristales, de
la forma siguiente.

20 a)
$$\frac{\text{Superficie de los cristales}}{\text{Diámetro de los cristales}} = \frac{4,600}{1} \left[\frac{\text{m}^2}{\mu} \right]$$

b)
$$\frac{\text{Cantidad de aceite de parafina}}{\text{Diámetro de los cristales}} = \frac{2,5}{1} \left[\frac{\text{g}}{\mu} \right]$$

25 Un polvo de hidruro de sodio según la in-

13 AGO.



vención, con un tamaño medio de granos de 10μ , tiene para a) un valor de $0,460 \text{ m}^2/\text{g}$ de NaH y para b) $0,25 \text{ g}$ de aceite de parafina/g de NaH. Un hidruro de sodio comparable, preparado directamente en forma de polvo fino según la situación actual de la técnica, con un tamaño de granos igualmente de 10μ , tiene una superficie específica de los cristales esencialmente mayor, y por consiguiente necesita b) $0,75 \text{ g}$ de aceite de parafina/g de NaH para la protección contra la inflamación espontánea por contacto con aire.

El procedimiento según la invención tiene el progreso técnico adicional de que del recipiente de reacción se puede sacar un hidruro de sodio de cristales gruesos, completamente no peligroso y que se puede suspender en una mezcla de aceite-bencina por fina molienda, mientras que un hidruro de cristales finos preparado por síntesis directa, a causa de los peligros durante el trasvase, habitualmente se suspende, a continuación de la reacción, en el reactor, en una mezcla de aceite-bencina, y de este modo el reactor se bloquea por completo intermitentemente.

Los hidruros de metales alcalinos, de cristales finos, producidos según la invención, se distinguen por una capa de protección extraordinariamente fina de hidrocarburos líquidos, que es suficiente para garan-

13 AGO



tizar una protección completamente eficaz frente al
aire y en la manipulación de los hidruros, por ejemplo,
en su empleo. Sorprendentemente, el hidruro recubierto
de esta forma está tan libre de adhesividad que prácti-
5 camente se presenta como un polvo capaz de ser bien ma-
nipulado a granel. Para su utilización en procesos quí-
micos, en los que la capa de protección pudiera pertur-
bar, ésta es muy fácil de eliminar, puesto que la para-
fina sobrenada en medios acuosos y se disuelve bien en
10 disolventes orgánicos. Por consiguiente, la capa protec-
tora estabilizadora, a causa de su cantidad extraordi-
nariamente pequeña, no representa ningún tipo de carga
inerte perturbadora.

En las fotografías, que son tomas microscó-
15 picas del hidruro de sodio de grano grueso, preparado
según la invención, con aumentos de 40 y de 160 veces,
se puede apreciar muy bien la constitución en forma de
cáscaras de la capa de hidruro.

Los siguientes Ejemplos explican el procedi-
20 miento según la invención.

Ejemplo 1

Un reactor resistente a la presión y calen-
table, de 500 litros de capacidad, dotado de agitador de
25 ancla, trituradores, bocas para la medición de la tempe-



13 AGO, 1974

ratura y para la alimentación, así como conducciones para la introducción y evacuación de gas, se carga con 150 kg de hidruro de sodio de cristales finos,, con un tamaño medio de granos de 50 μ , y se calienta a 300°C con una presión de hidrógeno de 3 atmósferas manométricas. Después, mediante un dispositivo dosificador calentado, se introduce continuamente en el reactor sodio líquido con una velocidad de 6,5 kg/hora. Para mantener la presión de hidrógeno de 3 atmósferas manométricas durante la reacción, hay que introducir por hora 3,2 Nm³ de hidrógeno (Nm³, metros cúbicos medidos en condiciones normales). Después de 20 horas se termina la adición de sodio líquido, después de lo cual el consumo de hidrógeno vuelve a cero en un intervalo de 10 minutos. Esta reacción ulterior de 10 minutos con un consumo de hidrógeno de aproximadamente 3 Nm³/h, corresponde a una cantidad de sodio no consumido por reacción de aproximadamente 1,5 kg, y a una concentración de sodio, referida a la cantidad total de hidruro, de aproximadamente 0,5 %.

El hidruro de sodio obtenido a partir de esta reacción, según la invención, con un tamaño de cristales en el intervalo entre 100 y 1000 μ , tiene un tamaño medio de cristales de 500 μ , es libremente fluyente y no es inflamable espontáneamente en aire.

13 AGO



Ejemplo 2

El recipiente de reacción del Ejemplo 1 se carga con 150 kg del hidruro de sodio en forma de polvo obtenido en el Ejemplo 1, de un tamaño medio de granos de 500 μ , después de lo cual el reactor se calienta con agitación a una temperatura de 290° a 300°C, y se introduce hidrógeno hasta que exista en el reactor una presión de hidrógeno de aproximadamente 3 atmósferas manométricas. Después se introduce de nuevo en el reactor, de forma continua y mediante un dispositivo dosificador calentado, sodio líquido con una velocidad de 6 kg/h. Para mantener la presión de hidrógeno en aproximadamente 3 atmósferas manométricas, hay que introducir por hora 2,9 Nm³ de hidrógeno. Después de 20 horas se interrumpe de nuevo la adición de sodio líquido, volviendo instantáneamente a cero el consumo de hidrógeno. Después del enfriamiento y de la reducción de la presión hasta la presión atmosférica, se retiran del recipiente de reacción 120 kg de hidruro de sodio, con un tamaño medio de granos de 500 μ .

Ejemplo 3

Se trabaja como en el Ejemplo 2, con la diferencia de que se introduce continuamente en el reactor sodio líquido con una velocidad de 2,5 kg/h. Para



mantener, en estas condiciones, la presión normal en el recipiente de reacción, hay que introducir 1,2 Nm³/h de hidrógeno. Después de la interrupción de la adición de sodio y de la vuelta a cero del consumo de hidrógeno, se puede también en este caso retirar del recipiente de reacción hidruro sódico que se acaba de formar.

Ejemplo 4

En lugar de hidruro de metal alcalino procedente de otra producción, se puede también formar directamente en el recipiente de reacción, al principio del procedimiento, el hidruro de metal alcalino a añadir previamente. Para ello se dispone en el recipiente de reacción una pequeña cantidad de metal alcalino líquido, que se dosifica de forma que sea justamente afectado por el agitador. Después de que el aire seco es desalojado por otro gas inerte, convenientemente por nitrógeno, se desaloja el nitrógeno a su vez por hidrógeno y el recipiente de reacción se calienta a una temperatura por encima del punto de fusión del metal alcalino. Después se alimenta, con agitación, hidrógeno en cantidad correspondiente al consumo durante la formación de hidruro, de forma que la presión de hidrógeno permanezca constante durante la reacción. Al principio la reacción transcurre bastante lentamente. Por la in-



5 introducción con agitación del hidruro formado en la su-
perficie del metal alcalino en el metal líquido, se
generan continuamente nuevas superficies de metal ca-
paces de reaccionar, hasta que, después de un estado
intermedio pastoso, se forma un estado final en forma
de polvo. Tan pronto como se alcanza este estado, aumen-
ta apreciablemente la absorción de hidrógeno. El hidru-
ro de sodio así preparado es un polvo de cristales fi-
nos, inflamable espontáneamente en aire, con un tamaño
10 medio de cristales de 50μ . Si se continúa trabajando
según el Ejemplo 1, se obtiene entonces, a partir de
este hidruro de sodio previamente dispuesto, un hidru-
ro de sodio de cristales gruesos con un tamaño de gra-
nos de aproximadamente 500μ , que es libremente fluyen-
15 te y que no es inflamable espontáneamente. Si en el re-
cipiente de reacción se encuentra hidruro de metal al-
calino ya previamente formado, es conveniente, al tér-
mino del procedimiento no retirar del recipiente de
reacción todo el hidruro de metal alcalino, sino dejar-
20 lo parcialmente allí, de forma que el procedimiento se-
gún la invención pueda ser entonces realizado tanto de
forma discontinua como también de forma continua.

Ejemplo 5 (ejemplo comparativo)

25 Este ejemplo ilustra el modo del procedi-

13 AGO 1974

miento de la situación actual de la técnica. 150 g del hidruro de sodio de cristales finos, empleado en el Ejemplo 1 como material de partida, se calienta a 300°C con una presión de hidrógeno de 3 atmósferas manométricas. Mediante un dispositivo dosificador calentado se introduce de nuevo en el reactor, de forma continua, sodio líquido con una velocidad de 24 kg/h. Para mantener la presión de hidrógeno durante la reacción han de añadirse por hora aproximadamente 11 Nm³ de hidrógeno. Después de 5 horas se regula la adición de sodio, después de lo cual el consumo de hidrógeno vuelve a cero tras de aproximadamente 1 hora. Medido en la reacción ulterior de 1 hora con una absorción de hidrógeno de aproximadamente 11 Nm³/hora, estaban aún sin reaccionar aproximadamente 24 kg de sodio, es decir, aproximadamente 9% de sodio referido a la cantidad total de hidruro.

El hidruro de sodio obtenido de esta reacción correspondía homogéneamente al producto empleado, es decir, era un polvo de cristales finos, inflamable espontáneamente en aire, con un tamaño medio de granos de 50 μ. Si se trabaja sin la dosificación en exceso antes mencionada, pero a temperaturas superiores a 310°C, trabajándose según el Ejemplo 2, pero a 340°C, en lugar de las temperaturas allí empleadas, se obtiene igualmente un polvo de cristales finos, inflamable espontánea-

mente en aire, con un tamaño medio de granos de 50 .

Ejemplo 6

5 Este ejemplo describe la preparación del hidruro de metal alcalino libre de adhesividad e igualmente no inflamable espontáneamente, pero de grano fino, según la invención, por molienda del hidruro de grano grueso.

10 En un molino rotatorio de bolas de 200 l de capacidad, que está equipado con bolas de 10 a 50 mm de diámetro, se cargan 40 kg de hidruro de sodio preparado según la invención con un tamaño medio de granos de 500 μ , 10 kg de aceite de parafina (p. de eb. 300 $^{\circ}$ -320 $^{\circ}$ C) y 30 kg de bencina (p. de eb. 60 $^{\circ}$ -70 $^{\circ}$ C), bajo una protección
15 con N₂. Después de un tiempo de funcionamiento del molino de 6 horas se transfiere la suspensión de hidruro de sodio-aceite-bencina a un secador de paletas que está unido con un condensador, un colector y una bomba de vacío.

20 La evaporación de la porción de bencina se realiza primero a presión normal hasta el calentamiento de la mezcla de hidruro de sodio-aceite a 60 hasta 70 $^{\circ}$ C. La bencina restante se separa por evaporación bajo presión reducida de aproximadamente 10 mm, hasta una temperatura
25 de como máximo 90 $^{\circ}$ C. De este modo se obtienen 50 kg de un

13 AGO 1974

polvo de hidruro de sodio libre de adhesividad, no inflamable espontáneamente, con un contenido de 80% de NaH y 20% de aceite de parafina y un tamaño medio de granos de 13 μ .

5 Finalmente hay que hacer observar además acerca de los ejemplos, que siempre, al principio, el aire en el recipiente de reacción era reemplazado por nitrógeno y este nitrógeno era cambiado después por hidrógeno. El hidruro de sodio formado en la reacción se
10 vació del recipiente de reacción, por ejemplo, a través de un tubo de inmersión mediante hidrógeno, como se describe en el modelo de utilidad alemán 71 127 53.

15 Esta solicitud que corresponde a la presentada en República Federal Alemana, el 14 de Agosto de 1973, bajo el N° P 23 40 997.4, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20

25



13 AGO 1974

REIVINDICACIONES

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

1ª.- Procedimiento para la preparación de hidruros de metales alcalinos no inflamables espontáneamente, por reacción de metales alcalinos líquidos con hidrógeno, en presencia de hidruro de metal alcalino previamente formado, caracterizado porque en el hidruro de metal alcalino previamente dispuesto en el recipiente de reacción, con una sobrepresión de hidrógeno constante regulada, y mantenido en movimiento constante, con una velocidad periférica del útil de mezclado de movimiento por el borde de 0,5 a 2 m/s, se introducen continuamente, por unidad de tiempo y a temperaturas en el intervalo entre 250° a 310°C, sólo suficiente metal alcalino líquido y sólo suficiente hidrógeno para que tenga lugar la reacción estequiométrica con formación de un hidruro de metal alcalino de grano grueso, no inflamable espontáneamente, con tamaños de granos en el intervalo entre 100 y 1.000 μ , que eventualmente se muele a continuación para formar un hidruro de metal alcalino de grano fino, con una superficie específica comparativamente menor, en

13 AGO 1974

una mezcla consistente, por una parte, en un hidrocarburo o una mezcla de hidrocarburos líquidos, inertes frente a hidruros de metales alcalinos, con puntos de ebullición en el intervalo entre 220° y 400°C, y por otra parte, hidrocarburos asimismo inertes frente a hidruros de metales alcalinos y con punto de ebullición en el intervalo entre 20° y 160°C, como disolvente, y, por evaporación del hidrocarburo de punto de ebullición más bajo hasta un máximo de 90°C, se recupera hidruro de metal alcalino estabilizado, libre de adherencia y asimismo no inflamable espontáneamente.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el metal alcalino líquido y el hidrógeno se introducen continuamente en el hidruro de metal alcalino previamente dispuesto, a temperaturas en el intervalo entre 275° y 300°C.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª o la reivindicación 2ª, caracterizado porque se trabaja con una sobrepresión de hidrógeno en el intervalo entre 2 y 10 atmósferas manométricas, de preferencia entre 3 y 6 atmósferas manométricas.

4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque en la preparación de hidruro de sodio, el contenido de sodio que no ha reaccionado no se deja subir durante la reacción a más de

Rey



13 AGO. 1974

3 % en peso, de preferencia a más de 0,5 a 1 % en peso.

5 5ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE HIDRUROS DE METALES ALCALINOS NO INFLAMABLES ESPONTANEAMENTE".

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

10 Esta Memoria consta de veintitres hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 13 AGO. 1974
P.A.

15

Alberto de Elizaburu
Por Poderes *Arta*

20

25

11-7-74
I F-T.

- 23 -

Res