



ESPAÑA

10 ES	11 NUMERO	12 A 1
	21	
	22 FECHA DE PRESENTACION	
	22-12-1976	

PATENTE DE INVENCION

P.- 64.718
M-9427-SP

30 PRIORIDADES:		
39 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
643.682	23-12-75	EE.UU.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C22B	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"UN METODO PARA PREPARAR UN MATERIAL QUE CONTIENE VANADIO Y NITROGENO"		
71 SOLICITANTE (S)		
UNION CARBIDE CORPORATION		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
270 Park Avenue, Nueva York, Nueva York, 10017, Estados Unidos de América		
72 INVENTOR (ES)		
Rodney Francis Merkert		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ		

1 El presente invento se dirige a un método para pro
ducir un material que contiene vanadio y nitrógeno en pro
porciones de aproximadamente V_2N y que contienen menos de
aproximadamente dos, (2) por ciento en peso en el aglomera-
5 do de carbono y oxígeno.

El vanadio es una adición importante a los aceros
y se ha empleado como una adición al acero fundido en for
ma de vanadio y carbono combinados, y también nitrógeno,
como se ha descrito en la patente de EE.UU. 3.334.992.

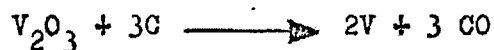
10 A veces es deseable añadir cantidades sustanciales
de nitrógeno al acero fundido, además de vanadio.

Por lo tanto un objeto del presente invento es pro
porcionar un método para preparar un material que contiene
grandes cantidades de vanadio y nitrógeno para emplear co
15 mo una adición a los aceros.

Otros objetos serán evidentes de la descripción y
reivindicaciones siguientes.

Un método de acuerdo con el presente invento com-
prende.

20 (i) proporcionar una mezcla de V_2O_3 y carbono en
proporciones sustancialmente estequiométricas de acuerdo
con la fórmula siguiente:



25 (ii) someter la mezcla en un horno a una tempera-
tura en el intervalo de aproximadamente 1100°C a 1500°C a
una presión reducida en el intervalo de aproximadamente
5 mm a 100 micras para hacer que se produzca la reacción
entre los constituyentes de la mezcla y el desprendimiento
de CO y mantener la temperatura y presión en dichos inter
30

1 valos hasta que ya no se desprenda esencialmente CO de la mezcla.

5 (iii) mantener la temperatura en el horno en el intervalo de aproximadamente 1100°C a 1500°C e introducir nitrógeno gaseoso en el horno proporcionando una atmósfera de nitrógeno en el horno.

10 (iv) repetir después, en serie, la etapa (ii), la etapa (iii) y la etapa (ii) hasta que el contenido de nitrógeno de la mezcla esté en el intervalo de aproximadamente 10 a 12% en peso.

La mezcla se enfría luego, por ejemplo hasta por debajo de aproximadamente 200°C, en una atmósfera no oxidante y no nitrurante, por ejemplo gas inerte, a vacío, para impedir la reoxidación.

15 En la práctica del presente invento se mezclan V_2O_3 y carbono en proporción de acuerdo con la ecuación siguiente:



20 La relación en peso de V_2O_3 a carbono es por lo tanto aproximadamente 4,2. A continuación se da la mezcla adecuadamente forma de briquetas o se conforma de otra manera empleando agua y un aglutinante convencional y se seca. La mezcla seca se carga al hogar de un horno a vacío convencional y se calienta a una temperatura entre el intervalo de aproximadamente 1100°C a 1500°C, mientras se aplica un vacío al horno para establecer una presión reducida en el intervalo de 5 mm a 100 micras en el horno. Los constituyentes de la mezcla reaccionarán parcialmente desprendiendo CO que tiende a aumentar la presión en el horno

30 y se retira del horno, pero la reacción $V_2O_3 + 3C \longrightarrow 2V + 3CO$

1 no proseguirá hasta completarse en las condiciones de tem-
peratura y presión antes mencionadas. Cuando el desprendi-
miento de CO cesa esencialmente como puede detectarse por
la estabilización de la presión en el horno en el intervalo
5 de 100 a 300 micras; o alternativamente por análisis del gas
de salida del horno, se introduce nitrógeno en el horno,
mientras se mantiene la temperatura en el horno en el inter-
valo de 1100°C a 1500°C, proporcionando un medio de nitróge-
no en el horno, preferiblemente a aproximadamente presión
10 atmosférica (es decir $\pm 760 \pm 50$ mm de Hg) y el nitrógeno
reacciona con el constituyente de vanadio en la mezcla que
ha reaccionado parcialmente proporcionando desde aproxima-
damente 5 a 8% en peso de nitrógeno en la mezcla. Son ade-
cuadas presiones de nitrógeno de al menos 0,25 atmósferas.
15 El horno, a una temperatura de 1100°C a 1500°C, se pone de
nuevo a vacío proporcionando una presión de aproximadamente
5 mm a 100 micras y se desprende CO adicional y algo de ni-
trógeno y cuando cesa esencialmente el desprendimiento de
CO, se introduce de nuevo nitrógeno en el horno proporcio-
20 nando una atmósfera de nitrógeno como antes, y el nitrógeno
reacciona además con los constituyentes de vanadio en la
mezcla proporcionando un aumento adicional de aproximadamen-
te 1 al 3% en peso de nitrógeno. Repitiendo en serie las eta-
pas de vacío, nitruración y vacío, el contenido de nitróge-
25 no en la mezcla aumentará eventualmente hasta aproximadamen-
te 10 al 12% en peso y el material resultante se combinará
sustancialmente con vanadio y nitrógeno, V_2N , y al enfriar
en un medio no oxidante contendrá menos de aproximadamente
2% en peso en el aglomerado de carbono y oxígeno. Dicho ma-
30 terial es fácilmente soluble en acero fundido proporcionando

1 adiciones de vanadio y nitrógeno al acero. El número de ve
ces que se requiere repetir el tratamiento de vacío-nitró-
geno-vacío variará dependiendo de las temperaturas y presio
5 nes empleadas y en algún grado de las cantidades que han de
tratarse y del equipo empleado. En general, cuanto mayor
son las temperaturas y menor las presiones empleadas, me-
nor será el número de ciclos repetidos que se requieren.
Al menos se requieren dos ciclos y generalmente serán sufi
cientes aproximadamente cinco ciclos. Se requiere que la eta
10 pa del último ciclo sea la etapa de vacío; de otro modo se
formaría VN en lugar de V₂N.

El ejemplo siguiente ilustrará además el presente
invento.

Ejemplo

15 Se preparó una mezcla mezclando V₂O₃ de un tamaño
de 325 mallas y más fino, y carbono en forma de negro de
humo (sub-tamiz Fisher de 5 micras) en proporciones de tres
moles de carbono por mol de V₂O₃. La relación en peso de
la mezcla era de 45 kg de V₂O₃ a 11 kg de carbono. A la
20 mezcla se dió forma de briquetas en tamaños de 44,5 mm x
32 mm x 25 mm.

45 kg de las briquetas se colocaron en un horno a
vacío calentado por resistencia, de grafito y revestido con
material refractario en un hogar con una sección total de
25 aproximadamente 3 metros x 1,7 metros cubriendo aproxima
mente 1/6 de la superficie de la superficie total del ho
gar. El horno y la carga se calentaron a 1000°C mientras
la presión en el horno se redujo en el intervalo de 4600
micras a 1500 micras aplicando continuamente un vacío por
30 medio de bombas mecánicas Kinney. Estas condiciones se man

1 tuvieron durante cuatro horas. La temperatura se aumentó
 subsiguientemente hasta 1400°C y se mantuvo durante siete
 horas mientras que la presión en el horno se mantuvo en el
 intervalo de 5000 micras a 250 micras. Al final de las siete
 5 te horas cesó esencialmente el desprendimiento de CO según
 se determinó por la observación de que la presión en el horno
 no se estabilizó, es decir permaneció sustancialmente constante
 en el intervalo de 100 a 300 micras. Se introdujo a
 continuación nitrógeno en el horno y se mantuvo a una presión
 10 sión de 102 mm de H₂O durante 1 hora a 1400°C, El procedimiento
 anterior se repitió de acuerdo con el programa siguiente:

<u>Temperatura</u>	<u>Tiempo</u>	<u>Presión</u>
1400°C	6 horas	1500 micras a 225 micras.
1400°C	1 hora	102 mm de H ₂ O, nitrógeno.
1400°C	6 horas	1700 micras a 225 micras.
1400°C	1 hora	102 mm de H ₂ O, nitrógeno.
1400°C	6 horas	1500 micras a 225 micras.
1400°C	1 hora	102 mm de H ₂ O, nitrógeno.
1400°C	9 horas	1450 micras a 125 micras.
enfriamiento a la temperatura ambiente		argón, presión atmosférica

El material calcinado resultante tenía el análisis medio siguiente

N	10,9% en peso
C	0,95% " "
O	0,64% " "
V	resto

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.- Un método para preparar un material que contiene vanadio y nitrógeno que comprende: (i) proporcionar una mezcla de V_2O_3 y carbono en proporciones sustancialmente estequiométricas de acuerdo con la fórmula siguiente:



(ii) someter la mezcla en un horno a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 1100°C a 1500°C a una presión reducida en el intervalo de aproximadamente 5 mm a 100 micras para hacer que se produzca la reacción entre los constituyentes de la mezcla y el desprendimiento de CO y mantener la temperatura y presión en dichos intervalos hasta que sustancialmente ya no se desprenda CO de la mezcla, (iii) mantener la temperatura en el horno en el intervalo de aproximadamente 1100°C a 1500°C e introducir nitrógeno gaseoso en el horno para proporcionar una atmósfera de nitrógeno en el horno, (iv) repetir, en serie, la etapa (ii), etapa (iii) y etapa (ii) hasta que el contenido de nitrógeno de la mezcla esté en el intervalo de aproximadamente 10 a 12% en peso, (v) enfriar la mezcla en un medio no oxidante.

2ª.- Un método para preparar un material que contiene vanadio y nitrógeno.

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

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

Madrid, 15.ENE.1977

P.A.

5
Alberto de Elizaburu


10

15

20

25

CR.

30