



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 277 545**

⑫ Número de solicitud: 200502841

⑮ Int. Cl.:
B01J 37/00 (2006.01)

⑫

SOLICITUD DE PATENTE

A1

⑫ Fecha de presentación: **18.11.2005**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **01.07.2007**

⑭ Fecha de publicación del folleto de la solicitud:
01.07.2007

⑰ Solicitante/s:
**Consejo Superior de Investigaciones Científicas
c/ Serrano, 117
28006 Madrid, ES**

⑱ Inventor/es: **Blanco Álvarez, Jesús;
Ávila García, Pedro;
Chacón Larios, Carlos y
Ramos Jiménez, Juan Miguel**

⑲ Agente: **No consta**

⑳ Título: **Procedimiento simplificado para la preparación de catalizadores de metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos.**

㉑ Resumen:

Procedimiento simplificado para la preparación de catalizadores de metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos.

Se describe un procedimiento para la preparación de catalizadores de metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos, que simplifica muy significativamente las etapas necesarias para la preparación de estos materiales según las técnicas actuales. En este nuevo procedimiento los catalizadores se preparan conformando una pasta obtenida amasando en medio acuoso una mezcla de polvos del soporte y del carbón activado previamente impregnado con los precursores de la fase activa. Una vez conformado el material en la forma deseada, éste se somete a tratamiento térmico para eliminar el carbón activado por combustión y así producir el depósito de las fases catalíticamente activas sobre el soporte. La utilización de carbón activado como medio de impregnación permite obtener una mejor dispersión de la fase activa, sirviendo así mismo como reductor para la obtención directa de especies metálicas. Estos catalizadores, estructurados en forma de panal de abeja, están especialmente indicados para el tratamiento de grandes caudales de fluidos, que eventualmente puedan contener partículas en suspensión.

ES 2 277 545 A1

DESCRIPCIÓN

Procedimiento simplificado para la preparación de catalizadores de metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos.

Sector de la técnica

Esta patente está enmarcada en el sector químico, con aplicación como catalizadores para la producción de insumos y en procesos relacionados con la protección ambiental.

Estado de la técnica

La actividad de los catalizadores soportados con aplicación industrial está directamente relacionada con las propiedades de partículas altamente dispersas de metales o de óxidos metálicos anclados en la superficie de materiales porosos. Para la preparación de estos catalizadores, los métodos utilizados habitualmente son relativamente complejos y costosos con un importante número de etapas.

Para la preparación del soporte de elevada área superficial suele ser necesario realizar las siguientes operaciones: a) Mezclado en seco de las materias primas, para lo cual se toman partículas sólidas del material que se usará como soporte o su precursor y los aditivos que se usarán como agentes aglomerantes, lubricantes o generadores de poros. b) Mezclado húmedo y amasado para su conformación; eventualmente puede omitirse en el caso de que ésta se lleve a cabo por pastillación. c) Compactación, que generalmente se realiza por extrusión o pastillación, para lo cual debe ser comprimido para darle la forma deseada. d) Los materiales conformados, deben ser secados con el fin de eliminar el disolvente; etapa que debe hacerse de manera controlada evitando la formación de fisuras, dado que una salida excesivamente rápida del disolvente puede provocar un debilitamiento de la estructura del sólido [P. Avila, M. Montes and E. Miró "Monolithic reactors for environmental applications. A review on preparation technologies". Chem. Eng. Journal, Chemical Engineering Journal 109 (2005) 11-36]. e) Dependiendo de los precursores y los aditivos utilizados es necesario realizar un tratamiento térmico controlado de manera que se produzcan las transformaciones necesarias para obtener los soportes en la fase deseada; por ejemplo transformar bohemita en γ - Al_2O_3 (J. Blanco, P. Avila, M. Yates y A. Bahamonde "Characterization of alumina: sepiolite monoliths for use as industrial catalyst support" Journal of Material Science 29, (1994) 5927-5933), o bien TiO_2 (anatasa) en (rutilo) [C. Knapp, F. J. Gil-Llambías, M. Gulppi-Cabra, P. Avila and J. Blanco, "Phase distribution in titania-sepiolite catalysts support prepared by different methods" Journal of Materials Chemistry 7(8) 1641-1645 (1997), etc.. Esta etapa es también decisiva para la estabilización del sólido de manera que éste se pueda sumergir en una disolución sin que se produzca la disgregación del soporte y finalmente para descomponer los aditivos temporales incluidos como Agentes Generadores de Poros, AGP, para dar lugar a una estructura porosa optimizada. Entre estos, cabe destacar la utilización de carbón activado [J. Blanco, P. Avila, L. Marzo, S. Suarez and C. Knapp "Low Temperature Monolithic Catalysts for Tail Gas Treatment in Nitric Acid Plants" Studies in Surface and Catalysis 130 (B) (2000) 1391-1396].

La incorporación de las fases activas a la superficie del soporte suele realizarse por impregnación [X. Xu and J. A. Moulijn "Transformation of a Structured Carrier into Structured Catalyst" in "Structured Catalysts and Reactors", Edtrs. A. Cybulski & J. A. Moulin Ed. Marcel Dekker, Inc. N.Y. (1998) 599]. Partiendo de una disolución de los precursores de las fases activas, se sumerge en ella el sólido de manera que los iones de los elementos impregnantes puedan alcanzar los puntos de anclaje del soporte y así tratar de conseguir la mayor dispersión posible de los elementos que se desea depositar. S. Y. Lee and R. Aris ["The Distribution of Active Ingredients in Supported Catalysts Prepared by Impregnation" Catal. Rev. Sci. Eng 27, 2 (1985) 207] y M. Komiyama, ["Design and Preparation of Impregnated Catalysts" Catal. Rev. -Sci. Eng 27, 2 (1985) 341], establecieron las bases para el proceso de estandarización de la impregnación para la deposición de fases activas en sólidos porosos con el fin de obtener los perfiles de concentración deseados. C. Perego and P. Villa, en su revisión sobre los métodos de preparación de catalizadores ["Catalyst preparation methods" Catalysis Today 34 (1997) 281] han recogido estos principios mostrando cómo en los procesos de impregnación juegan un papel muy importante el punto isoeléctrico, IEP, del soporte junto con el pH de la disolución y la naturaleza y concentración de las especies iónicas del precursor. La consideración de estos principios permite explicar la gran dificultad encontrada para llevar a cabo la impregnación de determinadas fases activas sobre algunos soportes. Tal es el caso de la impregnación de sepiolita con Pt, tomando como precursor ácido cloroplatinico, en el que los iones cloroplatinato presentes en la disolución se ven fuertemente repelidos por las partículas de sepiolita, que a $\text{pH} > \text{PIE}$ (2,1) se encuentra cargada negativamente.

Una vez preparado el soporte con las fases activas incorporadas, la obtención del catalizador propiamente dicho, se consigue tras una serie de tratamientos térmicos. a) Secado cuyo objetivo es eliminar el disolvente; durante este proceso las sales disueltas pueden ser transportadas desde el interior de los poros hasta la boca de los mismos dando lugar a aglomeraciones de partículas y en definitiva a una pobre dispersión de la fase activa. b) Calcinación. Esta operación es decisiva dado que en ella se produce la transformación de los precursores en las fases activas del catalizador. Suele llevar consigo reacciones de descomposición de sales, con el consiguiente desprendimiento de gases (NO_x , SO_x , CO_2 , etc..), dependiendo de la naturaleza de los precursores. Estas transformaciones se realizan a elevadas temperaturas (400-600°C), en atmósfera oxidante para obtener los óxidos soportados y en atmósfera reductora en el caso de metales soportados. Para llevar a cabo este tratamiento no solo es necesario disponer de instalaciones antideflagrantes sino que debe controlarse severamente las condiciones de operación para evitar que se produzcan procesos de sinterización,

aglomeración o encapsulación con la consiguiente pérdida de actividad o selectividad [D. Sanfilipo. "The catalytic process from the laboratory to the industrial plant" Catalysis Today 34, (1997) 1-547].

Descripción de la invención

La preparación de catalizadores soportados es un proceso extraordinariamente laborioso que comprende múltiples pasos, siendo las etapas de secado y tratamiento térmico final especialmente delicadas pues pueden dar lugar a procesos de aglomeración o sinterización de las fases activas de difícil control, que producen en bajos valores de la deseada dispersión con la consiguiente pérdida de rendimiento catalítico. Otro inconveniente de la técnica actual es la incompatibilidad electrónica que puede aparecer entre los precursores de las fases activas y el soporte o sus precursores que imposibilita la efectiva preparación del correspondiente catalizador.

En esta invención se establece una nueva estrategia para preparar metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos que mejora significativamente la técnica anterior por su gran simplicidad, bajo coste y por las excelentes prestaciones que ofrecen los catalizadores así obtenidos. En este nuevo procedimiento, los catalizadores se preparan conformando una pasta obtenida amasando en medio acuoso polvos de los soportes o de sus precursores con carbón activado previamente impregnado con los precursores de la fase activa. Una vez obtenido el material conformado en la forma deseada (extruidos, esferas, cilindros, estructuras de panal de abeja, etc.) se procede a su secado y se trata en aire a temperatura controlada para eliminar el carbón activo que contiene por combustión total del mismo.

Este nuevo procedimiento presenta frente a la técnica anterior, entre otras ventajas, la eliminación de diversas etapas de fabricación tales como conformado previo del soporte que normalmente incluye secado y tratamiento térmico, la impregnación del mismo, el secado del soporte y el posible tratamiento térmico en atmósfera reductora. Además permite la preparación de catalizadores utilizando compuestos electrónicamente incompatibles.

El uso del carbón impregnado con los precursores de la fase activa, en lugar de la disolución acuosa de los mismos utilizada en la técnica actual, evita que, durante la etapa de secado, los precursores de dichas fases activas se muevan sirviéndose del vapor/agua como vehículo hasta la boca de los poros del soporte y en general hasta la superficie externa del sólido, con la consiguiente formación de aglomerados, pérdida de dispersión y disminución de su actividad. En este nuevo procedimiento, se evita dicha movilidad y se puede conseguir dispersiones extraordinariamente altas. Asimismo, la eliminación del carbón activado por combustión genera gases en el interior del material conformado dando lugar a un gran desarrollo de su macroporosidad que se traduce en un mejor comportamiento frente a los fenómenos de difusión externa, que tienen lugar en un proceso catalítico.

Es asimismo importante señalar que en el caso de la preparación de metales nobles soportados según este nuevo procedimiento, el carbón activado disperso en toda la masa del material sirve como elemento reductor de los cationes metálicos bien directamente o por acción del monóxido de carbono formado en los puntos de combustión con bajo suministro de oxígeno, obviando así la complejidad del tratamiento reductor a temperaturas superiores a los 300°C, frecuentemente alrededor de 500°C en sistemas necesariamente antideflagrantes.

La utilización del carbón activado previamente impregnado presenta como ventaja adicional frente a la técnica anterior, la eliminación de las incompatibilidades que existen entre determinadas soluciones acuosas tales como los cloruros de los metales nobles y ciertos soportes tales como sepiolita y sílice.

Se trata, por tanto, de un procedimiento que puede utilizarse de forma general que une la simplicidad de la manufactura con las extraordinarias propiedades de los catalizadores preparados.

El objeto de esta invención consiste en un procedimiento simplificado para la preparación de catalizadores de metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos, según el cual se conforma una pasta obtenida amasando en medio acuoso una mezcla de polvos del soporte y del carbón activado previamente impregnado con los precursores de la fase activa, caracterizado porque una vez conformado el material, éste se somete a tratamiento térmico para eliminar el carbón activado por combustión y así producir el depósito de las fases catalíticamente activas sobre el soporte.

En este nuevo procedimiento la relación carbón activado/soporte es preferiblemente igual o inferior a 1; el referido soporte es preferiblemente α -sepiolita dióxido de titanio, alúmina o mezclas de estos materiales.

El procedimiento objeto de esta invención consta de las siguientes etapas. a) Impregnación del carbón activado en polvo con la disolución acuosa de los precursores de las fases catalíticamente activas. b) Mezclar homogéneamente el polvo de carbón preparado en el paso anterior con el del soporte o sus precursores. c) Amasar enérgicamente la mezcla obtenida en el paso anterior hasta obtener una pasta homogénea con propiedades reológicas adecuadas para su extrusión o pastillado. d) Conformar dicha pasta en forma de extruidos, cilindros, esferas o estructuras de panal de abeja. e) Secar las piezas conformadas a temperatura ambiente al menos durante 2 horas y entre 80 y 120°C durante al menos 2 horas y seguidamente tratarlas a temperaturas entre 400 y 850°C en aire con eliminación total del carbón activado.

La sepiolita natural utilizada en esta invención es α -sepiolita de forma compacta muy abundante en España, cuya morfología fibrosa y peculiar estructura está descrita con detalle en la revisión publicada por Alvarez, A., Palygorskite-

ES 2 277 545 A1

Sepiolite Ocurrentes, Genesis and Uses. Section VI, pp 253-286. Ed. by Singer and Galan. Elsevier. 1984; la a-sepiolita utilizada cuando se trata a 500°C durante 4 horas en aire presenta una superficie específica de 130 m² g⁻¹, un volumen total de poros de 0,53 cm³ g⁻¹ y un tamaño de partícula de 90% < 0,3 µm.

5 Con el nuevo procedimiento se puede preparar cualquier metal u óxido metálico soportado. Asimismo pueden utilizarse carbones activados de distinta procedencia y características con tamaños de partículas 2-20 µm sin que por ello se altere significativamente el procedimiento señalado.

10 En cuanto a la cantidad de carbón activado a utilizar en este procedimiento, se ha indicado que preferentemente guardará una relación 1:1 en peso con respecto al peso del soporte final. Relaciones superiores al 1:1 citado dan lugar a pastas difícilmente extruibles y cuerpos con resistencia mecánica no adecuadas para su implementación industrial, y relaciones inferiores a materiales con menor desarrollo de porosidad pero con mejores propiedades mecánicas que en determinados casos pueden ser de gran interés.

15 El nuevo procedimiento descrito permite obtener materiales con diferente forma física, si bien, la de panal de abeja está especialmente indicada para el tratamiento de fluidos donde los grandes volúmenes a tratar y las partículas que contienen en suspensión hacen necesario la utilización de catalizadores conformados con dichas estructuras de canales paralelos.

20 Los materiales obtenidos con este procedimiento son catalizadores de altas prestaciones para su utilización industrial en sistemas de reacciones heterogéneas, de forma que instaladas en el interior de un reactor transforman a productos deseables los gases que se hacen pasar a través en condiciones fluodinámicas, de presión y temperatura adecuadas.

25 Ejemplo de realización de la invención

La presente invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos, los cuales no pretenden ser limitativos de su alcance.

30 Ejemplo 1

Se impregna 10 kg de carbón activado en polvo previamente secado a 110°C durante 12 horas con 3200 cm³ de una disolución acuosa que contiene 48,8 g de ácido cloroplátnico de 400 milésimas. A continuación el carbón activo impregnado se mezcla con 10 kg de sepiolita en polvo previamente secada a 110°C durante 12 horas. Una vez conseguida una mezcla homogénea ésta se amasa con adición de agua en una amasadora de doble hélice. La pasta obtenida se configura en forma de panal de abeja con la ayuda de una extrusora. El material es conformado en cuerpos de forma paralelepípeda con dimensiones externas de 50x50x500 mm con canales paralelos cuadrados de 2,5x2,5 mm a lo largo del eje longitudinal y espesor de pared de 0,74 mm, superficie geométrica de 944 m² m⁻³ y una densidad de celdas de 9,3 celdas cm⁻². Estas piezas conformadas de panal de abeja se secan a temperatura ambiente durante 48 horas y a 110°C durante 12 horas. Posteriormente se someten a un tratamiento térmico en atmósfera de aire subiendo la temperatura a 5°C/min hasta los 500°C donde permanecen durante 4 horas.

45 En este ejemplo se ha usado un carbón activado obtenido de carbón bituminoso con una superficie específica de 1093 m² g⁻¹, volumen de poros de diámetro inferior a 50 nm de 0,64 cm³ g⁻¹, tamaño de partícula 90% < 12 µm y 10% en peso de ceniza. El catalizador se ha preparado con una relación ponderal de carbón activado/a-sepiolita de 1:1.

El catalizador obtenido contiene un 0,2% en peso de platino depositado sobre α-sepiolita, presenta una superficie específica de 98 m² g⁻¹ y un volumen de poro total de 1,8 cm³ g⁻¹.

50 Operando con este catalizador para la eliminación de 250 ppm de tolueno en aire a una velocidad espacial de 16.000 h⁻¹ (CN), presión total de 120 kPa, se obtiene una conversión próxima al 100% a la temperatura de 210°C.

55 Cuando siguiendo los pasos señalados en el ejemplo 1, el catalizador se prepara con menor contenido en carbón, esto es con relaciones carbón activado/a-sepiolita = 1:3 ó 1:9 en peso, se obtienen materiales con una superficie específica de 124 y de 135 m² g⁻¹ y un volumen total de poros de 1,3 y 0,7 cm³ g⁻¹ respectivamente, que dan lugar a prestaciones catalíticas inferiores a las que corresponden al catalizador preparado según el ejemplo 1, con la relación 1:1 en peso.

Ejemplo 2

60 Se pesan 25,1 g de cloruro de rodio con riqueza del 42,33% en peso de metal y se disuelven en 1,5 kg de agua. Esta disolución se adiciona lentamente en la amasadora sobre 3,55 kg de carbón activado y se deja reposar durante la noche. En una mezcladora de polvos se mezclan 2,66 kg de α-sepiolita secada previamente a 120°C durante 12 horas y 2,66 kg de dióxido de titanio. Una vez conseguida una mezcla de polvos homogénea esta se adiciona al carbón activado que contiene la fase activa. A continuación se adiciona agua amasando hasta obtener una pasta con características adecuadas para su extrusión. Dicha pasta se configura en forma de panal de abeja con la ayuda de una extrusora. El material es conformado en cuerpos de forma paralelepípeda con dimensiones externas de 50x50x500 mm con canales paralelos cuadrados de 2,5x2,5 mm a lo largo del eje longitudinal y espesor de pared de 0,85 mm. Estas

ES 2 277 545 A1

piezas conformadas de panal abeja se secan a temperatura ambiente durante 72 horas y a 110°C durante 12 horas. Posteriormente se someten a un tratamiento térmico en atmósfera de aire subiendo la temperatura a 5°C por minuto hasta 500°C donde permanecen durante 4 horas.

5 El carbón activado utilizado es el indicado en el ejemplo 1. La relación carbón activado/soporte es de 1:1,5 en peso.

El dióxido de titanio utilizado presenta una superficie específica de $75 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$, un volumen total de $0,49 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ y partículas con tamaño de 0,05-0,1 nm de diámetro medio que forman aglomerados de 0,3 a 1 nm sin pérdida de su morfología.

10 El catalizador obtenido en forma de panal de abeja contiene un 0.2% en peso de rodio depositado sobre α -sepiolita/dióxido de titanio con relación 1:1 en peso y presenta una superficie específica de $103 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ y un volumen total de poros de $1,3 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$.

15 Este catalizador se ha ensayado en un reactor tubular de acero inoxidable que opera con perfil cercano al isoterma y en régimen próximo al flujo de pistón, donde se ha llevado a cabo un ensayo de descomposición de trazas de amoníaco a una temperatura de 600°C, presión de 120 kPa, velocidad espacial de 9000 h^{-1} (C.N.) alimentando 600 ppm de amoníaco en nitrógeno, para obtener conversiones superiores al 97%.

20 En este mismo sistema de reacción se ha ensayado la descomposición de trazas de óxido nitroso, alimentando 600 ppm de N_2O en nitrógeno con una velocidad espacial de 10.000 h^{-1} (C.N.) y una presión de 120 kPa. La conversión obtenida fue superior al 95% para una temperatura de 450°C.

Ejemplo 3

25 Se impregna 2000 g de polvo de carbón activado previamente secado a 120°C durante 12 horas con 1500 cm^3 de una disolución que contiene 1140,6 g de nitrato de cobre trihidratado, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3 \text{ H}_2\text{O}$ y 148,6 de nitrato de níquel hexa hidratado, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ (Panreac, pureza $\geq 99,9\%$ en peso) y se deja secar 12 horas a temperatura ambiente. Seguidamente este polvo se mezcla homogéneamente con 4.700 g de bohemita y 2.000 g de α -sepiolita previamente
30 secada a 110°C durante 12 horas. A continuación se prepara la pasta amasando dicha mezcla con agua desionizada en una amasadora de doble hélice. Las etapas de extrusión, secado de los bloques de panal de abeja y tratamiento térmico posterior son semejantes a las descritas en el ejemplo primero.

35 La bohemita utilizada contiene un 15% en peso de agua estructural; cuando se trata a 500°C durante 4 horas en aire se obtiene una γ -alúmina que presenta una superficie específica de $156 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ y un tamaño de partícula 90% $< 90 \mu\text{m}$.

40 En este ejemplo se ha utilizado un carbón activado obtenido de madera con una superficie específica de $1270 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$, un volumen total de poros de diámetros entre 0 y 50 nm de $0,66 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ y un tamaño de partícula $90 < 3,7 \mu\text{m}$. La cantidad utilizada con respecto al soporte final es de carbón activado/soporte igual a 1:3 en peso.

45 El catalizador obtenido está compuesto por 6,26% en peso de óxido de cobre y un 0,64% en peso de óxido de níquel soportado sobre alúmina/ α -sepiolita con una relación 2:1 en peso; presenta una superficie específica de $150 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ con un volumen total de poros de $0,86 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$.

Este catalizador utilizado en la reducción selectiva de NO_x con amoníaco, a una velocidad espacial de 9.300 h^{-1} (C.N.), presión total de 120 kPa y temperatura de 300°C reduce el 95% del NO alimentado a nitrógeno y agua. La composición de la alimentación fue de 1000 ppm de NO, 1000 ppm de NH_3 , 3% mol de O_2 y resto N_2 .

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento simplificado para la preparación de catalizadores de metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos **caracterizado** porque se conforma una pasta amasando en medio acuoso una mezcla de polvos del soporte y del carbón activado previamente impregnado con los precursores de la fase activa y porque una vez conformado el material, éste se somete a tratamiento térmico para eliminar el carbón activado por combustión y así producir el depósito de las fases catalíticamente activas sobre el soporte.
- 10 2. Procedimiento simplificado para la preparación de catalizadores de metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos según la reivindicación 1 **caracterizado** porque la relación ponderal carbón activado/soporte es igual o inferior a 1 y el tamaño de partícula del carbón activado está comprendido entre 2 y 20 μm .
- 15 3. Procedimiento simplificado para la preparación de catalizadores de metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos según las reivindicaciones anteriores **caracterizada** porque el soporte es α -sepiolita, dióxido de titanio, alúmina o sus mezclas.
- 20 4. Procedimiento simplificado para la preparación de catalizadores de metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos según las reivindicaciones anteriores **caracterizado** porque el polvo del soporte puede ser sustituido por el de sus precursores.
- 25 5. Procedimiento simplificado para la preparación de catalizadores de metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos según las reivindicaciones anteriores **caracterizada** por la incorporación de carbón activado previamente impregnado con la fase activa o sus precursores.
- 30 6. Procedimiento simplificado para la preparación de catalizadores de metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos según las reivindicaciones anteriores **caracterizada** porque permite compatibilizar soluciones acuosas de metales nobles con soportes de naturaleza silicea.
- 35 7. Procedimiento simplificado para la preparación de catalizadores de metales u óxidos metálicos soportados sobre materiales porosos según las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por las siguientes fases:
 - a) Impregnación del carbón activado en polvo con la disolución acuosa de los precursores de las fases catalíticamente activas,
 - b) Mezclar homogéneamente el polvo de carbón preparado en el paso anterior con el del soporte o sus precursores,
 - c) Amasar enérgicamente la mezcla obtenida en el paso anterior hasta obtener una pasta homogénea con propiedades reológicas adecuadas para su extrusión o pastillado,
 - d) Conformar dicha pasta en forma de extruidos, cilindros, esferas o con estructura de panal de abeja,
 - e) Secar las piezas conformadas a temperatura ambiente al menos durante 2 horas y entre 80 y 120°C durante al menos 2 horas y seguidamente tratarlas a temperaturas comprendidas entre 400 y 850°C en aire con eliminación total del carbón.
- 45 8. Aplicación industrial de los materiales obtenidos según las reivindicaciones anteriores como catalizadores en sistemas de reacciones heterogéneas.



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ ES 2 277 545

⑫ Nº de solicitud: 200502841

⑬ Fecha de presentación de la solicitud: 18.11.2005

⑭ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑮ Int. Cl.: **B01J 37/00** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	US 4598060 A (SCHOENTHAL et al.) 01.07.1986, resumen; columna 2, líneas 12-68; columna 3, líneas 2-28; columna 4, líneas 1-50; columna 6, líneas 33-49; ejemplo II; reivindicación 1.	1-8
A	US 4448896 A (KAGEYAMA et al.) 15.05.1984, columna 3, líneas 14-62; columna 4, líneas 3-62; columna 5, líneas 1-31; ejemplo 9; reivindicaciones 7-15.	1-8
A	SCHWICKARDI et al. "Direct Synthesis of Supported Noble Metal Catalysts via the Activated Carbon Route" Z. Phys. Chem. Julio 2005. Vol. 219 Nº 7, páginas 939-948. Todo el documento.	1-8

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

12.06.2007

Examinador

V. Balmaseda Valencia

Página

1/1