

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 408 693**

21 Número de solicitud: 201131811

51 Int. Cl.:

B01J 23/745 (2006.01)

C02F 1/72 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

11.11.2011

43 Fecha de publicación de la solicitud:

21.06.2013

71 Solicitantes:

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE MADRID
Ciudad Universitaria de Cantoblanco, C/ Einstein,3
28049 Madrid, ES

72 Inventor/es:

MUÑOZ GARCÍA, Macarena;
MARTÍNEZ DE PEDRO, Zahara;
CASAS DE PEDRO, José Antonio y
RODRÍGUEZ JIMÉNEZ, Juan José

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

54 Título: **PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE UN MATERIAL PARAMAGNÉTICO A BASE DE HIERRO Y γ -Al₂O₃ CON APLICACIONES COMO CATALIZADOR Y SOPORTE CATALÍTICO**

57 Resumen:

Procedimiento de preparación de un material paramagnético.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la elaboración de un material paramagnético que comprende las siguientes etapas:

a) preparar una solución acuosa de una sal de hierro;

b) impregnar γ -Al₂O₃ con la solución acuosa de la etapa a);

c) secar el producto procedente de la etapa b);

d) calcinar el producto procedente de la etapa c); y

e) reducir el producto procedente de la etapa d),

así como al material obtenible mediante dicho proceso y al uso de este material como catalizador en reacciones de oxidación de compuestos orgánicos contaminantes en presencia de peróxido de hidrógeno; o como soporte catalítico de metales preciosos para su aplicación en otro tipo de tratamientos de aguas, como por ejemplo, la hidrodechloración catalítica de compuestos organoclorados.

ES 2 408 693 A1

DESCRIPCIÓN

PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE UN MATERIAL PARAMAGNÉTICO A BASE DE HIERRO Y γ -Al₂O₃ CON APLICACIONES COMO CATALIZADOR Y SOPORTE CATALÍTICO

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un material paramagnético, el uso del mismo como soporte catalítico o como catalizador en el tratamiento de aguas residuales, así como un soporte catalítico que comprende dicho material paramagnético.

10 ESTADO DE LA TÉCNICA ANTERIOR

La alúmina es uno de los materiales más versátiles en ingeniería, debido a sus propiedades mecánicas, eléctricas, químicas y a su coste relativamente bajo. Dichas propiedades han hecho que la alúmina sea un soporte comúnmente
15 utilizado en la preparación de catalizadores. Habitualmente dichos catalizadores son conformados en gránulos para poder recuperarlos tras su utilización. Sin embargo, la conformación granular puede dar lugar a limitaciones difusionales en las reacciones en las que este material se usa como soporte catalítico, limitando la velocidad del proceso. Para evitarlo, se
20 suele reducir el tamaño de partícula del catalizador empleado, utilizando catalizadores en polvo, pero en este caso es difícil separarlos tras su uso y mucho catalizador se pierde arrastrado por la corriente tratada. En este sentido, los soportes catalíticos magnéticos presentan una gran ventaja ya que permiten trabajar con pequeños tamaños y separar fácilmente el catalizador del medio
25 de reacción.

En el estado de la técnica existen trabajos con catalizadores magnéticos que emplean, carbón activo, sílice o alúmina como soportes. Los catalizadores magnéticos que emplean carbón activo como soporte han sido utilizados en
30 tratamientos de oxidación de contaminantes orgánicos de las aguas (Nguyen, T.D. *et al.*, Journal of Hazardous Materials, 185 (2011) 653-661;), aunque también se pueden utilizar en tratamientos de reducción (Hongkun, H., *et al.*, Journal of Nanomaterials, Volume 2011, Article ID 193510, 10 pages). En

5 varios trabajos de la bibliografía la preparación de un material magnético soportado en carbón activo se realizó impregnando el soporte con una sal precursora de hierro, siendo una de las más utilizadas el nitrato de hierro, y calcinando posteriormente el material a temperaturas superiores a 600 °C en atmósfera de nitrógeno (Nguyen, T.D. *et al.*, Journal of Hazardous Materials, 185 (2011) 653-661). Nguyen, T.D. *et al.*, utilizaron carbones activos magnéticos para la oxidación avanzada de naranja de metilo obteniendo la degradación total del compuesto y conversiones de carbono orgánico total (COT) del 60 %, además de una elevada estabilidad. El catalizador mantuvo sus propiedades magnéticas tras la reacción pudiendo ser fácilmente separado tras el proceso.

15 El soporte de sílice ha sido menos utilizado, y fundamentalmente su preparación como catalizador magnético se ha llevado a cabo empleando magnetita como precursor (Chen, H. *et al.*, Journal of Chemical Technology and Biotechnology, 86 (2011) 299-305; Li, J., *et al.*, Journal of Molecular Catalysis, A: Chemical, 298(1-2) (2009) 31-35). Chen, H. *et al.*, emplearon catalizadores magnéticos soportados en sílice para la oxidación avanzada con peróxido de hidrógeno y ozono de contaminantes orgánicos (RB5). Además de una mejora en la actividad con respecto a los catalizadores tradicionalmente empleados en oxidación avanzada, el catalizador magnético de sílice fue fácilmente separado del medio de reacción al final del proceso y al cabo de tres ciclos de uso, la recuperación del catalizador, aprovechando sus propiedades magnéticas, se mantuvo por encima del 90%.

25 En el caso de la alúmina, existen diversos trabajos en los que se han preparado catalizadores magnéticos mediante la síntesis de nanopartículas magnéticas que posteriormente fueron depositadas en la superficie de la alúmina (Kroll, M. *et al.*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 249 (2002) 241-245; Lang, Y. *et al.*, American Institute of Chemical Engineers Journal, 54(9) (2008) 2303-2309). También aparecen trabajos en la bibliografía en los que el catalizador magnético de alúmina se prepara a partir de magnetita creando un composite magnético sobre el que posteriormente se incorporan

metales preciosos para su aplicación en tratamientos de hidrogenación (Lang. Y., et al., Chemistry, 7 (2009) 631-636). Dichos soportes han permitido mejorar sustancialmente la recuperación y reutilización de los catalizadores.

- 5 A la vista de estos antecedentes, un material paramagnético con aplicaciones como catalizador y soporte catalítico representaría una importante ventaja con respecto a los catalizadores y soportes catalíticos convencionales ya que permitiría recuperar el material tras su utilización.

10 DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un procedimiento mediante el cual se elabora un material paramagnético de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ conteniendo un óxido mixto de hierro con aplicaciones como catalizador y soporte catalítico que presenta
15 propiedades magnéticas adecuadas para su posterior separación del medio de reacción.

Por lo tanto un primer aspecto de la presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de un material paramagnético que comprende las
20 siguientes etapas:

- a) preparar una solución acuosa de una sal de hierro;
- b) impregnar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ con la solución acuosa de la etapa a);
- c) secar el producto procedente de la etapa b);
- 25 d) calcinar el producto procedente de la etapa c); y
- e) reducir el producto procedente de la etapa d).

Según una realización preferida, en la primera etapa a) del procedimiento;

- 30 - la sal de hierro es orgánica o inorgánica, preferiblemente inorgánica, seleccionada del grupo formado por nitrato de hierro o sulfato de hierro. Más preferiblemente nitrato de hierro (III) noahidratado.

- la cantidad de sal de hierro que se adiciona a la solución acuosa está comprendida entre 0,036 y 0,108 moles por cada 100 gramos de catalizador que vaya a prepararse, preferiblemente entre 0,06 y 0,08 moles.

5

Según otra realización preferida, en la etapa b) del procedimiento:

- la impregnación se realiza mediante cualquier método de impregnación conocido por un experto en la materia, aunque de manera preferida el método de impregnación es por humedad incipiente. Para ello, una vez secada la $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, se adiciona lentamente sobre ésta la solución acuosa de una sal de hierro bajo agitación continua.

10

- El hierro se deposita en la superficie de la $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, entendiéndose como tal, no solo la superficie externa de las partículas de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sino también en los poros de su estructura.

15

Según otra realización preferida, en la etapa c) del procedimiento:

- se lleva a cabo el secado del producto de la etapa b) mediante cualquier procedimiento conocido por un experto en la materia, aunque de manera preferida, la etapa de secado se efectúa realizando inicialmente un secado a temperatura ambiente durante un periodo comprendido entre 1 y 6 horas, preferiblemente entre 2 y 4 horas, y posterior calentamiento hasta una temperatura entre 50 y 70°C, preferiblemente hasta 60 °C con una rampa de temperatura comprendida entre 10 y 30 °C/h, manteniendo dicha temperatura durante al menos 12 horas. En una realización preferida, la rampa de temperatura aplicada está comprendida entre 15 y 25 °C/h.

20

25

30

Según otra realización preferida, en la etapa d) del procedimiento:

- 5 - se lleva a cabo una calcinación en atmósfera de aire del producto procedente de la etapa c) desde temperatura ambiente hasta una temperatura comprendida entre 200 y 400 °C, manteniendo dicha temperatura durante al menos 4 horas. De manera más preferida, el calentamiento desde temperatura ambiente hasta temperatura comprendida entre 200 y 400 °C se efectúa mediante un ciclo térmico a una velocidad comprendida entre 1 y 5 °C/min, más preferiblemente a una velocidad de 2 °C/min.
- 10 Por último según otra realización preferida, en la etapa e) del procedimiento:
- 15 - se lleva a cabo una etapa de reducción en atmósfera de hidrógeno desde temperatura ambiente, hasta una temperatura comprendida entre 150 y 350 °C, manteniendo dicha temperatura durante al menos 2 horas. De manera más preferida, el calentamiento desde temperatura ambiente hasta temperatura comprendida entre 150 y 350 °C se efectúa mediante un ciclo térmico a una velocidad comprendida entre 10 y 30 °C/min, más preferiblemente a una velocidad de 20 °C/min.
- 20 Tal como se ha mencionado previamente, el material obtenido según el procedimiento de la invención presenta propiedades magnéticas que facilitan su separación del medio de reacción. Además, no se han encontrado antecedentes en el estado de la técnica sobre procesos en los que las partículas se generen directamente sobre la alúmina, con lo que el
- 25 procedimiento de preparación recogido en esta invención supondría una ventaja importante con respecto a los catalizadores conocidos ya que se simplificaría el procedimiento de preparación, con una notable reducción del número de etapas necesarias.
- 30 Por lo tanto, un segundo aspecto de la presente invención se refiere al material paramagnético obtenible mediante el procedimiento anteriormente descrito. La proporción de hierro en el material, está comprendida entre 2 y 6% en peso con respecto al peso total del material.

Un tercer aspecto de la presente invención se refiere a un soporte catalítico que comprende el material paramagnético anterior.

5

Un cuarto aspecto de la presente invención se refiere al uso del material paramagnético como catalizador. De manera preferida, como catalizador en la oxidación de contaminantes fenólicos con peróxido de hidrógeno. Preferiblemente para la eliminación de compuestos fenólicos de aguas
10 residuales.

Un quinto aspecto de la presente invención se refiere al uso del soporte catalítico anteriormente descrito para la preparación de catalizadores.

15 En la presente invención se entiende como soporte catalítico un material sólido sobre el que se deposita un producto que es el que actúa como catalizador de la reacción. El soporte catalítico por tanto, favorece la dispersión de la fase activa y puede interactuar con ésta mejorando su eficacia en la reacción.

20 El material descrito en la presente invención puede funcionar como soporte catalítico en algunas reacciones, como por ejemplo, la hidrodechloración; ya que, en este caso, el hierro del material paramagnético no resulta activo en la reacción y es necesario impregnar el soporte con otros metales (ejemplo: paladio o rodio). Esta aplicación como soporte catalítico es muy importante ya
25 que los metales nobles (paladio o rodio) soportados en él tienen un precio elevado, y si están anclados en un soporte magnético pueden ser fácilmente recuperados tras la reacción.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus
30 variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos se

proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

5

Figura 1: Muestra la evolución de la conversión de H_2O_2 y COT (1.A) y de la concentración de los compuestos implicados en la oxidación avanzada de fenol (1.B) con el catalizador paramagnético de $Fe/\gamma-Al_2O_3$.

10

Figura 2: Muestra la evolución de la conversión de 4-clorofenol y de la concentración de los productos obtenidos en la hidrodecloración catalítica de 4-clorofenol con el catalizador paramagnético de $Pd-Fe/\gamma-Al_2O_3$.

EJEMPLOS

15

A continuación se describen dos ejemplos ilustrativos que revelan las características y ventajas de la invención, sin embargo, no deben interpretarse como limitativos del objeto de la invención tal como se define en las reivindicaciones.

20

Ejemplo 1. Oxidación de fenol con el catalizador paramagnético de $Fe/\gamma-Al_2O_3$.

25

Se realizaron experimentos de oxidación de fenol, con una concentración de partida de 200 mg/L, a presión atmosférica, una temperatura de 50 °C, la concentración estequiométrica teórica de peróxido de hidrógeno y una concentración de catalizador de 2 g/L. El catalizador fue preparado tal como se describe en la descripción de la invención.

30

La reacción se llevó a cabo en un reactor discontinuo de vidrio tipo tanque agitado. Las partículas de catalizador permanecieron en suspensión en el medio de reacción y la temperatura se midió mediante un termopar. La

calefacción y agitación del reactor se realizaron utilizando una placa agitadora/calefactora.

5 Se empleó un volumen de reacción de 450 ml que fue calentado hasta 50 °C con las partículas de catalizador suspendidas en el mismo. El análisis de los productos de reacción se llevó a cabo mediante cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC) y mediante cromatografía iónica (CI). También se realizó un seguimiento de la evolución de carbono orgánico total mediante un analizador de carbono orgánico total (COT). La Figura 1 muestra la evolución del fenol y
10 de los productos de reacción, compuestos aromáticos y ácidos orgánicos de cadena corta, así como la conversión de COT y de peróxido de hidrógeno con el tiempo de reacción.

Como se puede observar, la oxidación de fenol fue eficaz, alcanzándose la
15 conversión total del reactivo a los 15 minutos de reacción. También se alcanzó un alto grado de mineralización del efluente, logrando una conversión de COT superior al 80% y obteniendo como productos finales de reacción ácidos orgánicos de cadena corta. Estos productos no son tóxicos y son fácilmente biodegradables.

20

La lixiviación de hierro fue despreciable y el catalizador pudo ser fácilmente recuperado al final de la reacción mediante la aplicación de un campo magnético generado con un imán.

25 *Ejemplo 2. Hidrodechloración catalítica de 4-clorofenol con el catalizador paramagnético de Pd-Fe/ γ -Al₂O₃.*

En este caso se empleó el material paramagnético de la presente invención como soporte catalítico para llevar a cabo el proceso de hidrodechloración
30 catalítica de 4-clorofenol. Para ello, el soporte catalítico se impregnó por humedad incipiente con una disolución de sal de paladio hasta obtener un catalizador con una concentración final de paladio del 1% w/w. El material así

constituido fue sometido a las etapas de calcinación y reducción previamente descritas en esta la invención.

5 El catalizador preparado según la descripción anterior se utilizó para realizar experimentos de hidrodecloración catalítica de 4-clorofenol, con una concentración de partida de 200 mg/L, utilizando hidrógeno gas como agente reductor, a presión atmosférica, una temperatura de 30 °C, un caudal de H₂ de 50 mlN/min y una concentración de catalizador de 2 g/L.

10 La reacción se llevó a cabo en un reactor discontinuo de vidrio tipo tanque agitado. Las partículas de catalizador permanecieron en suspensión en el medio de reacción y la temperatura se midió mediante un termopar. La calefacción y agitación del reactor se realizaron utilizando una placa agitadora/calefactora.

15

El volumen de reacción empleado fue de 450 mL que fue calentado hasta 30 °C con las partículas de catalizador suspendidas en el mismo. El análisis de los productos de reacción se realizó mediante cromatografía de gases con detector de ionización de llama (CG-FID). También se empleó un analizador de carbono orgánico total (COT) y un equipo de cromatografía iónica (CI) con el objetivo de determinar el cumplimiento de los balances de carbono y cloro. En la Figura 2 se recoge la evolución del 4-clorofenol y de los productos de reacción.

20

El proceso de hidrodecloración catalítica de 4-clorofenol resultó eficaz, 25 lográndose la conversión total del reactivo a los 15 minutos de reacción. Los productos orgánicos obtenidos fueron fenol y ciclohexanona, los cuales no presentan cloro en su estructura. Los balances de carbono y cloro se cumplieron a lo largo de la reacción, detectándose todos los productos formados durante la hidrodecloración de 4-clorofenol mediante las técnicas de 30 análisis utilizadas. La reacción de hidrodecloración permitió reducir la toxicidad del efluente de manera significativa, pues los productos obtenidos son considerablemente menos tóxicos y más biodegradables que el clorofenol de partida.

La lixiviación de hierro y paladio fue despreciable y el catalizador pudo ser fácilmente recuperado al final de la reacción mediante la aplicación de un campo magnético generado con un imán.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la elaboración de un material paramagnético que comprende las siguientes etapas:

5

- a) preparar una solución acuosa de una sal de hierro;
- b) impregnar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ con la solución acuosa de la etapa a);
- c) secar el producto procedente de la etapa b);
- d) calcinar el producto procedente de la etapa c); y
- 10 e) reducir el producto procedente de la etapa d).

2. El procedimiento, según la reivindicación 1, donde la sal de hierro se selecciona entre nitrato de hierro o sulfato de hierro.

15 3. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, donde la sal de hierro es el nitrato de hierro (III) nonahidratado.

4. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde la cantidad de sal de hierro que se adiciona a la solución acuosa está
20 comprendida entre 0,036 y 0,108 moles por cada 100 gramos de catalizador que vaya a prepararse.

5. El procedimiento según la reivindicación 4, donde la cantidad de sal de hierro que se adiciona a la solución acuosa está comprendida entre 0,06 y 0,08 moles
25 por cada 100 gramos de catalizador que vaya a prepararse.

6. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde la impregnación de la etapa (b) se realiza mediante el método a humedad
incipiente.

30

7. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde el secado del producto de la etapa (c) se lleva a cabo a temperatura ambiente durante un periodo comprendido entre 1 y 6 horas y posterior calentamiento

hasta una temperatura de entre 50-70°C con una rampa de temperatura comprendida entre 10 y 30 °C/h, manteniendo dicha temperatura durante al menos 12 horas.

5 8. El procedimiento según la reivindicación 7, donde el secado del producto de la etapa (c) se lleva a cabo a temperatura ambiente durante un período comprendido entre 2 y 4 horas, y posterior calentamiento hasta 60 °C con una rampa de temperatura comprendida entre 15 y 25 °C/h, manteniendo dicha temperatura durante al menos 12 horas.

10

9. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, donde la calcinación de la etapa (d) se lleva a cabo en atmósfera de aire.

15 10. El procedimiento según la reivindicación 9, donde la calcinación se lleva a cabo desde temperatura ambiente hasta una temperatura comprendida entre 200 y 400 °C, manteniendo dicha temperatura durante al menos 4 horas.

20 11. El procedimiento según de la reivindicación 10, donde la calcinación desde temperatura ambiente hasta temperatura comprendida entre 200 y 400 °C se efectúa mediante un ciclo térmico a una velocidad comprendida entre 1 y 5 °C/min.

25 12. El procedimiento según la reivindicación 11, donde la velocidad del ciclo térmico es de 2 °C/min.

30

13. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, donde la reducción de la etapa (e) se lleva a cabo en atmósfera de hidrógeno.

14. El procedimiento según la reivindicación 13, donde la reducción se lleva a cabo desde temperatura ambiente, hasta una temperatura comprendida entre 150 y 350 °C, manteniendo dicha temperatura durante al menos 2 horas.

15. El procedimiento según la reivindicación 14, donde la reducción desde temperatura ambiente hasta temperatura comprendida entre 150 y 350 °C se efectúa mediante un ciclo térmico a una velocidad comprendida entre 10 y 30 °C/min.

5

16. El procedimiento según la reivindicación 15, donde la velocidad en el ciclo térmico es de 20 °C/min.

17. Material paramagnético obtenible por el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16.

10

18. El material según la reivindicación 17, donde la proporción de hierro en el material es del 2 al 6% en peso con respecto al peso total del material tras la etapa de reducción.

15

19. Uso del material paramagnético según cualquiera de las reivindicaciones 17 ó 18 como catalizador.

20. El uso según la reivindicación 19, como catalizador en la oxidación de contaminantes fenólicos con peróxido de hidrógeno.

20

21. El uso según la reivindicación 20, donde los contaminantes fenólicos se encuentran en aguas residuales.

22. Un soporte catalítico que comprende el material de cualquiera de las reivindicaciones 17 ó 18.

25

23. Uso del soporte catalítico de la reivindicación 22, para la preparación de catalizadores.

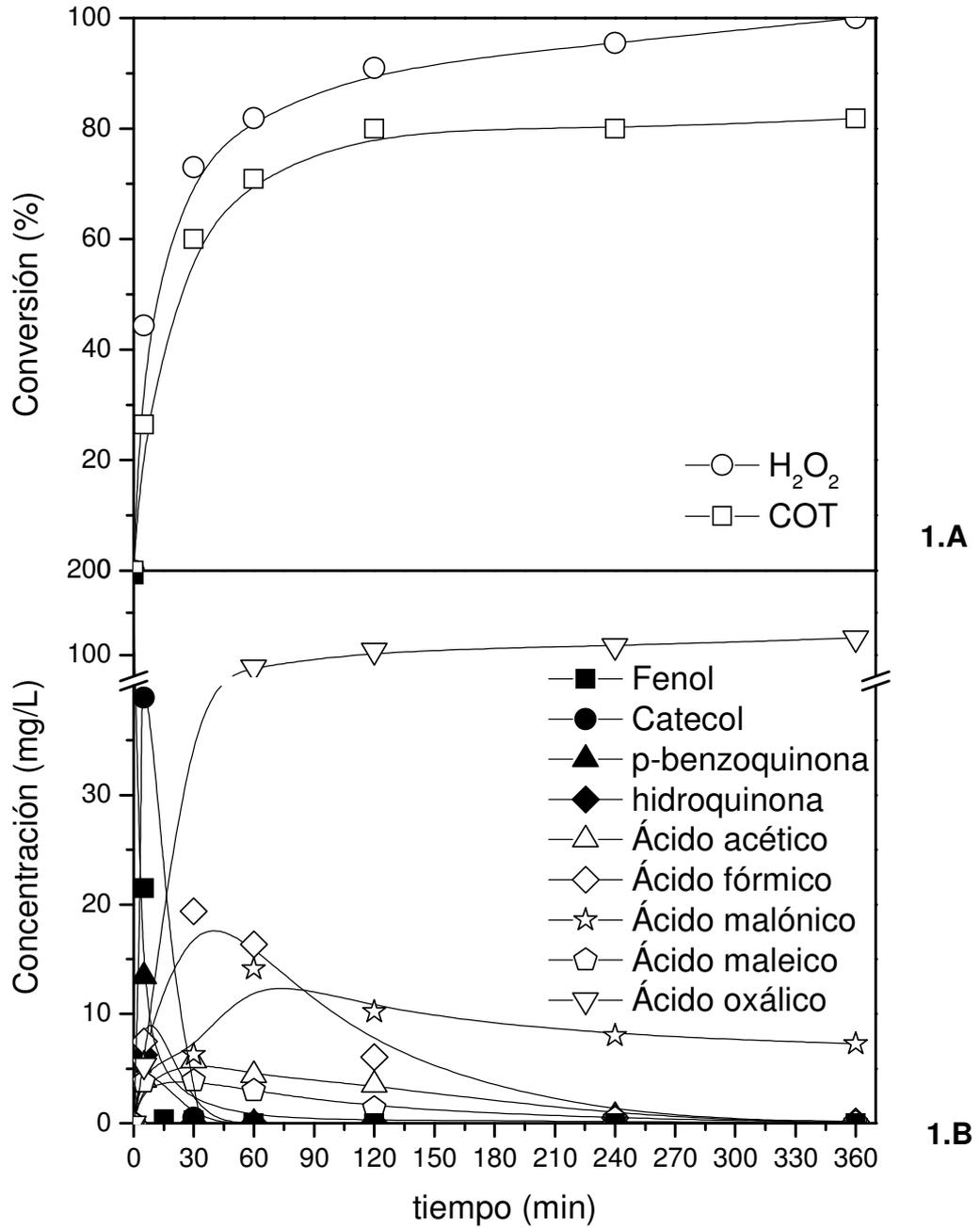


FIG. 1

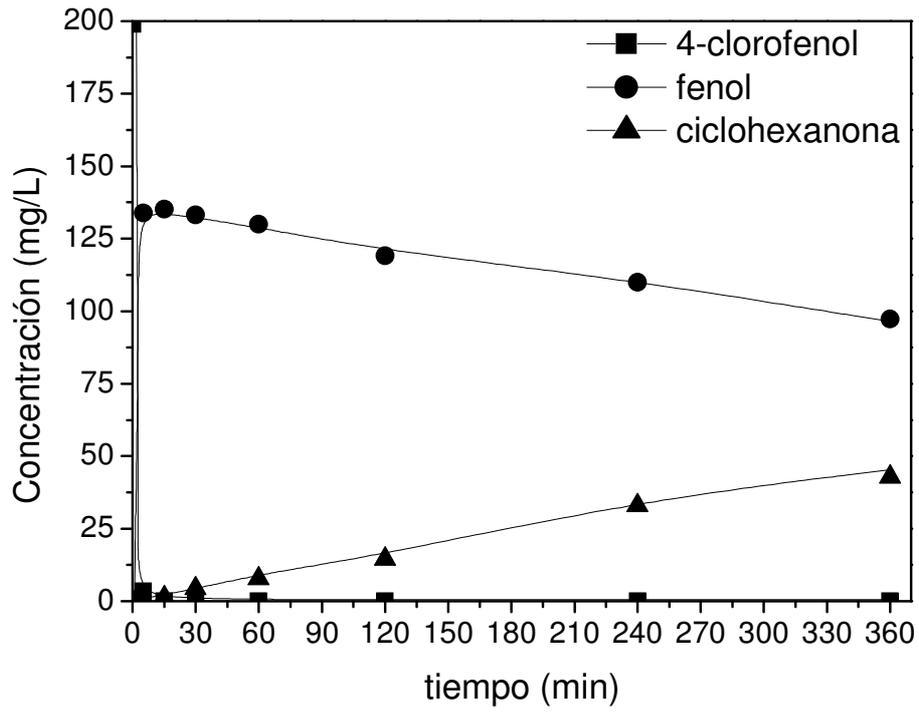


FIG. 2



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 201131811

②② Fecha de presentación de la solicitud: 11.11.2011

③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: **B01J23/745** (2006.01)
C02F1/72 (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	BAUTISTA, P. et al. "Highly stable Fe/gamma-Al ₂ O ₃ catalyst for catalytic wet peroxide oxidation" J. Chem. Technol. Biohecnol. 08.11.2010 [online] Vol. 86 páginas 497-504; apartados INTRODUCITON, MATERIALS AND METHODS.	1-23
X	US US2007092768 A1 (LEE at al.) 26.04.2007, ejemplos 1,4; párrafos [0046]-[0061].	1,2,3,9,13,14,17,19
A	BAUTISTA, P. et al. "Catalytic wet peroxide oxidation of cosmetic wastewaters with Fe-bearing catalysts" Catalysis Today Vol. 151 páginas 148-152; apartado 2.	1-23
A	YAN LIU, DEZHI SUN "Effect of CeO ₂ doping on catalytic activity of Fe ₂ O ₃ /gamma-Al ₂ O ₃ catalyst for catalytic wet peroxide oxidation of azo dyes" Journal of Hazardous Materials 2007 Vol. 143 páginas 448-454; apartados 1-2.	1-23

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
07.02.2013

Examinador
V. Balmaseda Valencia

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

B01J, C02F

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 07.02.2013

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 7,8,11,12,15,16	SI
	Reivindicaciones 1-6,9,10,13,14,17-23	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-23	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	BAUTISTA, P. et al. J. Chem. Technol. Biothechnol. Vol. 86 páginas 497-504.	08.11.2010
D02	US US2007092768 A1 (LEE at al.)	26.04.2007

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la presente invención es un procedimiento para la elaboración de un material paramagnético, el material resultante y su uso como catalizador en la oxidación de compuestos fenólicos.

En el documento D01 se estudia la estabilidad de una catalizador de hierro soportado sobre gamma-alúmina en la oxidación de fenol con peróxido de hidrógeno. Dicho catalizador se obtiene a partir de la impregnación por humedad incipiente de gamma-alúmina con una disolución acuosa de nitrato de hierro nonahidratado (4%(w/w), el secado del material resultante (durante 2h a temperatura ambiente y 18h a 60°C y su calcinación durante 4h a 300°C. El catalizador fresco se desgasifica a 250°C durante 2h hasta una presión residual de 10-3 Torr (apartados INTRODUCTION, MATERIALS AND METHODS).

El documento D02 describe un procedimiento de obtención de un material que comprende la preparación de una solución acuosa de nitrato de hierro nonahidratado, su mezcla con gamma-alúmina, el secado del material resultante a una temperatura comprendida entre 30°C-90°C durante 4h-16h y su calcinación a una temperatura comprendida entre 300°C-500°C durante 1h-12h. Finalmente, el producto se somete a una reducción en una atmósfera de hidrógeno a una temperatura comprendida entre 150°C-500°C durante 1h-12h (apartados [0049]-[0061], ejemplos 1 y 4)

Así por tanto, las características técnicas recogidas en las reivindicaciones 1-6, 9, 10,13, 14 y 17-23 son conocidas de los documentos D01-D02. En consecuencia, se considera que el objeto de dichas reivindicaciones carece de novedad y actividad inventiva (Artículos 6.1 y 8.1 de la L.P.)

La diferencia entre el objeto de las reivindicaciones 7,8,11,12,15 y 16 y los documentos D01-D02, radica en que ninguno de dichos documentos menciona las rampas de temperatura empleadas en las etapas de secado, calcinación y reducción. Las rampas de temperatura utilizadas en el procedimiento de la presente invención sólo pueden considerarse que impliquen actividad inventiva si se consiguiese algún efecto en dicho procedimiento o alguna propiedad inesperada sobre el material resultante. Dado que no se han indicado dichos efectos o propiedades en la presente solicitud, se considera que constituyen parámetros experimentales cuya optimización entra en la práctica rutinaria del experto de la materia.

En consecuencia, se considera que el objeto de dichas reivindicaciones no implica actividad inventiva conforme establece el Artículo 8.1 de la L.P.