



y transformando el monocromato flexiviado en bicromato, por medio de ácido sulfúrico.

10

Otro método consiste en tostar el mineral en horno de cemento, con una cantidad bastante grande de cal, a 1200 - 1300° C. añadiendo bisulfato de sodio a la mezcla de cromato de calcio y de cal.

15

El gran inconveniente del primer procedimiento, consiste en que son inevitables las pérdidas de álcali por volatilización. Además, en la descomposición subsiguiente del monocromato por el ácido sulfúrico, se pierde un equivalente de álcali en forma de sulfato de sodio, que no tiene valor alguno.

20



El procedimiento al cromato de calcio, no es económico porque la descomposición del producto, rico en cal, de la tostación del cromato, exige cantidades excesivas de bisulfato de sodio, y este cuerpo, desde la fabricación del ácido nítrico por el procedimiento Caro, es un producto que se hace cada día más raro y que no se puede obtener, a precio módico, en cantidades suficientes. Esto parece pues, comprometer incluso la existencia de este procedimiento.

25

30

35

Los dos procedimientos citados, tienen además un gran inconveniente común: que el trabajo se hace al horno y que los gastos necesarios para la conservación de las instalaciones de hornos son elevados. Los dos procedimientos consumen grandes cantidades de cal, que no reaparece en el producto final. A esto se debe el que no hayan faltado proposiciones para la fabricación de cromatos, partien-

40

do del cromo metálico o de la aleación ferro-cromo que se fabrica industrialmente en gran escala.

45

Así se sabe, que puede obtenerse un cromato alcalino tratando el ferro-cromo por un álcali cáustico fundido. Otras proposiciones, tienen por objeto la oxidación electrolítica del ferro-cromo en presencia de álcalis o de sales alcalinas, con objeto de obtener el monocromato o el bicromato. Sin embargo, los gastos demasiado elevados de corriente, hacen que este procedimiento no sea económico.

50



55

Así pues, se ha ensayado el oxidar aleaciones, fuertemente carbonatadas, de hierro y de cromo en presencia de un carbonato alcalino y de nitro que sirve como agente de oxidación. La reacción de esta mezcla, que es muy activa desde el punto de vista térmico, se inicia por medio de una bolita de encendido, después de lo cual continua la oxidación sin nueva introducción de calor. Finalmente es sin embargo, necesario introducir aire en la masa en fusión o activar la progresión de la oxidación por medio de energía eléctrica.

60

65

Según otra proposición, se transforma el ferro-cromo en cromato, en presencia de un carbonato alcalino y por elevación de la temperatura a más de 1000°.

70

Sin embargo, ninguno de estos procedimientos, que parten del ferro-cromo es económico, porque la oxidación por medios electrolíticos o en presencia de sustancias oxidantes tales como el nitro, es demasiado costosa. En el procedimiento ul-

75 timamente citado, a causa de la notable tensión de vapor del carbonato de sodio, se producen pérdidas de álcali que no pueden dejar de tenerse en cuenta. Además, los procedimientos anteriores, que parten del ferro-cromo, tienen, con excepción del procedimiento electrolítico, el gran inconveniente común de conseguir, por resultado la formación de monocromato, de modo, que se pierde igualmente un equivalente de álcali, en forma de sulfato sin valor, en la transformación subsiguiente en bicromato por medio de ácido sulfúrico.

85



90

De acuerdo con el invento, se ha conseguido oxidar el cromo metálico, sus aleaciones o mezclas conteniendo cromo, de modo muy sencillo y muy económico, sometiendo estas substancias a la reducción alcalina húmeda por agentes oxidantes, en particular gases oxidantes bajo presión, y así se pueden obtener a voluntad y según la cantidad de álcali introducida, el monocromato, o el bicromato o una mezcla de monocromato y de bicromato. Dado que se forma primeramente monocromato en la oxidación para la obtención del bicromato, es evidente que se puede también usar el monocromato en lugar de los álcalis.

95

100 La oxidación de la materia de partida, con preferencia finamente triturada, ya se trate de cromo metálico puro o de substancias que lo contengan, se verifica con la mayor facilidad y de modo integral; basta introducir las materias de reacción en proporciones estequiométricas, pero es ventajoso el empleo de un pequeño exceso de álcali o de cromo cuando se trata de utilizar íntegramente

el cromo o el álcali introducidos.

105

Si se opera, por ejemplo, para obtener bicromato, se tiene un interés máximo en la utilización completa del álcali o del monocromato presentes, para obtener soluciones de bicromato que no contengan monocromato. Conviene pues emplear un ligero ex-

110

ceso de cromo. Los residuos, que contienen un poco de cromo, ceden este cromo con mucha facilidad e integramente durante un tratamiento suplementario, oxidante alcalino. Las lejías alcalinas que contienen cromato, se utilizan nuevamente para una nueva reducción.

115



Se observará que, en lo que se refiere a la capacidad de oxidación, el cromo metálico o sus aleaciones o sus mezclas parecen comportarse de igual modo, a condición de que se les emplee en una forma convenientemente dividida, tal como es, desde luego, necesario también para el mineral de cromo.

120

Ahora bien, las aleaciones de hierro y de cromo ricas en carbono, que son las menos costosas, son también las que se pulverizan más fácilmente. El

125

carbono, con preferencia el carbono fijado químicamente, es igualmente atacado durante la oxidación y reaparece en forma de ácido carbónico; puede pues ser útil eliminar este ácido durante la operación, o fijarle químicamente para no aumentar, inutilmente, la presión en el aparato.

130

El agente alcalino, puede estar constituido por álcalis cáusticos, carbonatos alcalinos, bicarbonatos, monocromatos, o también metales alcalino-térreos o sus mezclas, pero hay que hacer notar que los metales alcalino-térreos se

135

prestan peor a la formación de bicromato. Se les emplea, con preferencia, en solución acuosa o en suspensión.

140 J La formación de monocromato es, generalmente, muy fácil y rápida y se verifica a temperaturas relativamente bajas, mientras que, para la formación del bicromato es conveniente elevar la temperatura por encima de 200° C. cuando es oxidada por medio de aire y a 250 - 300° C. aproximadamente, la  
145 velocidad de reacción es tan grande, que la oxidación conduce en algunas horas a la formación integral de bicromato.

El agente de oxidación es, con preferencia el oxígeno o un gas que contenga oxígeno o cualquier otro gas oxidante.

150



155

Para la aplicación práctica del procedimiento, basta calentar la suspensión acuosa y alcalina de cromo hasta una temperatura conveniente, bajo presión y hacer circular el gas oxidante a través de esta suspensión, antes de la operación o durante la misma, cuanto mas elevada es la temperatura, tanto más rápida es la oxidación. La presión parcial reinante del agente de oxidación, parece desempeñar, durante la oxidación, un papel menos importante que el de la temperatura. Conviene eliminar, o fijar químicamente, el ácido carbónico que se produce, añadiendo por ejemplo, un poco de cal

160

(cuando se trabaja en una atmósfera estable), para evitar la presión parcial del ácido carbónico.

165

Ejemplo 1: Se pulverizan bien, para facilitar la reducción, 82.5 partes de ferro-cromo conteniendo 63% de Cr y de 2 a 4% de C, luego se

170

mezclan con 210 a 220 partes de lejía de sosa a 40%; en seguida se calienta en autoclave con agitador a 150 - 250° C. durante algunas horas en presencia de oxígeno o de aire. Después de enfriar se filtra la lejía de cromato para separarla de la parte insoluble (que está formada principalmente por óxido de hierro) y se la trata de modo conocido con objeto de obtener cromato o bicromato.

175

Ejemplo 2: Se pulverizan bien 80 Kg. de ferro-cromo conteniendo 68.2% de Cr. de cromo y 8 a 10% de C. y se calientan en presencia de 100 Kg de lejía de sosa al 40% y de 900 Kg. de agua, en autoclave con agitador durante 6 horas aproximadamente a 250 - 300° C. haciendo pasar oxígeno o aire. Después del enfriamiento, se filtra la lejía de bicromato para separarla del residuo y se la trata de modo conocido.

180



185

El rendimiento, en relación con el álcali, es casi integral. Los residuos, que contienen un poco de cromo, vuelven a emplearse en la operación.

190

Ejemplo 3: Se calientan 54.5 partes de polvo de cromo conteniendo 95 - 96% de Cr con 210 a 220 partes de lejía de sosa al 40% y 200 partes aproximadamente de agua, en autoclave con agitador, con oxígeno o aire, durante 4 a 6 horas bajo presión, y a la temperatura de 150 - 250° C. Después del enfriamiento se filtra la lejía de cromato para separarla del residuo constituido por grafito u otras impurezas y se la trata de modo conocido. El rendimiento es prácticamente integral.

195

Ejemplo 4: Se pulverizan bien 7,170 Kg.

200 de ferro-cromo conteniendo 72.5% de Cr y 6 a 8% de C y se calientan con 100 litros de lejía de sosa normal, en autoclave con agitador, durante 4 a 6 horas, a 200 - 280° C. bajo presión con oxígeno o aire.

205 Después del enfriamiento, se separa del residuo la lejía de bicromato diluida y se la trata del modo deseado.

En lugar de una lejía caustica, se puede emplear también una solución de monocromato en cantidad equivalente. El rendimiento es, aproximadamente del 95%.

210



Ejemplo 5: Tomar 152.5 partes de ferro-cromo conteniendo 68.2% de Cr y 8 a 10% de C. pulverizarlas bien y calentar con 125 partes de óxido de calcio (95 - 98%) o mejor con una cantidad equivalente de hidrato de cal y 400 partes de agua aproximadamente, durante 5 a 6 horas, en presencia de oxígeno, hasta 150 - 250° C. Después del enfriamiento se encuentra, además de un poco de cromato en solución, la mayor parte del producto en el residuo, además de óxido de hierro y de un poco de grafito.

215

220

Las condiciones indicadas en los ejemplos anteriores, pueden variar naturalmente dentro de límites muy amplios, según la naturaleza de la materia prima a tratar; lo esencial, es que la reducción se verifique en fase acuosa y que la temperatura y la presión se escojan, con preferencia, de modo que la velocidad de reacción sea aplicable prácticamente.

225

230

Aunque una concentración mayor de álcali sea beneficiosa para la reacción, la oxidación

se verifica también de modo muy satisfactorio con soluciones muy diluidas, tal como se desprende del ejemplo 4.

235

El ácido carbónico que se forma durante la oxidación, puede ser eliminado de modo apropiado. Esta medida es particularmente útil cuando se trabaja con carbonatos alcalinos.

240

Cuando se oxida por medio de una corriente de aire, el ácido carbónico se elimina automáticamente.

245



Para la oxidación en fase acuosa, pueden emplearse también, naturalmente, otros agentes de oxidación apropiados, que obren en presencia de álcalis, tales como por ejemplo, el agua oxigenada, el oxígeno o el aire ozonizado, alógeno, ferricianuros y otras sustancias análogas, pero el oxígeno y el aire son los mas económicos.

250

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Francia, el 9 de mayo de 1930, bajo el número 294.962, se acoge a los beneficios del artículo 51 de la Ley de Propiedad Industrial.

-o-o-o- N O T A -o-o-o-

255

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

260

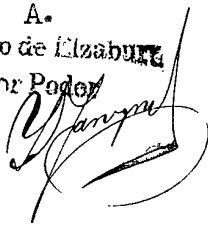
1ª. - Un procedimiento para la fabricación de cromatos y de bicromatos por oxidación alcalina de cromo metálico o de sustancias que lo contengan, caracterizado porque la reacción se verifica en medio húmedo, en caliente y bajo presión.

2º. - Un procedimiento para fabricar cromatos y bicromatos.

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

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

Madrid, 16 de abril de 1931

P. A.  
Alberto de Izaburu  
Por Poder  




IM/