

AGENCIA INTERNACIONAL

- DE -

Propiedad Industrial y Comercial

- DE -

D. RAIMUNDO DE DALMAU DOMINGO

MEMORIA DESCRIPTIVA

de una patente de invención por veinte años en España.

a nombre de Carlo Adamoli, residente en Milano (Italia) Via Bigli. 10



MEMORIA DESCRIPTIVA
que se acompaña a
la solicitud de una
PATENTE DE INVENCION
por veinte años en España

por:

»PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMBINACIONES DE
BERILIO PARTIENDO DE MINERALES QUE LO CONTIENEN».-----
a favor de Carlo Adamoli, residente en Milano (Italia)
Via Bigli nº, 10.-----

====00000====

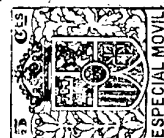
5 El berilio y su combinación técnicamente más importante, el óxido de berilio, se obtiene hoy en la industria casi exclusivamente del berilo. Esto no se hace porque precisamente este mineral sea el que se presenta más abundante en la naturaleza ni porque la preparación de las sustancias técnicamente importantes buscadas pueda realizarse con especial facilidad par-



10 tiendo del mismo, sino solo porque su contenido de
berilo es elevado (superior a 10% de BeO) y por lo mis-
mo los gastos de extracción resultan relativamente pe-
queños a pesar del mayor gasto que supone la adquisi-
ción del mismo mineral. Por esto constituye un proble-
ma de la industria del berilio el obtener este metal y
sus combinaciones también de aquellos minerales que son
15 pobres en este elemento. Estos minerales están muy di-
fundidos en la naturaleza y su beneficio no se ha po-
dido realizar todavía en la industria por faltar méto-
dos adecuados para ello. De estos minerales que contie-
nen berilio mencionaremos aquí solo a título de ejem-
20 plo los siguientes: pegmatita, feldespatos, mica, piza-
rras micáceas, granitos, caolines, arcillas, bromelita,
homborgita, trimerita, fenaquita, melinofán, leucofán,
helvina, danalita, euclásita, euclasa, gadolinita,
crisoberilo, herderita, hidroherderita y otros muchos.

25 El beneficio realizado hoy en la industria ex-
clusivamente del berilo, $3\text{BeO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$, que junto
con el contenido de aluminio indicado por la fórmula
lleva generalmente también hierro, se realiza de ordi-
nario bien mediante fundentes alcalinos según el méto-
do de la patente americana 1656660 o por medio de fluo-
30 ruros o silicofluoruros (v. por ejemplo K. Illig, M.
Hosenfeld y H. Fischer, Publicaciones Científicas del
Consortio Siemens, t. 8, p. 34, 1929). Para el ataque
se prestan también el carbón o el carburo. Por la ac-
35 tuación de un halogenuro alcalino o terreoalcalino se
forman también halogenuros de berilio separables por
lixiviación (patentes americanas 1.392045 y 1.392046),
que se pueden seguir trabajando luego en forma conve-
niente.

40 Además del berilo se ha intentado también ya
beneficiar la gadolinita. C. James y sus colaboradores
(Journ. Americ. Chem. Soc. t. 38, p. 375, 1916,) calien



tan en recipientes de hierro gadolinita finamente pul-
verizada con ácido sulfúrico hasta que se desprenden
45 vapores de SO_3 . La mezcla obtenida se lava con agua y
la disolución se priva de las tierras raras (especial-
mente los óxidos de itrio) agregando ácido oxálico. Ca-
lentando con carbonato potásico, con lejía de sosa
caústica y amoníaco se precipitan el berilio y el hie-
50 rro, el precipitado se disuelve en ácido sulfurico, se
oxida el hierro y se precipita nuevamente con lejía de
sosa caústica, quedando el berilio en disolución y ob-
teniéndose finalmente como carbonato del filtrado exen-
to de hierro. El leucofán en principio se trata en for-
55 ma análoga (por ejemplo C. Leonard patente francesa
611.457.

Apartándose de estos métodos, Hopkins
y sus colaboradores tratan la gadolinita con agua regia
Todos estos métodos se proponen en prin-
60 cipio separar el aluminio y hierro del berilio. Para
esto existe toda una serie de métodos, como el de Po-
llok, según el cual el hierro se precipita con sulfu-
ro amónico, el de Wyruboff, que precipita el berilio
como $2BeC_2O_4 \cdot 3K_2C_2O_4$; el método de Parsons y de
65 Barnes, que trabajan también con sulfuro amónico lo
mismo que Debray. Análogos son los procedimientos in-
dicados por Gibson y Scherrer, el último de los cuales
precipita el hierro en disolución acética con ácido
sulfhúrico. De los métodos más modernos mencionaremos
70 el de la Metallbank según la patente alemana 451.346,
el procedimiento de la Siemens, que precipitan el hie-
rro como hidróxido por efecto de hidrólisis y agregando
cal transforma el berilio en hidróxido de berilio y es-
te hidróxido con ácido fluorhúrico en fluoruro de beri-
75 lio. Finalmente debemos mencionar los métodos de Vauque-
lin, los de Farren y Lebeau, que con hidróxido de potasio
separan el ácido silícico de la masa de ataque del be-



80 rilio e hirviendo con lejía de sosa caústica obtienen del filtrado hidroxido de berilio que contiene un poco hidroxido de aluminio y que redisolviendo en ácido clorhídrico y concentrando por evaporación puede transformarse con carbonato amónico en carbonato básico de berilio.

85 El carbonato de berilio de pureza máxima puede obtenerse además, según el nuevo invento, partiendo también de minerales pobres en óxido de berilio, como sigue:

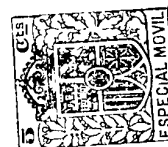
90 Estos minerales que contienen berilio según el invento se tuestan, pulverizan, y con mucha agua y a la temperatura ordinaria se tratan agitando con anhídrido carbónico. Preferentemente se pueden agregar aquí ácidos débiles o bases en pequeñas cantidades, lo que permite acortar considerablemente el proceso. Por este tratamiento con anhídrido carbónico se disuelven la mayor parte del óxido de berilio existente, junto con calcio, magnesio, álcalis, y pequeñas porciones de ácido silícico. La disolución por su parte, después de actuar durante tiempo suficiente el anhídrido carbónico se separa por decantación o centrifugación del residuo no disuelto. La disolución, que contiene las combinaciones de berilio, se concentra por evaporación, quedando el residuo de los diversos carbonatos, el cual inmediatamente se trata con nuevas cantidades de bicarbonato sódico, con lo que se obtiene con grandísima pureza carbonato de berilio libre. Este proceso de extracción de los minerales berílicos puede naturalmente repetirse muchas veces con anhídrido carbónico, También este puede hacerse actuar bajo presión y la temperatura se puede aumentar hasta 80-100° C. Finalmente tambien es posible obtener el anhídrido carbónico del mismo mineral natural. Como aceleradores

95

100

105

110



115 del proceso pueden servir todas aquellas sustancias que en disolución acuosa pueden formar iones de hidroxilo o de hidrógeno, por ejemplo el amoníaco y el carbonato sódico por un lado o el ácido clorhídrico o sulfúrico por otro.

Ejemplo

120 5 a 6 kg. de pegmatita de berilio procedentes del Val Musul, cerca de Bozen se calientan durante 10 horas a unos 850-900°. A continuación este producto tostado se muele con agua, hasta que pase por un tamiz de unas 6.000 mallas y después el agua se elimina por decantación y la pegmatita molida se deseca al aire. Del polvo seco se toman 5 kg y se colocan en un depósito de porcelana que ten

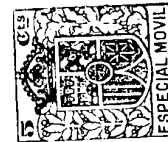
125 ga un agitador de madera, que realice por lo menos 100 vueltas por minuto. A través de la tapa del depósito llega un tubo hasta el líquido hasta casi la altura de las paletas. La agitación mientras dura la actuación del anhídrido carbónico, se prolonga durante varios días y debe ser muy uniforme. El agua que se emplee debe ser muy

130 pura y por unos 10 kg de su peso debe contener 50g de carbonato amónico. Después que se ha terminado la saturación de la disolución, se acidifica poco a poco y con precaución, con ácido clorhídrico hasta neutralización completa de la disolución, sin dejar mientras tanto de

135 agitar. A continuación se separa por centrifugación el residuo remanente, la disolución se evapora, se separa del ácido silícico por repetida evaporación con ácido, el filtrado definitivo de ácido silícico, se neutraliza con amoníaco y se trata con bicarbonato sódico en exceso.

140 Agitando frecuentemente se deja digerir la disolución durante unas dos horas y se filtra. A continuación el filtrado se vuelve a acidular con ácido clorhídrico y calentando se expulsa el anhídrido carbónico, después de lo

145 cual se precipita con amoníaco el hidrato de berilio, se



150 separa por filtración, se lava, se seca, y se calcina.

Efectuando varias extracciones del mismo mineral se puede por este metodo obtener prácticamente toda la cantidad de berilio contenido en él. La primera extracción proporciona aproximadamente 1/5 del óxido de berilio contenido en el mineral. El rendimiento depende aquí esencialmente del grado de finura del mineral molido.

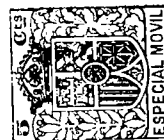
160 El nuevo procedimiento se diferencia de los conocidos de Vauquelin, Warren, Lebeau y otros, ante todo porque el estaque fundente necesario en todos estos procedimientos con potasa cáustica o carbonato sódico o fluoruro cálcico, se evita en el nuevo método pues según el mismo el mineral que contiene berilio se trata directamente con anhídrido carbónico en disolución acuosa y en estado de finísima división.

N O T A

165 Descrito suficientemente el presente invento, lo que se declara como de nueva y propia invención del petionario son las siguientes reivindicaciones.

170 1ª.- Un procedimiento para la obtención de combinaciones de berilio a partir de minerales que lo contienen, caracterizado porque estos minerales en estado de finísima molturación se tratan con anhídrido carbónico en presencia o ausencia de catalizadores ácidos o básicos, a temperatura ordinaria o calentando, a presión normal o elevada, y la disolución obtenida se sigue elaborando en la forma conocida en combinaciones de berilio, pudiéndose 175 repetir muchas veces este proceso de extracción en presencia de anhídrido carbónico.

2ª.- "Procedimiento para la obtención de combinaciones de berilio partiendo de minerales que lo contienen"



Todo según queda descrito en esta memoria que consta de siete hojas, escritas a máquina por una sola cara.-

Madrid 30 de Octubre de 1931.-

E. C. A.