



SEP. 1932

P.LH/.

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de invención por veinte años, por " Procedimiento para la obtención de substancias polimorfas en determinada forma cristalina ", a favor de la razón social I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, residente en Frankfurt a. Main (Alemania).-

=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=

Es sabido que en un gran número de elementos y combinaciones se presenta el fenómeno de la polimorfía. Con la diversidad de la estructura cristalina pueden también variar en estas substancias otras numerosas propiedades con ella ligadas como la dissociabilidad, el poder óptico, térmico, eléctrico, etc. Para la técnica es de importancia el preparar de una substancia solo una modificación determinada cuando ésta precisamente posee ciertas propiedades técnicamente apreciables, en grado preeminente y por eso es superior a las otras modificaciones de la misma substancia.



332

2.-

También es sabido que la transformación de las sustancias polimorfas tiene lugar en condiciones determinadas de temperatura y de presión y que además depende en ciertas circunstancias del tiempo durante el cual pueden ejercer su influjo estas condiciones. Se ha descubierto que las indicadas condiciones de transformación son considerablemente favorables cuando a un cuerpo polimorfo antes o durante la transformación se incorporan aquellas sustancias que poseen por sí mismas aquella forma cristalina que debe obtener el cuerpo polimorfo. El efecto de estos aditamentos se extiende tanto a la temperatura a que se puede realizar la transformación, como el tiempo, de tal manera que o la transformación de una modificación en otra perseguida puede realizarse a igual temperatura, a la que en otro caso se transforma la sustancia pura, en un tiempo mucho más breve, o bien, durante el tiempo por lo demás empleado, pero con temperatura más baja, y esto total o parcialmente, pero con rendimiento mejor que sin aditamentos. Por el ahorro de tiempo o de la energía necesaria para el caldeo se consigue también un importante progreso técnico. Otra ventaja del presente invento se halla en que al reducir la temperatura empleada para la transformación permite evitar perjuicios que con la temperatura más alta requerida cuando no existen aditamentos, pueden presentarse en una sustancia y los cuales pueden suprimir las ventajas logradas con la transformación, por ejemplo, en la técnica de los tintes, por empeorar otras propiedades.

El efecto favorable de los aditamentos descubiertos se presenta ya cuando se emplean en una proporción cuantitativa pequeña. En esto se encuentra otra ventaja técnica del procedimiento, pues por ello se evita encarecer inconvenientemente el proceso técnico.

El procedimiento puede llevarse a cabo incorporando los



S.P. 1932

3.-

aditamentos que favorecen la transformación, antes del calcinado en estado seco o húmedo a la substancia cuya transformación quiere realizarse en otra modificación. Los aditamentos pueden incorporarse también durante el caldeo o éste se realiza en dos períodos, efectuándose la adición entre estos dos períodos. También las substancias de acción favorable pueden producirse ya en la misma masa, bien por el hecho de que se formen de los componentes ya existentes en la mezcla, bien porque resulte a consecuencia de una transformación que experimenten las mismas durante el proceso de transformación, convirtiéndose en la forma de acción favorable.

Ejemplo 1.

Hidrato puro y seco de ácido titánico que en el examen röntgenográfico se comprueba estar compuesto de cristalitos de anatasia, se mezcla íntimamente con 4 partes de sulfato de manganeso o con la cantidad correspondiente de otra combinación de manganeso que al calentar se convierta también en óxido de manganeso, por cada 100 partes de TiO_2 y durante una hora se calienta a 800° . El producto se compone completamente de cristalitos de rutilo, mientras que el hidrato puro de ácido titánico, calentado sin aditamento, posee inalterada la estructura de anatasia después del mismo caldeo y solo se transforma en el 60 por 100 aun después de calcinarse durante una hora a 900° .

Ejemplo 2.

100 g de TiO_2 puro, en forma de hidrato seco de ácido titánico, se mezclan íntimamente con 1,8 g de SnO_2 (químicamente puro) y a 850 y/o 900° se calientan cada vez durante una hora. En igual forma se calcina el TiO_2 puro sin aditamento. El material de partida se compone de cristalitos de anatasia.



5 El TiO_2 calcinado sin aditamento, después de la calcinación a 850° se compone también solo de cristalitas de anatasa, mientras que el calcinado a 900° se compone de 60 % de rutilo y de 40 % de cristalitas de anatasa. El TiO_2 calcinado con aditamento se convierte por el contrario totalmente en rutilo a 900° y en el 20 % a 850° . En lugar de SnO_2 puede también emplearse otra sal de estaño, como cloruro estánico, que al calentarse se convierta en SnO_2 .

E j e m p l o 3.

10 Si se calcina hidróxido de aluminio u otras combinaciones de éste que al calentarse formen Al_2O_3 , entonces primeramente se forma óxido aluminico en la forma cristalina del llamado óxido aluminico γ que a temperaturas mas elevadas se transforma en la forma del óxido aluminico α , llamado corindon, realizándose precisamente esta transformación a temperaturas superiores a 1.225° .

15 Ahora bien para poder realizar esta transformación a temperaturas mas bajas, se deben incorporar al óxido aluminico otras sustancias que cristalicen con igual retículo cristalino que el corindon, por ejemplo, óxido férrico, sesquióxido vanádico u otras sustancias isomorfas.

20 En lugar del óxido pueden también emplearse otras combinaciones, por ejemplo, en el caso del óxido férrico, hidróxido de hierro, sulfato de amonio y hierro u otra combinación análoga de hierro en proporción cuantitativa correspondiente. De estas sustancias se forman luego al calentar el trióxido de hierro que cristaliza con el retículo del corindon.

25 Puede procederse de la siguiente manera :
300 partes en peso de alumbre de amonio se mezclan con 6,1 partes en peso de alumbre de hierro y se seca. Este material se
30 calienta durante media hora a 1.125° y el producto resultante



26.SEP.1932

5.-

se compone proxicamente la mitad de corindon y la mitad del óxido aluminico γ no transformado; si se emplea una temperatura algo mas alta, por ejemplo, de 1.150°, entonces la transformación del óxido aluminico γ en corindon es completa.

5 Por consiguiente la adición del alambre de hierro en la relación cuantitativa indicada rebaja la temperatura de transformación en unos 75 - 100°. Este intervalo de temperatura puede aumentarse o reducirse mas como se quiera variando la cantidad del aditamento de alambre de hierro.

10 Ejemplo 4.

10.000 partes en peso de sulfuro cincico precipitado se mezclan íntimamente con 1 parte de una sal de cobalto, por ejemplo, de sulfato de cobalto y algunas pruebas se calientan cada una durante una hora a diversas temperaturas. En iguales condiciones se calcina el sulfuro cincico precipitado sin adición de cobalto. Dicho sulfuro cincico precipitado es idéntico cristalográficamente a la blenda de cinc. Mientras que el sulfuro cincico puro se convierte por encima de 600° en wurtcita pura y luego entre 700 y 1.000° en una mezcla de wurtcita y blenda de cinc y solo por encima de 1.000° se transforma definitivamente en wurtcita pura, el sulfuro cincico calentado con adición de cobalto forma ya por encima de 600° wurtcita y conserva esta forma cristalina aun a temperaturas mas elevadas. El efecto de la adición del cobalto se debe a la formación de

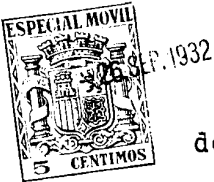
15

20

25

30

sulfuro de cobalto en la mezcla de partida durante el proceso de caldeo. Este sulfuro de cobalto cristaliza en la misma forma cristalina que la wurtcita y el efecto del nuevo procedimiento se manifiesta aquí por el hecho de que en la región de temperatura entre 700 y 1.000° se evita vuelva a formarse la wurtcita en la forma de la blenda de cinc, y antes bien se realice la formación de la wurtcita pura. En lugar de sulfuro



de cobalto pueden también emplearse cualesquiera otras substancias que cristalicen con el retículo de la wurtzita, por ejemplo, sulfuro férrico y sulfuro de níquel.

N O T A.-

5 Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como de novedad e invención propia, son las siguientes reivindicaciones :

10 1ª.- Un procedimiento para la obtención de substancias polimorfas en determinada modificación cristalina, caracterizado porque las substancias se someten a un tratamiento térmico en presencia de otras substancias que posean la misma estructura cristalina que la modificación perseguida.

15 2ª.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque la adición de la substancia que favorece la transformación, se realiza antes del proceso de transformación, después de lo cual la mezcla se pone a una temperatura adecuada para la transformación.

20 3ª.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque la adición se efectúa durante el proceso de la transformación.

4ª.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque la substancia de acción favorable se forma en la mezcla antes o durante el proceso de transformación por reacción química o física.

25 5ª.- Procedimiento para la obtención de substancias polimorfas en determinada forma cristalina.- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria descriptiva de seis páginas foliadas y escritas por una sola cara.

Madrid 26 de septiembre de 1932.
Leocadio López y López.-

P.P./