

MEMORIA

3081

descriptiva sobre:

"Procedimiento para la preparación del fluoruro
de glucina anhidro exento de oxido."

POR

Seri Holding S.A.

DE

Luxemburgo,

Gran Ducado de Luxemburgo

PATENTE DE INVENCION.

=====
Ref. BERYL - 226 - FLUORURATION - XX.
=====

Memoria descriptiva

17 SEPT. 19



sobre

"Procedimiento para la preparación del fluoruro
"de glucinio anhídrico exento de óxido".

=====

SOLICITANTES: SERI HOLDING, S. A., residente en Nº 5 rue
Philippe, Luxemburgo, Gran Ducado de
Luxemburgo.

=====

Las condiciones físico-químicas en las que resulta posible obtener el compuesto fluorado del glucinio al que corresponde exactamente la fórmula $Gl F_2$ son científicamente conocidas. No se había llegado hasta la fecha a realizar industrialmente la fabricación de dicho fluoruro, como no fuera por el procedimiento patentado anteriormente por la misma sociedad solicitante, con arreglo al cual se trata el fluoruro doble de glucinio y de amonio sometiéndolo a una calefacción que asegure la destilación del fluoruro de amonio, cuerpo volátil y que permita separar de esta manera y recoger el fluoruro de glucinio $Gl F_2$.

Con arreglo al presente invento han observado los recurrentes que podía prepararse dicho fluoruro de glucinio $Gl F_2$, en estado muy anhídrico y exento de óxido aplicando industrialmente en determinadas condiciones,

17 3 1



en particular de temperatura, que se concretarán a continuación, la reacción del ácido fluorhídrico gaseoso, aún en presencia de agua, sobre el óxido de glucinio bajo forma de hidrato seco y hasta óxido.

20. El procedimiento que corresponde al invento consiste pues en operar en caliente, sobre el hidrato de glucinio, de preferencia en estado seco, con ácido fluorhídrico gaseoso, en estado seco o aún no anhidro, pero con una humedad entonces en todos casos inferior a 20%.

25. Se opera con este ácido fluorhídrico en estado gaseoso que obra ventajosamente en un recipiente cerrado, cargado de este gas bajo presión o sin ella, en cantidad igual o superior a la que es necesaria a la fluoruración de la cantidad de hidrato de glucinio que se ha introducido.

30. Se obtiene de esta manera una producción semi-continua de fluoruro de glucinio.

Puede asimismo recurrirse al ácido fluorhídrico bajo forma de una corriente de gas continua, lo cual permite realizar el modo operatorio particularmente interesante que comprende la acción continua de una corriente gaseosa y da una producción continua de fluoruro de glucinio. Podrá también por otra parte, en este caso, asegurarse una introducción constante y continua en contra-corriente, del hidrato de glucinio $\text{Be}(\text{OH})_2$.

40. Por otra parte resulta posible intensificar la acción del ácido fluorhídrico sometiéndolo a una presión; en efecto, debido a las leyes fisico-químicas muy conocidas sobre el equilibrio de las reacciones, la operación se efectúa en condiciones particularmente ventajosas cuando el ácido fluorhídrico está bajo presión con relación al hidrato u óxido de glucinio.

Puede efectuarse también la operación sobre el óxido de glucinio hidratado, seco, que haya sufrido una compresión previa (lo cual permite reducir el volumen de los recipientes y obtener un consumo menor de energía térmica).

50.



Conforme al invento, se ha podido observar tambien que interesa en muchos casos operar la reacción en presencia de gas carbónico CO_2 para asegurar la evacuación del vapor de agua; la presencia de CO_2 es el medio más
55. indicado para evitar con certeza los riesgos de formación de oxifluoruro.

Con respecto a la temperatura que debe observarse, conviene efectuar la reacción a temperatura elevada, pero cuidando de que no se produzca, a raíz de una elevación
60. demasiado fuerte de temperatura, una volatilización del fluoruro de glucinio que se forma. Tambien podrá reducirse la temperatura hasta por debajo de la temperatura de fusión del fluoruro de glucinio, para obtener este último en
65. estado granular o esponjoso, pero no líquido. En la mayoría de los casos, conviene operar a una temperatura inferior a $700-750^\circ \text{C}$.

Hay interes en utilizar, para realizar la reacción, recipientes (tubos, hornos u otros recipientes) constituidos, o protegidos, por medio de materias, como por ejemplo la
70. fluorina Ca F_2 y/o óxido de glucinio, que están en un estado tal, o eventualmente tratados térmicamente de manera tal, que forman cuerpos, o revestimientos de recipiente, muy herméticos y compactos, y asegurando la impermeabilidad y resistencia de los mismos contra el ataque del ácido
75. fluorhídrico gaseoso; en otros términos, se opera la reacción en recipientes guarnecidos, si no compuestos, de materias que, por su naturaleza y/o su preparación, no corren peligro de ser desagregadas ni deterioradas por el ácido fluorhídrico gaseoso, y que son tales, que el
80. fluoruro de glucinio formado no se encuentra contaminado por otros compuestos en formación.

Conviene notar que, en determinados casos particulares, particularmente con objeto de liberar el fluoruro de glucinio en presencia de uno o varios fluoruros de otros
85. metales, en particular de los metales destinados a alearse

17 SET



con el glucinio, podría también operarse en un ambiente atacable por el ácido fluorhídrico, con objeto de liberar el o los fluoruros de los otros metales de referencia. De esta manera se consigue la posibilidad de utilizar materiales
90. capaces de ser atacados por el ácido fluorhídrico gaseoso a la temperatura de la reacción.

Se puede también, con objeto de realizar en una misma operación, la producción del fluoruro de glucinio y de fluoruros de otros metales, efectuar el ataque
95. con HF de una mezcla de diversos óxidos, para liberar, al mismo tiempo que el fluoruro de glucinio, los fluoruros correspondientes a estos diversos óxidos.

A título de ejemplo, en modo alguno limitativo, de realización del procedimiento conforme al invento, se
100. opera sobre el hidrato de berilio seco, introducido en un tubo de fluorina (que podría reemplazarse también por la glucina) que se eleva a una temperatura de ataque de 700-750° C., con ácido fluorhídrico gaseoso tal que al salir de los aparatos usuales de preparación, y
105. después de haber dejado que se cumpla la reacción durante el número de horas requerido, variando según la rapidez del ácido fluorhídrico gaseoso, se ha obtenido la transformación de todo el glucinio del hidrato en fluoruro de glucinio muy anhidro y exento de óxido,
110. presentándose bajo forma de granos sólidos. En este ejemplo, el ácido fluorhídrico gaseoso se había llevado al estado seco, pero no es necesario que este gas sea seco; la reacción se efectuaría asimismo perfectamente si el gas en contacto con el óxido fuera húmedo a la concentración
115. de 80-81% de HF, a la temperatura indicada anteriormente.

N O T A.

Habiendo ya descrito ampliamente la naturaleza del invento, así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica, se hace constar que las disposiciones
120. anteriormente descritas son susceptibles de ligeras

17 SEP



- 5 -

- modificaciones de detalle, sin que por ello se altere el principio fundamental del invento. También se hace constar que dicho invento se refiere a la patente italiana Nº 932.-Reg.422, de fecha 17 de Abril de 1937, acogiéndose,
125. por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención, por veinte años, en España:
- "Procedimiento para la preparación del fluoruro de glucinio anhídrido exento de óxido"; caracterizándose
130. por lo siguiente:
- 1ª.- Procedimiento para la preparación de fluoruro de glucinio anhídrido y exento de óxido, caracterizado por el hecho de que se opera, en caliente, con ácido
135. fluorhídrico gaseoso en estado seco, o con una humedad inferior a 20%, sobre el hidrato de glucinio.
- 2ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que se opera con el ácido fluorhídrico gaseoso bajo la forma de una corriente
140. gaseosa continua.
- 3ª.- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizado por el hecho de que, para intensificar la acción del ácido fluorhídrico gaseoso, se emplea bajo presión.
145. 4ª.- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado por el hecho de que se comprime previamente el hidrato de glucinio seco.
- 5ª.- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado por el hecho de que se opera
150. con el ácido fluorhídrico gaseoso a una temperatura inferior a la temperatura de fusión del fluoruro de glucinio.
- 6ª.- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado por el hecho de que se efectúa la reacción del ácido fluorhídrico sobre el hidrato de
155. glucinio, en un aparato tal como un tubo, un horno u otro

17 SE



recipiente revestido o compuesto de una materia como la fluorina y/o la glucina que haya sido sometida en caso necesario a un tratamiento para asegurar la impermeabilidad y la resistencia del recipiente contra el ataque por el ácido fluorhídrico gaseoso.

7º.- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1ª a 6ª, caracterizado por el hecho de que se opera la reacción en presencia del gas carbónico.

8º.- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado por el hecho de que, para realizar la producción simultánea del fluoruro de glucinio y de fluoruros de otros metales, se efectúa la reacción en ambiente atacable por el ácido fluorhídrico gaseoso, o se opera el ataque en una mezcla de diversos óxidos.

170. "Procedimiento para la preparación del fluoruro de glucinio anhidro exento de óxido"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Este memoria consta de seis hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 17 Septiembre de 1937.

SERI HOLDING, S.A.

P.P.

A large, stylized handwritten signature in black ink, appearing to read "García" or similar, written over a horizontal line.