

164794

1494

P - 3319.



15 FEB. 1944

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E      D E      I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de DEUTSCHE GOLD-UND SILBER-SCHNEIDANSTALT VORMALS ROESSLER, entidad alemana, establecida en Weissfrauenstrasse 5-11, Frankfurt a/M, Alemania, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE OBTENER CLORURO DE BERILIO ANHIDRO".

=====

El invento se refiere a la obtención de cloruro de berilio anhidro por la acción de cloro, gases clorados o combinaciones gaseosas de cloro de acción clorante sobre mezclas de combinaciones de berilio con sustancias que contengan carbono, a elevadas temperaturas. En la patente francesa número 817.502 de la solicitante se ha dado ya a conocer la obtención del cloruro de berilio por calentamiento de una mezcla, - que sirve de resistencia a la corriente, - de combinaciones de berilio, especialmente óxido de berilio,



164794

15 FEB. 1944

con carbón conductor de corriente, como por ejemplo, coque, carbón de retorta, grafito o similares, y con introducción de gas cloro. También se propuso emplear una mezcla coquizada de óxido de berilio con carbón y pez en forma de fragmentos, gránulos o briquetas. Para realizar el proceso de cloración se necesitaban temperaturas de unos 1.150 - 1.200<sup>o</sup> C (véase ejemplo 2). El presente invento permite la obtención de cloruro de berilio anhidro por cloración de mezclas moldeadas de combinaciones de berilio, como el óxido de berilio, con carbón y aglutinantes, por ejemplo, pez, por calentamiento interno eléctrico, de manera especialmente sencilla y ventajosa, en particular empleando temperaturas que se pueden mantener notablemente inferiores a las arriba citadas de 1.150-1.200<sup>o</sup>. Según el invento, para obtener el cloruro de berilio se emplean mezclas moldeadas de hidróxido de berilio obtenido por precipitación con carbón no conductor o mal conductor, con preferencia carbón vegetal y aglutinantes, por ejemplo pez, que se someten a un calentamiento después del moldeo. Para obtener el hidróxido de berilio adecuado para la preparación de los cuerpos moldeados se puede proceder, por ejemplo, tratando una solución de una sal de berilio, por ejemplo, el sulfato, con un precipitante adecuado, por ejemplo amoniacco. El hidróxido precipitado se puede mezclar, después de separarlo del líquido, con, por ejemplo, carbón vegetal y pez, dar a la mezcla la forma deseada en cuerpos moldeados y someter éstos a un proceso de coquización. De este modo, según se



164794

15

ha descubierto, se obtienen productos que se distinguen por su especial capacidad de reacción y que son especialmente adecuados para realizar el proceso de cloración. Ventajas especiales son, por ejemplo, que el proceso de cloración puede realizarse a temperaturas notablemente más bajas que las de 1.150-1.200° aproximadamente necesarias hasta ahora, por ejemplo, a unos 800-900°, y que los cuerpos moldeados, durante el proceso de transformación en el horno, conservan su forma de pedazos, o sea que no se desmenuzan y disgregan, lo cual es una gran ventaja para la realización fácil, especialmente en los trabajos continuos.

Según se ha descubierto, los cuerpos moldeados según el invento tienen además de una excelente permeabilidad a los gases, una conductibilidad para la corriente tan buena que se pueden aplicar con ventaja como cuerpos de resistencia, lo cual es sorprendente por cuanto el carbón empleado, especialmente el carbón vegetal, en sí mismo no es conductor de corriente, o lo es en pequeña medida.

Para realizar el procedimiento se puede proceder, por ejemplo, como sigue:

Una solución acuosa de sulfato de berilio, cuyo contenido en éste ( $\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{aq}$ ), puede ser por ejemplo desde el 5% hasta el límite de saturación, se precipita al calor, por ejemplo, entre 70 a 100° C, con amoníaco, por ejemplo, añadiendo una solución acuosa de amoníaco o introduciendo amoníaco gaseoso. El precipitado gelatinoso, que se compone en parte de hidróxido y en parte de sulfatos



164794

de alta basicidad, se filtra y se lava superficialmente. Se ha comprobado que es conveniente dejar cierta cantidad de sulfato en el hidróxido de berilio. Por tanto se recomienda practicar el lavado de manera que no se separe todo el sulfato. Luego el precipitado, que contiene como de 90 a 95% de agua, se filtra y se somete a un proceso de desecación, por ejemplo, secándolo por calentamiento a temperaturas que adecuadamente no rebasan los 100°C, hasta un contenido de agua del 50% aproximadamente. El hidróxido de berilio así obtenido se mezcla íntimamente con polvo de carbón vegetal y pez o alquitrán o ambos por ejemplo moliendo juntos en un molino de bolas el hidróxido de berilio y el carbón, y luego mezclándolos al calor con el aglutinante, por ejemplo, alquitrán de madera. Según que la mezcla se haya de briquetar en moldes o, por ejemplo, por medio de una prensa continua, se mantiene mas o menos húmeda. En general se ha comprobado que es ventajoso regular la proporción de cantidades del hidróxido de berilio, el carbón y el aglutinante coquizable, por ejemplo, alquitrán, de manera que la proporción de óxido de berilio y carbón en el producto coquizado sea aproximadamente de 1 : 2 a 1 : 3. La coquización de los cuerpos prensados puede hacerse, por ejemplo, sometiéndolos a un proceso de calentamiento a unos 800°C, con lo cual el agua de hidróxido y los componentes volátiles del aglutinante se destilan o descomponen respectivamente y queda un cuerpo muy sólido de óxido de berilio y carbón. Los cuerpos moldeados así obtenidos tienen, como ya se ha dicho, la pro-



164794

15 FEB. 1944

5           piedad de que en amontonamiento suelto pueden conducir ya la corriente eléctrica tan bien que pueden emplearse como cuerpos de resistencia en la cámara de reacción. Para realizar el proceso de cloración los cuerpos moldeados se vuelcan en el horno, por ejemplo en un horno de cuba. El procedimiento se practica adecuadamente empleando primero grandes tensiones de corriente y reduciéndolas mas tarde. Según se ha demostrado, por lo general no basta forzar el paso de la corriente por mera aplicación de la tensión eléctrica, porque

10           el montón suelto, incluso a tensiones relativamente altas, al principio no toma perceptiblemente corriente. Pero esta dificultad, según se ha descubierto, se puede vencer de modo muy sencillo sometiendo la carga a una sacudida por una vez, y en su caso varias, lo cual puede hacerse, por

15           ejemplo, tratando la cuba del horno con algunos golpes, por ejemplo, con un martillo. Por lo general, ya a la primera sacudida tiene lugar una admisión de corriente. Por la repetición reiterada se provoca un estado que permite un paso de corriente duradero. Una vez que se ha logrado la

20           conducción de corriente, se calienta el material vertido en un tiempo relativamente corto, y luego el paso de la corriente se realiza ya sin medidas auxiliares. Ahora se pueden regular en la forma deseada la corriente y la tensión y llevar el calentamiento de la masa en un tiempo prudencial a la altura que se desee. Como la conductibilidad

25           del material vertido aumenta al subir la temperatura, es adecuado tener en cuenta este hecho mediante una regulación



164794

5 conveniente de la tensión. Se citará como ejemplo que, en el funcionamiento en un horno de unos 60 l. de espacio útil, a una distancia de electrodos de 40 cm, se puede empezar con una tensión inicial de unos 100-120 voltios, y la misma se puede bajar en el curso de algunas horas hasta unos 30 voltios, por lo cual las intensidades de la corriente experimentan no obstante un aumento muy considerable, de manera que la admisión de potencia total en kw puede llegar, por ejemplo, de 0 a 10-12 kw.

10 La puesta en marcha del horno, el arranque, puede, según se ha descubierto también, facilitarse o favorecerse cuidando de que de antemano haya en la cámara del horno cloro u otro agente clorante adecuado.

15 A una temperatura del material vertido de unos 700°, aparece ya claramente la formación de cloruro de berilio. A 800-900° transcurre en general con bastante rapidez para los fines prácticos. En determinados casos, la temperatura puede aumentarse aún algo más, por ejemplo, hasta 950 ó 1.000°. Pero en general esto no es necesario. 20 El cloruro de berilio al destilar puede precipitar en un condensador unido al horno.

25 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania, el 16 de Marzo de 1943, bajo el número D. 90.266 IVb/12m, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.



164794

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

----- OoO -----

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

5

1º. Un procedimiento de obtener cloruro de berilio anhidro por la acción de cloro, gases que lo contengan o combinaciones de cloro gaseosas de acción clorante sobre mezclas moldeadas de óxido de berilio y carbón, que por medio de una corriente eléctrica que pasa al través de ellas se calientan a la temperatura de reacción; caracterizado por el empleo de cuerpos moldeados que se han obtenido de mezclas de hidróxido de berilio obtenido por precipitación con carbón no conductor o mal conductor, con preferencia carbón vegetal, y aglutinantes como pez, o alquitrán y calentamiento después del moldeo.

10

15

2º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado por el empleo de cuerpos moldeados hechos de hidróxido de berilio, que se ha obtenido por precipitación con amoniaco de una solución de una sal de berilio, por ejemplo, sulfato de berilio.

20

3º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado por el empleo de cuerpos moldeados que se han obtenido de mezclas de una solución de sal de berilio, por ejemplo, una solución de sulfato de berilio con carbón en polvo, tratamiento de la mezcla con precipitantes,

25



164794

por ejemplo amoniaco, conversión en cuerpos moldeados y calentamiento de estos últimos.

5 4a. Un procedimiento según se reivindica en los puntos 2a y 3a, caracterizado porque para preparar los cuerpos moldeados por precipitación de sales de berilio se emplea hidróxido de berilio formado que aun contiene una sal de berilio, por ejemplo sulfato de berilio básico.

10 5a. Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1a a 4a, caracterizado por el empleo de cuerpos moldeados obtenidos por mezcla de hidróxido de berilio precipitado y aun húmedo, por ejemplo, con un contenido de 90% de agua aproximadamente por ejemplo, poniendo el producto de precipitación a un contenido de agua mas bajo, por ejemplo un 50%, y elaborando el producto así obtenido en cuerpos  
15 moldeados.

6a. Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1a a 5a, caracterizado porque el proceso de cloración se realiza a temperaturas inferiores a 1.000a, con preferencia entre 800 y 900a.

20 7a. Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1a a 6a, caracterizado porque al empezar se emplean tensiones relativamente altas, y la tensión se reduce al aumentar la conductibilidad del material, favoreciéndose ventajosamente el comienzo por sacudida del material o por la presencia del agente clorante, o por ambas medidas.  
25

8a. Un procedimiento de obtener cloruro de berilio anhidro.



164794

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

Esta memoria consta de ocho hojas y la presente, escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid, 15 FEB. 1944

P. - A.

Alberto de Elizaburu  
Por Poder