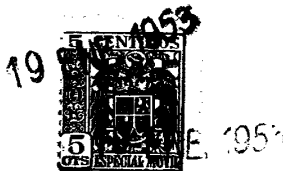


207307

P - 10.678.-

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



207307

19 ENE. 1953

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de GODFREY L. CABOT INC., entidad norteamericana,
establecida en 77 Franklin Street, Boston, Massachusetts,
Estados Unidos de América, por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR FLUORURO
DE CALCIO DE GRAN PUREZA Y SILICE A PARTIR DE ESPATO
FLUOR SILICEO

Este invento se refiere a un procedimiento
para producir fluoruro de calcio de gran pureza y sílice a
partir de espato flúor silíceo.

El espato flúor es un mineral común que se
da naturalmente en muchas partes del mundo. Sin embargo,

5

207307



no se encuentra extensamente fluoruro de calcio sustancialmente puro, sino que usualmente está contaminado con otros materiales, especialmente materiales síliceos. El valor del espato flúor depositado varía considerablemente con su grado de contaminación. El más valioso es el espato flúor que tiene un gran contenido de CaF_2 y un bajo contenido en SiO_2 . Para el uso comercial, el espato flúor no puede contener más de aproximadamente 12% de sílice; y cuando se usa como materia prima para la producción de ácido fluorhídrico, el espato flúor no puede contener menos de 97% de CaF_2 ni más de 1,5% de SiO_2 . Una gran proporción de los depósitos de espato flúor síliceo en el mundo están por debajo del actual standard mínimo de pureza.

Quando el espato flúor contiene más de aproximadamente 12% de sílice ha sido impracticable hasta ahora hacer uso de su flúor en la mayoría de las aplicaciones. Esto es debido al hecho de que cuatro moléculas de flúor reaccionan con cada molécula de sílice para formar tetrafluoruro de silicio, haciendo de este modo que la mayor parte del flúor no quede disponible para su uso efectivo en operaciones convencionales. En los procedimientos de extracción el SiF_4 resultante escapa como gas o, cuando hay presente agua, se forma ácido fluosilícico (H_2SiF_6).

Como medida de su utilidad el espato flúor se clasifica según sus "unidades efectivas" de fluoruro de calcio. Estas unidades son determinadas sustrayendo del peso del espato flúor 2,6 veces el peso (calculado como porcentaje del total) de su contenido en sílice. Así, la deno-

207307



minada calidad "ácida" a partir de la cual se produce fluoruro de hidrógeno debe consistir en 93 unidades efectivas (97% CaF_2), la calidad cerámica de 87 unidades efectivas y la más baja, o metalúrgica, en 60 unidades efectivas.

5 Aún cuando se ha sabido desde hace tiempo que el espato flúor silíceo podía desprenderse de su contenido de sílice tratando el mineral con ácido fluorhídrico, hasta ahora dicho procedimiento ha sido manifiestamente impracticable, ya que se consume una cantidad equivalente de ácido
10 fluorhídrico y no se consigue una ganancia de flúor. Con anterioridad a nuestro invento, que sepamos nosotros, no se ha diseñado un procedimiento practicable para eliminar mediante él la sílice del espato flúor silíceo económicamente. El objeto principal de nuestro invento es crear un procedi-
15 miento de esta clase.

También es un objeto de nuestro invento crear un procedimiento en el cual la sílice puede separarse del espato flúor silíceo para producir fluoruro de calcio sustancialmente puro y sílice finamente dividida con solo un
20 consumo pequeño de HF.

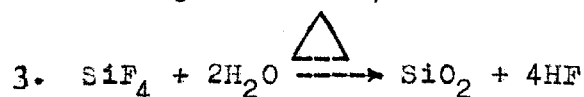
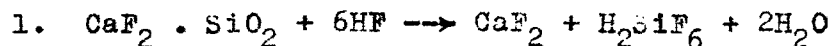
También es un objeto de nuestro invento crear un procedimiento continuo para la producción de fluoruro de calcio sustancialmente puro y sílice finamente dividida a partir de espato fluor silíceo.

25 Los objetos de nuestro invento se consiguen haciendo reaccionar espato fluor silíceo con ácido fluorhídrico con lo cual la sílice se combina con el ácido para formar ácido fluosilíceo, separando el fluoruro de calcio,



vaporizando el ácido fluorsilícico e hidrolizando sus vapores a sílice a elevada temperatura y separando la sílice del HF a una temperatura a la cual la sílice no es sustancialmente reactiva para el HF. Los gases procedentes de la reacción de la hidrólisis se lavan luego con agua para poner en libertad el fluoruro de hidrógeno de otros gases presentes y el fluoruro de hidrógeno se devuelve al ciclo. Se añade nuevo HF al sistema según se necesite.

Se observará que el procedimiento se soporta en gran medida por sí mismo, ya que el espato flúor que constituye la materia prima es alimentado al reactor. Teóricamente, no se requiere nuevo fluoruro de hidrógeno, aunque en la práctica son inevitables pequeñas pérdidas como del 5 al 10%. Las reacciones del proceso marchan de acuerdo con las ecuaciones siguientes:



De acuerdo con nuestro invento, el procedimiento llegará a su terminación según las citadas ecuaciones, cuando la hidrólisis del SiF_4 se realiza a elevadas temperaturas y el producto sílice se separa del HF a elevadas temperaturas, o si lo es a menores temperaturas, se separa del HF antes de que la reacción se invierta y se esta-



blesca un nuevo equilibrio. En tales condiciones, la mayor proporción de fluoruro de hidrógeno utilizado en el procedimiento puede recuperarse y devolverse al ciclo para que reaccione con espato flúor silíceo que constituye la nueva materia prima. La devolución al ciclo del cloruro de hidrógeno es una operación importante en el procedimiento de nuestro invento.

Estas y otras características de nuestro invento se comprenderán mejor y se apreciarán por la siguiente descripción de una forma preferida de practicar nuestro procedimiento tomada conjuntamente con los dibujos anejos, en los cuales:

La figura 1 es un diagrama de paso del procedimiento;

la figura 2 es una vista en sección longitudinal de la extremidad de entrada de una forma adecuada de cámara hidrolizadora;

la figura 3 es una representación gráfica del logaritmo de la constante de equilibrio para la reacción $\text{SiF}_4 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{SiO}_2 + 4\text{HF}$, contra el recíproco de la temperatura (1.000 dividido por temperatura, en grados Kelvin); y

la figura 4 es un gráfico de conversión porcentual de H_2SiF_6 a SiO_2 y HF contra el recíproco de la temperatura (1.000 dividido por temperatura, en grados Kelvin) convertido también a temperatura en grados centígrados).

Con referencia a los dibujos, se introduce espato flúor silíceo en un reactor 10 a través de una entrada 12 y se pone en contacto con ácido fluorhídrico que es



introducido a través de una tubería compensadora 14 y una tubería de devolución al ciclo 15. El ácido fluorhídrico está con preferencia en solución acuosa y puede ser de cualquier concentración adecuada. El contacto puede ser auxiliado por mezcladores adecuados (que no se han representado) en el reactor. Los constituyentes silíceos del espato flúor reaccionan con el ácido fluorhídrico y con el agua presentes produciendo ácido hidrofusilícico. Cualquier óxido de calcio o carbonato que pueda estar presente es convertido a fluoruro de calcio. El fluoruro de calcio así formado y el originalmente presente en el espato flúor forman una papilla con el agua y el ácido fusilícico que está presente.

Esta papilla se lleva a través de una tubería 16 a un separador 18 que puede ser convenientemente un filtro rotativo, en el cual se realiza una separación del fluoruro de calcio de los constituyentes líquidos de la papilla. El fluoruro de calcio se retira del separador a través de una tubería 20 y se recupera.

El ácido hidrofusilícico libertado de su contenido en CaF_2 se lleva desde el separador 18 a través de un conducto 22 a un vaporizador adecuado 24, donde se calienta por encima de su temperatura de ebullición. Al vaporizar, el ácido hidrofusilícico se descompone en tetrafluoruro de silicio, ácido fluorhídrico y vapor de agua. Estos vapores se llevan por la tubería 26 a un hidrolizador 28 en el cual se lleva a cabo una hidrólisis de estos productos a alta temperatura.

El hidrolizador 28 puede comprender cualquier

207307



aparato adecuado para realizar la hidrólisis a alta temperatura (con preferencia de más de 593° C.) de los vapores que salen del vaporizador 24. Un dispositivo de esta clase se muestra en la figura 2.

5 El reactor 28, que puede ser de cualquier forma conveniente de sección transversal, pero que en la figura 2 se muestra generalmente cilíndrico, consiste en un cuerpo metálico 30 forrado con un material refractario adecuado 32 para formar una cámara de reacción 34. La extremi-
10 dad de entrada de la cámara 34 está cerrada por un cabecero metálico espiral 36 que tiene un conducto 38 que conduce tan-
gencialmente dentro de ella.

Los reactivos para la hidrólisis se introducen en el reactor 28 a través de un quemador 40 que consis-
15 te en un tubo metálico centrado en el cabecero 36 y dirigido axialmente a través de él dentro de la cámara de reacción 34. Concéntricamente centrado en el tubo quemador 40 hay un tubo más pequeño 42 que es una prolongación de la tubería 26 de alimentación de los reactivos. Un prensa-estopas 44
20 impide la fuga a través de la parte del tubo 42 que pasa por el lado del tubo 40.

Un gas combustible, que puede ser un hidrocarburo líquido vaporizado, o uno gaseoso, previamente mez-
clado con aire, se introduce por el tubo quemador 40 dentro
25 de la cámara de reacción 34 donde se quema por completo. A través del conducto tangencial 38 puede alimentarse aire adicional que puede ser requerido para soportar la combustión completa del gas combustible.

207307



En esta fase del procedimiento de nuestro invento, los vapores fluosilíceos procedentes del vaporizador 24 fluyen dentro de la cámara 34 del reactor 28 donde son hidrolizados en la llama del quemador 40 para producir sílice y fluoruro de hidrógeno. Los productos de la combustión y de la hidrólisis se retiran del extremo de aguas abajo del reactor a través de un tubo aislado o calentado de escape 46 y fluyen a un separador de sílice 48.

Es esencial, por supuesto, que la sílice sea retirada de la presencia del fluoruro de hidrógeno antes de que tenga oportunidad para combinarse de nuevo con él. No habrá reacción entre la sílice y el HF con tal de que se separen a temperaturas suficientemente elevadas. Por consiguiente, los gases producidos se hacen pasar a través del separador 48 a una temperatura por encima de unos 593° C. y con preferencia mayor, ilustrándose en la figura 4 la eficacia de la separación a temperaturas dadas. Aún cuando los aglomeradores eléctricos o sónicos adecuadamente construidos seguidos por uno o más separadores ciclónicos darán una recuperación adecuada de sílice desde los gases portadores se ha comprobado que los filtros cerámicos porosos son especialmente eficaces. Así el separador 48 consistirá preferentemente en una cámara de filtro de la cual la sílice pueda separarse eficazmente y en esencia por completo del HF y de los gases de combustión producidos y retirarse por la tubería 50.

Los productos gaseosos de la hidrólisis se expulsan del separador 48 a través de una tubería 52 por la cual son llevados a una o más torres de absorción convencio-



nales 54. De acuerdo con la operación usual de tales ab-
sorbedores, los gases son lavados con corrientes de agua
que absorben y separan de ellos el fluoruro de hidrógeno.
Los gases depurados pueden dejarse luego escapar de la to-
5 rre de absorción a través de una tubería 56. Puede dispo-
nerse un ventilador 58 en la tubería 56 para dar las nece-
sarias condiciones de flujo a través del sistema.

El fluoruro de hidrógeno recuperado en el
absorbedor 54 está, por supuesto, fuertemente diluido. Por
10 consiguiente, una parte mayor del mismo está disponible para
su nueva circulación a través del absorbedor como parte del
líquido de lavado. Así, el HF diluido retirado de la parte
inferior del lavador a través de una tubería 60 se divide
en dos corrientes, una de las cuales es una corriente de de-
15 volución al ciclo llevada por un tubo 62 y una bomba 64 y la
otra es una corriente de reactivo llevada por un tubo 66.
Se añade agua nueva de compensación según es preciso al ab-
sorbedor 54 a través de un tubo 68.

El HF que ha de usarse para la reacción ini-
20 cial en el reactor 10 es llevado por el tubo 66 a un concen-
trador 70 en el cual se elimina el agua en exceso, y este
agua puede usarse ventajosamente como agua de lavado. El HF
concentrado es devuelto luego al reactor 10 por la tubería
15 para completar el ciclo del proceso.

25 Otros aparatos adecuados para conseguir los
objetos de nuestro invento serán fácilmente evidentes para
los técnicos. Por ejemplo, la hidrólisis de los constitu-
yentes fluosilíceos puede conseguirse en un reactor del tipo



de impacto en lugar del horno mostrado en la figura 2. O puede conseguirse en un reactor calentado exteriormente en el cual los gases de combustión no puede mezclarse con los constituyentes fluosilíceos. Como los vapores fluosilíceos contendrán en todo caso agua suficiente para completar la reacción de hidrólisis, el agua adicional obtenida de la combustión de gases hidrocarburoados no es esencial para el procedimiento. Cuando el hidrolizador es calentado exteriormente, el gasto de aportación de calor es mayor, pero la concentración del HF en la tubería de retorno 15 puede mantenerse sin la ayuda del concentrador 70. Análogamente, pueden emplearse otros tipos de aparatos para llevar a cabo el procedimiento de nuestro invento sin apartarse por ello de su alcance.

La sílice producida por la hidrólisis de los constituyentes fluosilíceos en el reactor 28 puede ser similar a la producida según el procedimiento de la Patente norteamericana número 2.535.036. Es un polvo blanco impalpable que tiene una densidad inicial aparente de entre 50 y 160 grs. por decímetro cúbico, más o menos, y un área superficial específica tan grande como 200 metros cuadrados por gramo más o menos, dependiendo de la temperatura y de la velocidad de la hidrólisis. La similitud entre la sílice producida por nuestro invento y el del invento de la citada Patente norteamericana, se debe probablemente al hecho de que en ambos inventos la hidrólisis de los constituyentes fluosilíceos se lleva a cabo en la fase vapor.

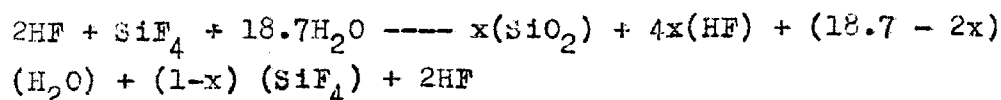
Sin embargo, la diferencia de la hidrólisis



en la Patente norteamericana citada, la operación de hidrólisis en nuestro invento debe llevarse a cabo a elevadas temperaturas, 593° C. o más, a fin de obtener los rendimientos de ácido fluorhídrico que se requieren para hacer que el procedimiento en general de eliminar la sílice del espato flúor silicéo sea una empresa practicable. Este hecho puede establecerse bien en teoría, así como por experimentos prácticos como se ilustra en el siguiente ejemplo.

EJEMPLO 1.

El material saliente del vaporizador 24 tenía una concentración de 30% de H_2SiF_6 , es decir, que por cada mol de H_2SiF_6 había 18,7 moles de agua. La hidrólisis marchó como sigue:



donde x = moles de SiO_2 producidos. La mezcla de equilibrio contenía así lo siguiente: $4x + 2$ moles HF, $18,7 - 2x$ moles H_2O y $1-x$ SiF_4 , o un total de $21,7 + x$ moles. A presión constante el equilibrio de la reacción variará con la temperatura, siendo la constante de equilibrio K_p igual a

$$\frac{(p_{HF} (g))^4}{(p_{SiF_4} (g)) (p_{H_2O} (g))^2}$$

Como ha sido determinado experimentalmente por Ryss en Zhur.



Phys. Chem. (USSR 14) 571 1940) el logaritmo de la constante de equilibrio es una función rectilínea del recíproco de la temperatura. Esto se representa gráficamente en la figura 3.

5 De la fórmula anterior puede determinarse fácilmente que a 1.136 ° K (862° C.) la hidrólisis de la solución de H_2SiF_6 al 30% quedará completada en un 86%.

10 La figura 4 ilustra gráficamente la relación de equilibrio entre temperatura de hidrólisis y conversión porcentual de ácido fluosilícico a dióxido de silicio y ácido fluorhídrico. Será evidente por este gráfico que la hidrólisis debe llevarse a cabo a una temperatura de más de 593° C. a fin de conseguir una conversión del 50%. Como quiera que, en la práctica, es inadecuada una conversión

15 de ácido hidrofúosilico a sílice y ácido fluorhídrico tan baja como el 50%, preferimos emplear temperaturas de hidrólisis y al mismo tiempo, separar la sílice del HF a temperaturas por encima de 815° C. a fin de conseguir una conversión del 80% o mejor.

20 Hay dos factores adicionales que afectan a la eficacia del proceso de recuperación. Uno de ellos es que los productos de la combustión del hidrolizador no alcancen un estado de equilibrio con tanta rapidez como son enfriados. Por consiguiente, incluso aunque ocurra algo de enfriamiento entre el hidrolizador y el separador de sílice,

25 la pérdida debida a la reconversión al enfriar que habría de esperarse por los datos de equilibrio se realiza raras veces y la separación puede conseguirse ordinariamente a

207307



temperaturas algo menores sin una pérdida correspondiente
debida a la reconversión. Otro factor que afecta a la efi-
cacia de la recuperación es la solubilidad en agua del te-
trafluoruro. Por consiguiente, incluso si un porcentaje
5 substancial de ácido fluosilícico no se hace reaccionar to-
talmente a sílice y ácido fluorhídrico en el hidrolizador,
será absorbido en el agua de lavado de las torres de absor-
ción y puede devolverse al ciclo al reactor 10.

Los efectos beneficiosos del procedimiento
10 de nuestro invento podrán ilustrarse mejor por la siguiente
serie de ejemplos, que exponen los resultados de hacer reac-
cionar muestras determinadas de espato fluor de acuerdo con
nuestro procedimiento.

15 EJEMPLO 2.

Unos 15 grs. de espato fluor silicioso tritu-
rado que contiene menos de 60 unidades efectivas se digirie-
ron a temperatura ambiente con 110 grs. de ácido fluorhídri-
co acuoso 30%. Después de retirar el filtrado de fluoruro
20 de calcio, el líquido residual se vaporizó y se introdujo
dentro de un reactor cerrado en el centro de una llana de
gas hidrocarburoado de combustión completa. La sílice se re-
cuperó a una temperatura por encima de 1.093° C. con un ren-
dimiento de 90% de la teoría y el HF se lavó de los gases de
25 reacción producidos con agua, se concentró y se recuperó.

207307



EJEMPLO 3.

Se empleó el procedimiento bosquejado en el ejemplo 2 para una muestra de espato flúor que tiene el análisis siguiente:

$$\text{SiO}_2 = 23,2\%; \text{CaF}_2 = 67,5\%; \text{CaCO}_3 = 1\%; \text{inertes} = 8,3\%$$

Después de la reacción los sólidos recuperados de la filtración tenían el análisis siguiente:

$$\begin{aligned} \text{SiO}_2 &= 3,19\%; \text{CaF}_2 = 86,3\%; \text{inertes} = 10,6\% \\ \text{u } 86,3 - (3,19 \times 2,6) &= 78,0 \text{ unidades efectivas de } \text{CaF}_2 \end{aligned}$$

En este ejemplo, se observará que por el procedimiento de nuestro invento, una muestra de espato flúor, por lo demás inútil, se ha convertido en un espato flúor metalúrgico de alta calidad.

Análogamente, por el procedimiento de nuestro invento es posible convertir un espato flúor por lo demás inútil, en un material de calidad de ácido. Un ejemplo de ello se expone a continuación.

EJEMPLO 4.

Un espato fluorosilíceo con el análisis: $\text{SiO}_2 = 20\%$, $\text{CaF}_2 = 79\%$ y $\text{CaCO}_3 = 1\%$, para 27 unidades efectivas de CaF_2 , se empleó como materia prima en un ensayo realizado

207307



según el procedimiento del ejemplo 2. 95% de su producto sílice se retiró y recuperó para producir un espato flúor que contiene 95 unidades efectivas de fluoruro de calcio.

5 Es evidente que el espato flúor producido de cualquiera de los ensayos del procedimiento puede seguirse tratando de acuerdo con el procedimiento de nuestro invento para producir fluoruro de calcio sustancialmente puro. Los inertes se puede retirar fácilmente por técnicas conocidas.

10 Como puede verse por la descripción que antecede, en el proceso cíclico de acuerdo con el invento solo reacciona el dióxido de silicio al paso que el fluoruro de calcio es separado. El procedimiento según el invento puede emplearse, por tanto, de un modo totalmente general con 15 ácido silícico reactivo, por ejemplo, Kieselgur, y el empleo del procedimiento según el invento a productos de partida que contienen ácido silícico reactivo preferentemente cae dentro de su alcance.

20 De este modo pueden prepararse ácidos silícicos de paso específico muy pequeño y gran superficie, tales como pueden emplearse útilmente para los fines de aplicación más diversos.

25 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 19 de Enero de 1.952, bajo el número 267.254, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

207307



- N O T A -

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

5 1º.- Un procedimiento para la producción de fluoruro de calcio de gran pureza y sílice a partir de espato flúor silíceo, que comprende las operaciones de hacer reaccionar el espato flúor con ácido fluorhídrico, retirar el fluoruro de calcio producido de los productos líquidos de reacción, vaporizar dichos productos líquidos e hidrolizar sus vapores a temperatura elevada, separar la sílice producida de los productos gaseosos de la hidrólisis, separar el fluoruro de hidrógeno de dichos productos gaseosos de la hidrólisis y devolver al ciclo por lo menos una parte del ácido fluorhídrico resultante para reacción con espato flúor silíceo adicional.

10 2º.- El procedimiento según se reivindica en el punto 1º, en el cual el ácido fluorhídrico reacciona con el espato flúor silíceo está en solución acuosa.

15 3º.- El procedimiento del punto 1º en el cual la hidrólisis se lleva a cabo en una llana de hidrocarburo en una cámara de reacción cerrada a una temperatura



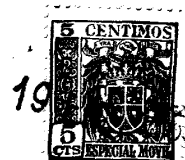
por encima de 593° C. y en el cual por lo menos una parte del agua para la hidrólisis se produce por combustión del hidrocarburo en un gas que contiene oxígeno.

5 4º.- El procedimiento del punto 1º, en el cual la mayor parte del ácido fluorhídrico reaccionado con el espato fluor silíceo se obtiene a partir de la hidrólisis de los productos de reacción líquidos.

10 5º.- El procedimiento del punto 1º, en el cual la sílice producida en la operación de hidrólisis del procedimiento se separa del fluoruro de hidrógeno a una temperatura por encima de 593° C.

15 6º.- El procedimiento según se reivindica en el punto 2º, en el cual por lo menos una parte del agua para la hidrólisis de los productos de reacción líquidos está inicialmente presente en ellos.

20 7º.- Un procedimiento para la producción del fluoruro de calcio de gran pureza y sílice a partir de espato fluor silíceo, que consiste en mezclar con dicho espato fluor suficiente ácido fluorhídrico para que se combine con virtualmente todo el componente silíceo del mismo para formar ácido fluosilícico, separar el fluoruro de calcio del ácido fluosilícico, calentar dicho ácido para formar tetrafluoruro de silicio y vapores de fluoruro de hidrógeno, hidrolizar dicho tetrafluoruro de silicio a una temperatura por encima
25 de unos 593° C. para formar sílice y fluoruro de hidrógeno, separar la sílice del fluoruro de hidrógeno a una temperatura por encima de unos 593° C. y recuperar el fluoruro de hidrógeno para su nuevo uso.



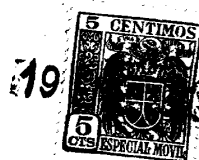
82.- El procedimiento del punto 72, en el cual se añade continuamente espato flúor síliceo a la zona de mezcla y el fluoruro de hidrógeno recuperado se devuelve continuamente al ciclo a la zona de mezcla.

5 92.- El procedimiento del punto 72, en el cual los vapores de tetrafluoruro de silicio y de agua se introducen longitudinalmente en una zona de reacción alargada y no obstruida, en cercana yuxtaposición con una corriente de un gas combustible y aire y dicho gas se quema para hidrolizar el tetrafluoruro de silicio a sílice y ácido fluorhídrico.

10 102.- El procedimiento del punto 72, en el cual el espato flúor síliceo contiene menos de 60 unidades efectivas de fluoruro de calcio.

15 112.- El procedimiento del punto 72, en el cual el fluoruro de hidrógeno procedente de la hidrólisis se separa de los otros productos de la misma mediante pulverizaciones de agua.

20 122.- Un procedimiento para la producción de fluoruro de calcio de alta calidad, que comprende tratar en una zona de reacción espato flúor síliceo con ácido fluorhídrico para producir fluoruro de calcio sustancialmente libre de sílice y para producir ácido fluorosilícico, retirar del proceso el fluoruro de calcio producido, calentar el ácido fluorosilícico para producir tetracloruro de silicio y fluoruro de hidrógeno en forma de vapor, hacer pasar dichos vapores a una zona de reacción de hidrólisis, hidrolizar el tetrafluoruro de silicio en dicha zona de reacción para producir síli-



ce y fluoruro de hidrógeno, retirar la sílice producida del proceso, separar el fluoruro de hidrógeno del producto de reacción gaseoso remanente y hacerlo pasar a la zona de reacción de tratamiento del espato fluor silíceo.

5 132.- El procedimiento para la producción de fluoruro de calcio de gran pureza y sílice a partir de espato flúor silíceo, que comprende las operaciones de tratar el espato flúor con ácido fluorhídrico acuoso, separar fluoruro de calcio no disuelto de los productos de reacción líquidos, vaporizar los productos de reacción líquidos, calentar los vapores en presencia de vapor de agua suficiente para hidrolizar los productos de reacción de silicio-flúor a una temperatura mayor de 593° C., hidrolizando con ello los productos de reacción de silicio-flúor sustancialmente por completo a sílice y fluoruro de hidrógeno, separar la sílice del fluoruro de hidrógeno y devolver al ciclo el fluoruro de hidrógeno.

15

20

 142.- El procedimiento para la producción de fluoruro de calcio de gran pureza y sílice a partir de espato flúor silíceo, que comprende las operaciones de tratar el espato flúor con ácido fluorhídrico acuoso, separar fluoruro de calcio no disuelto de los productos de reacción líquidos, vaporizar los productos de reacción líquidos, calentar los vapores en presencia de vapor de agua suficiente para hidrolizar productos de reacción de silicio-flúor a una temperatura mayor de 593° C., hidrolizando con ello los productos de reacción silicio-flúor sustancialmente por completo a sílice y fluoruro de hidrógeno, separar la sílice del fluoruro

25

30

207307

19 E



ro de hidrógeno, absorber el fluoruro de hidrógeno en agua para formar una solución diluida de ácido fluorhídrico, concentrar por lo menos una parte del ácido fluorhídrico y devolverlo al proceso.

5

15^a.— Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1^a a 6^a, empleado sobre materias primas que contienen dióxido de silicio reactivo o que consisten en dióxido de silicio reactivo para la producción de un ácido silícico de pequeño peso específico y gran superficie.

10

16^a.— Un procedimiento para producir fluoruro de calcio de gran pureza y sílice a partir de espato flúor silíceo.

15

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompaña y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 19 ENE. 1953

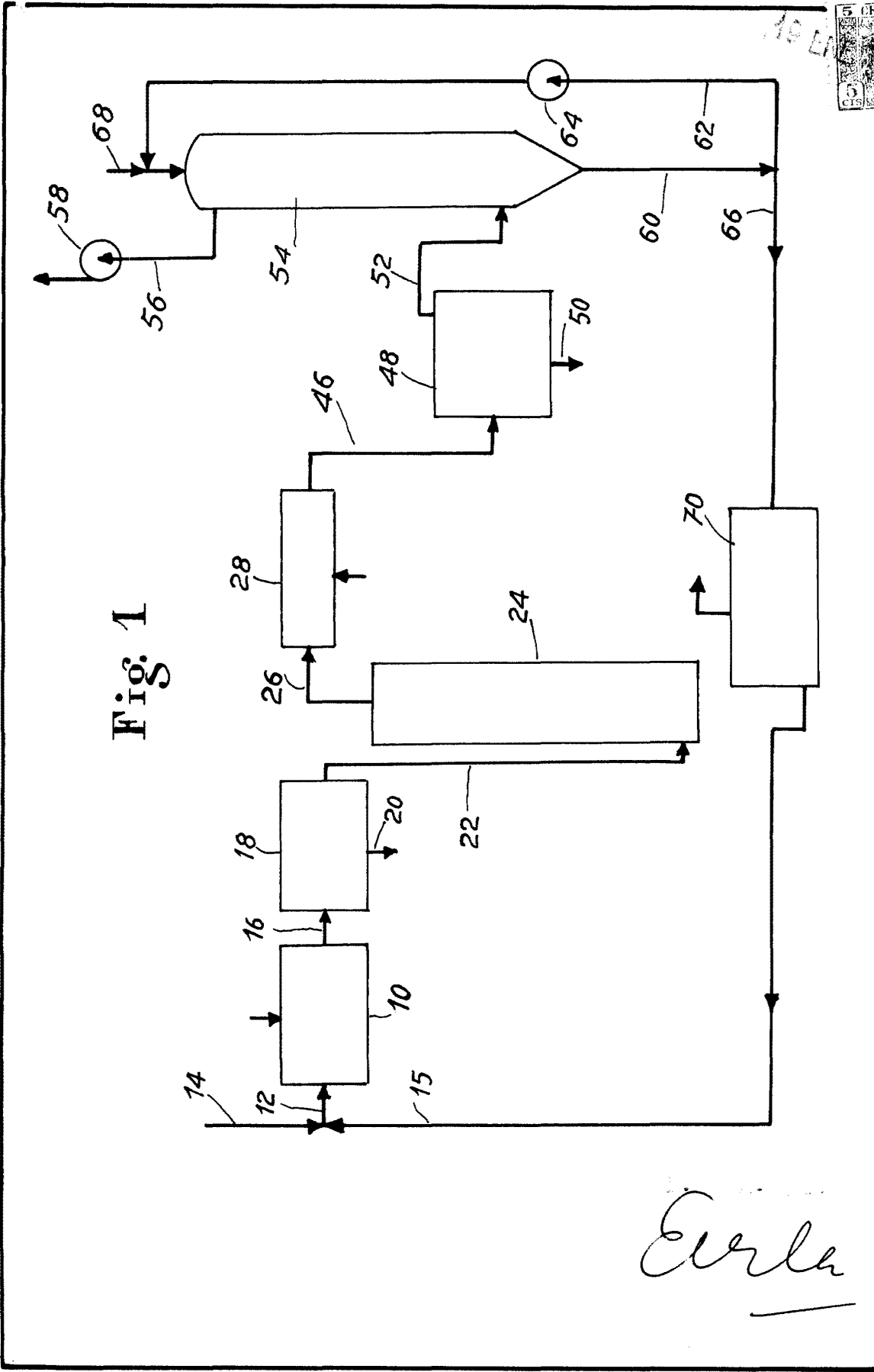
P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder

207807



Fig. 1



Evola



1927

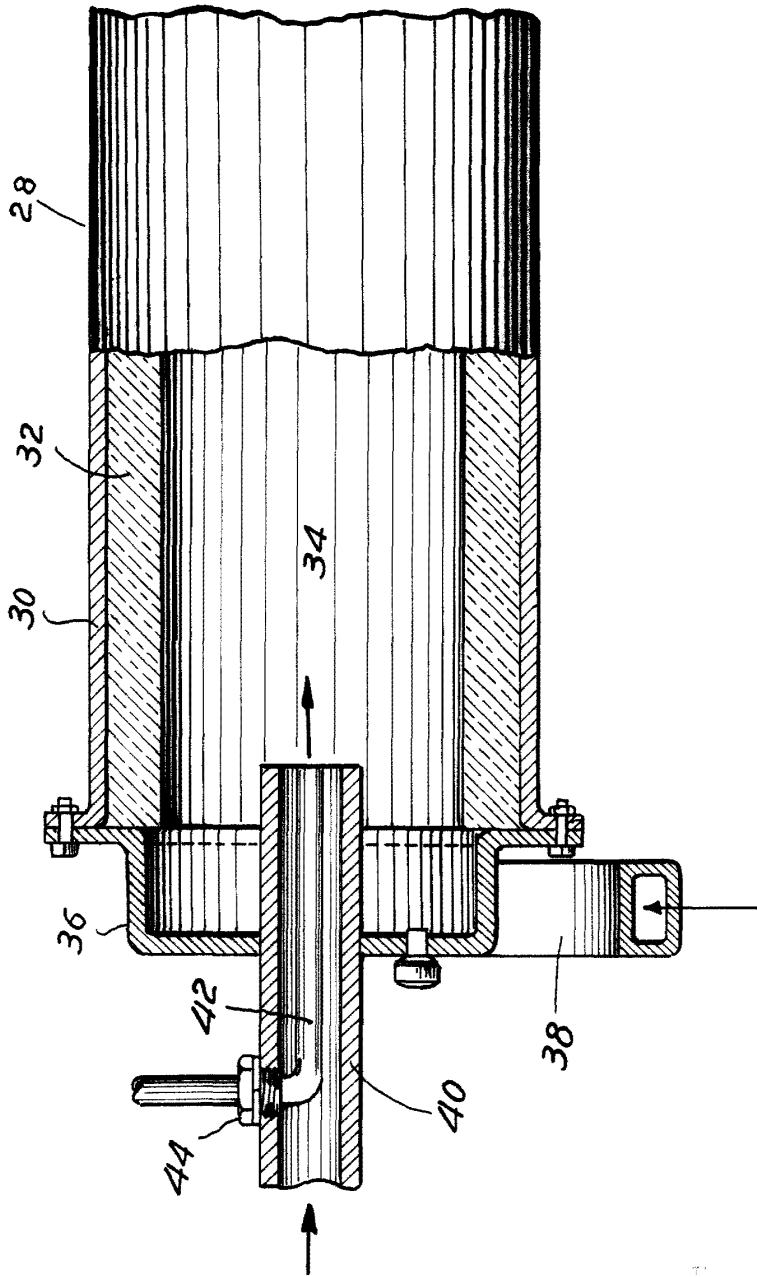


Fig. 2

T. ...
 Oficina de ...
Carle

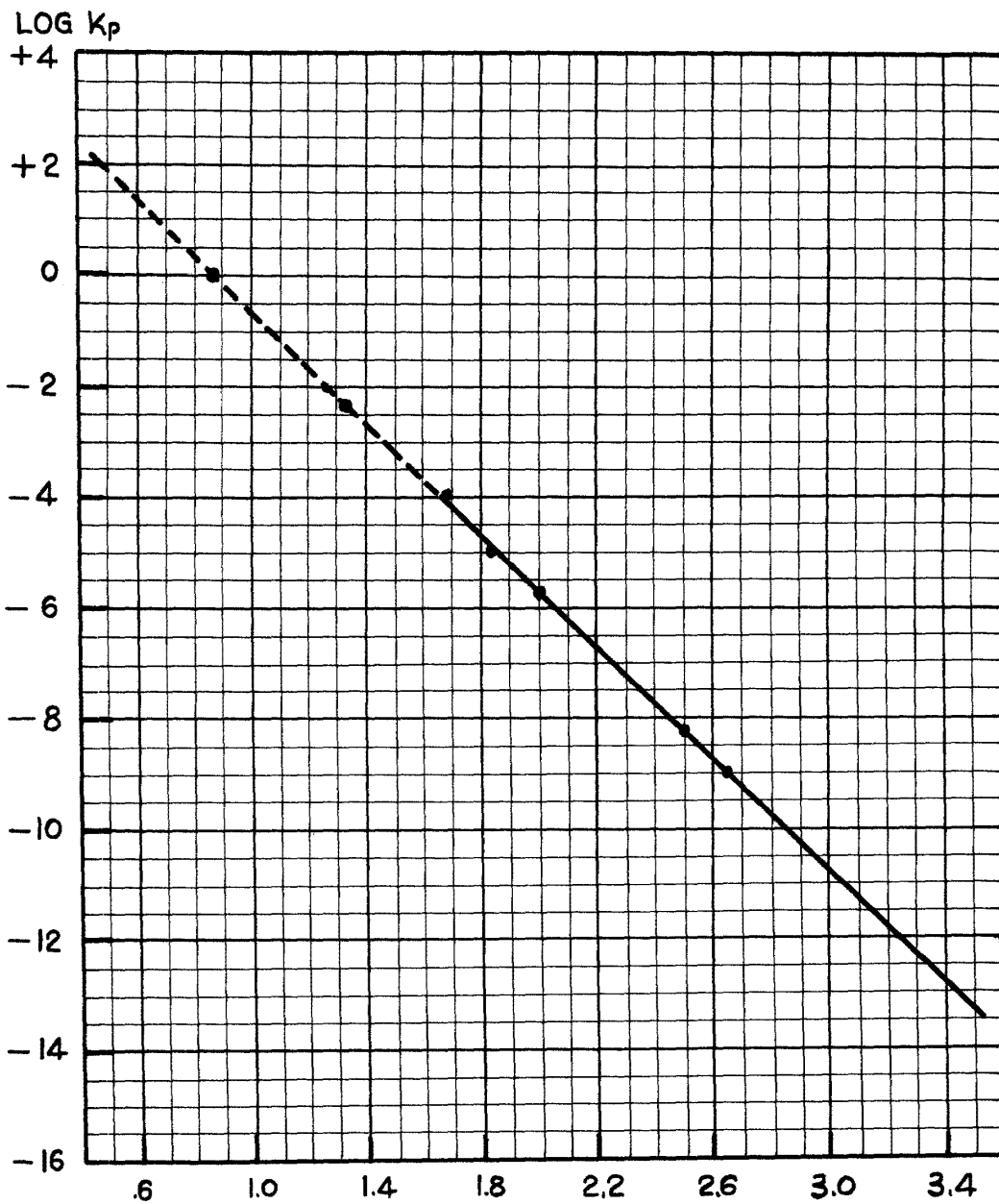


Fig. 3

Alberto de Mastro
Arle

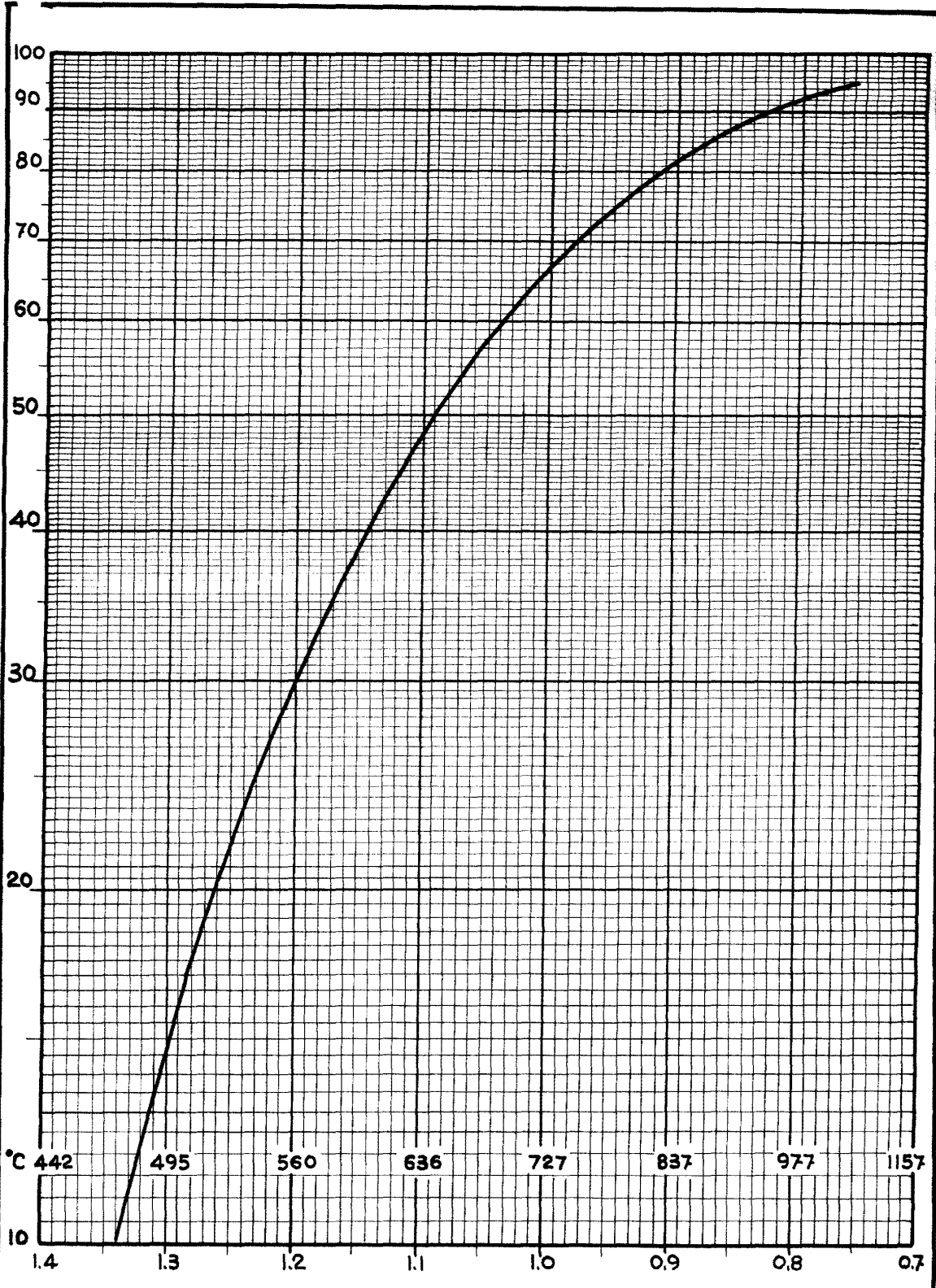


Fig. 4

Carl