

230946

PATENTE DE INVENCION
=====

Le. A. 3193
=====



230946

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

sobre:

"Procedimiento para la obtención de metales de
"bases alcalino-térreas".

=====

SOLICITANTES: FARBENFABRIKEN BAYER Aktiengesellschaft, entidad
alemana, domiciliada en Leverkusen-Bayerwerk,
Alemania.

=====

Para la obtención de metales de bases alcalino-
térreas se puede, como es sabido, calentar el hidrido
de bases alcalino-térreas disociándose así el hidrógeno
y quedando como residuo el metal alcalino-térreo en forma
5. más o menos pura, según el grado de impurezas contenidas en
el hidrido. Durante la destilación del metal así obtenido
se pueden eliminar una gran parte de estas impurezas, pero
por este procedimiento no se puede obtener un metal muy
puro ya que el destilado contiene siempre nitrógeno.

10. El objeto de la presente invención es un proce-

17 SEP 1950
6
OFFICIAL COPY

- 2 -

230946

- dimiento para la obtención de metales de bases alcalino-térreas puros mediante el calentamiento de hidridos de bases alcalino-térreas y destilación del metal de base alcalino-térrea obtenido que consiste en evitar la
5. influencia del nitrógeno sobre el metal a destilar. Sorprendentemente se ha descubierto que el nitrógeno contenido en el hidrido no pasa al metal a destilar si al calentamiento se le agrega un suplemento con elevado contenido en aluminio de manera que el nitrógeno se ligue
10. en forma de nitruro de aluminio.

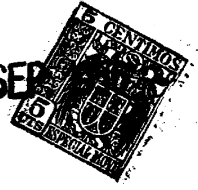
- Además de la disociación de los hidridos de bases alcalino-térreas en hidrógeno y metal alcalino-térreo se originan durante la descomposición térmica una serie de otras reacciones; así el carbono, que puede
15. estar presente en forma elemental o como carbonato, se transforma en carburo de base alcalino-térrea, el azufre en sulfuro y los compuestos de silicio en siliciuros. Mientras que todas estas reacciones conducen a compuestos que son considerablemente menos volátiles que los metales de bases
20. alcalino-térreas, los compuestos de nitrógeno de los metales alcalino-térreos se disocian justamente bajo las condiciones de temperatura y presión de la vaporización del metal formándose de nuevo bajo las de la condensación del metal. Para la obtención de metales de bases alcalino-
25. térreas es por lo tanto de influencia decisiva, que el nitrógeno se pueda ligar en el residuo de destilación al aluminio, ya que el nitruro de aluminio formado posee una temperatura de descomposición tan elevada que la destilación de los metales de bases alcalino-térreas se puede efectuar
30. sin que al mismo tiempo se disocie el nitrógeno. Como es

230946

17 SEP



- natural, de la cantidad de nitrógeno contenida en el hidrido inicial depende la cantidad de aluminio o compuestos de aluminio, tales como tierra arcillosa o aleaciones de aluminio, como calcio-aluminio, que se han de agregar al suplemento a destilar. Si el hidrido inicial ya contiene aluminio, entonces se reduce en forma correspondiente la cantidad de aluminio que se ha de añadir; bajo ciertas circunstancias es innecesario agregar aluminio si el hidrido en bruto contiene ya una cantidad suficiente de aluminio para poder ligar como nitruro, el nitrógeno existente, por ejemplo 1,52 % Al y 0,28 % N. Al calentar los hidruros de bases alcalino-térreas a 1000-1150°, bajo presión normal, se disocia aproximadamente un 50% del hidrógeno existente, continuando el calentamiento a 1150° - 1350° la mayor parte del hidrógeno restante, formándose los metales de bases alcalino-térreas fundidos más o menos impurificados, que empiezan a evaporar por encima de 1400° y que al terminar la destilación a 1600° dan un condensado de metal puro. Preferentemente se efectuará el procedimiento a presión reducida, de manera que la disociación y destilación se efectúa a temperaturas inferiores a 1000° y presiones de algunos cientos de Torr. hasta menos de 10^{-2} Torr.
- El metal de base alcalino-terrea puro destilado así obtenido en presencia de aluminio contiene aún nitrógeno, aunque en cantidades muy pequeñas. La presencia de estas partículas de nitrógeno se eliminan, de acuerdo con la presente invención, si el vapor del metal se conduce a través de separadores de polvo de alta eficacia pues se ha demostrado que durante la destilación se arrancan
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



del cuerpo del fondo partículas en forma de polvo que contienen nitrógeno y que quedan incluidas en el metal durante la condensación. Para estos separadores de polvo se utilizan combinaciones de filtros tal y como se utilizan en las zonas de vacío basto y vacío fino.

5. Muy pocas partículas de nitrógeno contiene también el metal de base alcalino-térrea que se condensa después de esmerada filtración del vapor del metal. De acuerdo con la presente invención se obtiene un metal
10. de base alcalino-térrea, que está prácticamente, libre por completo de nitrógeno, si la descomposición del hidrido y la destilación del metal se efectúa en dispositivos cuyas paredes dirigidas hacia la atmósfera están frías. Se ha descubierto que los mencionados ligeros contenidos de
15. nitrógeno son debidos a la difusión de nitrógeno a través de las paredes calientes de recipientes. De acuerdo con la presente invención se utilizan por ejemplo dispositivos con dobles paredes entre las cuales se ha previsto material aislante que mantenga el aumento de la temperatura de
20. las paredes exteriores dentro de un estrecho margen o le evite totalmente.

El procedimiento según la presente invención se adapta en forma excelente para la obtención de metales de bases alcalino-térreas de los hidridos técnicos tal y como se obtienen según la patente española 222.562.

En el adjunto dibujo se ha representado como ejemplo un dispositivo que se puede utilizar, de acuerdo con la presente invención, para la obtención de metales de bases alcalino-térreas purísimos.

30. En la figura 1, 1 significa un recipiente

17 SEP

230946



- envolvente aislado térmicamente con el aislamiento 2, en cuyo interior se encuentra un recipiente de cromo-níquel 3 que se puede calentar a la temperatura de reacción mediante la calefacción eléctrica 4. En el fondo del
5. recipiente envolvente 1 se encuentra una tubería de alimentación 5 para el argón o cualquier otro gas inerte y en la parte superior del recipiente envolvente 1 una conexión 6 para una bomba de vacío. Desde arriba penetra en el interior del recipiente envolvente 1 un dispositivo
10. de refrigeración 7 con dispositivos de alimentación y evacuación 8 y 9 para el agente refrigerante, como agua de refrigeración. En este dispositivo refrigerador se precipita el metal 10 destilado. El material inicial 11 se encuentra en el fondo del recipiente de cromo-níquel, 3.
15. El metal destilado del material inicial 11 pasa en forma de gas a través de los filtros de polvo 12. Entre la conexión del vacío y la tubería de alimentación del argón 5 se ha previsto una bomba de circulación 13. Las figuras 2, 3 y 4 muestran una vista 2 y secciones 3 y 4 de dispositivos
20. de filtro para la separación del polvo que esencialmente se componen de placas de metal colocadas en posición inclinada 14 y una criba metálica 15 que se puede encontrar debajo, como muestra la figura, 3, ó encima, como aparece en la fig. 4, de las placas metálicas 14 colocadas en
25. posición inclinada.

Las figuras 5 y 6 muestran en vista 5 y en corte 6 otra forma de ejecución de un separador de polvo que principalmente se compone de placas agujereadas 16 con agujeros desplazados entre sí y una criba de metal

30. 15. Otra forma de ejecución de un separador de polvo está

77 SE



230946

mostrada en las figuras 7 y 8, en vista 7 y en corte en 8. Este se compone esencialmente de dos o más discos anulares 17 colocados concéntricamente a distancia entre sí cuyos diámetros aumentan de abajo arriba y que está cubierto por una placa 18 asimismo colocada a distancia. Debajo del dispositivo se encuentra una criba de metal 15.

5.

EJEMPLO 1 -

12,5 kg. de hidrido de calcio tecnico de la composición: (en % en peso)

10.	Ca	83,19	O	5,71	P	0,01	Fe y otros	0,80
	H	3,62	N	0,88	Si	1,24		
	C	1,94	S	0,93	Ae	1,68		

con un contenido de hidrido de calcio eficaz de 72-73 %, se calientan después de añadir 0,125 kg. de una aleación de calcio-aluminio que contenga 50% de aluminio, en

15.

un dispositivo como antes descrito, estando la bomba de vacío trabajando con una potencia de aspiración de 50 m³/h , por la calefacción eléctrica con una potencia calorífuga de 8 KW. Después de 3 horas se ha alcanzado una temperatura de 900° y una presión de 0.1 Torr.

20.

Después de conectar dos bombas de difusión de mercurio se sigue calentando con la potencia calorífuga total y por debajo de 10⁻² Torr durante aproximadamente 1 hora más hasta que la temperatura repentinamente empiece a subir hasta cerca de 1000°. A continuación se enfria el horno

25.

Bombeando a través del horno un argón sometido a una presión de 6 atm. mediante un compresor de circulación. En el dispositivo de refrigeración se obtienen 8,1 kg. de metal de calcio con una pureza de 99,98 %.

El análisis total, dá:



230946

- 5. Ca aprox. 99,98 %
Sr " 0,005 %
Ba menos de 0,001 %
Mg aprox 0.005 %
Na + otros metales alcalinos, aprox. 0.001 %
Si menos de 0,001 %
Al menos de 0,001 %
V + Mn aprox. 0.005 %
- 10. Fe y otros metales menos de 0,001 %
N aprox. 0.0002 - 0,0004 %
O menos de 0,001 %
C " " 0,001 %
H aprox. 0,005 %

15. Durante la elaboración de hidrido de bario con 52 % de BaH₂ y un hidrido de estroncio con 55 % de SrH₂ en forma idéntica, se obtuvieron resultados análogos.

N O T A

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 26 de Septiembre de 1955, nº F 18.508 VIa/40a, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención,

25. por 20 años en España: "Procedimiento para la obtención de metales de bases alcalino-térreas"; caracterizándose por lo siguiente:

30.

35. 1º.- Procedimiento para la obtención de metales de bases alcalino-térreas, mediante el calentamiento de hidridos de bases alcalino-térreas caracterizado porque



se evita el efecto del nitrógeno sobre el metal destilado.

5. 2º.- Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizándose porque al calentamiento se somete un suplemento con tal contenido de aluminio, que el nitrógeno se liga en forma de nitruro de aluminio.

10. 3º.- Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizándose porque el arrastre de polvo nitrogenoso durante la destilación se evita mediante el montaje de filtros de polvo, preferentemente una combinación de filtros con una eficacia óptima a presión normal o vacío reducido y filtros con eficacia óptima a elevado vacío.

15. 4º.- Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones 1ª, 2ª y 3ª, caracterizándose porque la difusión de nitrógeno a través de las paredes calientes del aparato se evita mediante la utilización de envolventes dobles con exterior frío.

20. 5º.- Procedimiento para la obtención de metales de bases alcalino-térreas; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, e ilustrado en los adjuntos dibujos.

Esta memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 17 SEP 1956

FARBENFABRIKEN BAYER Aktiengesellschaft.

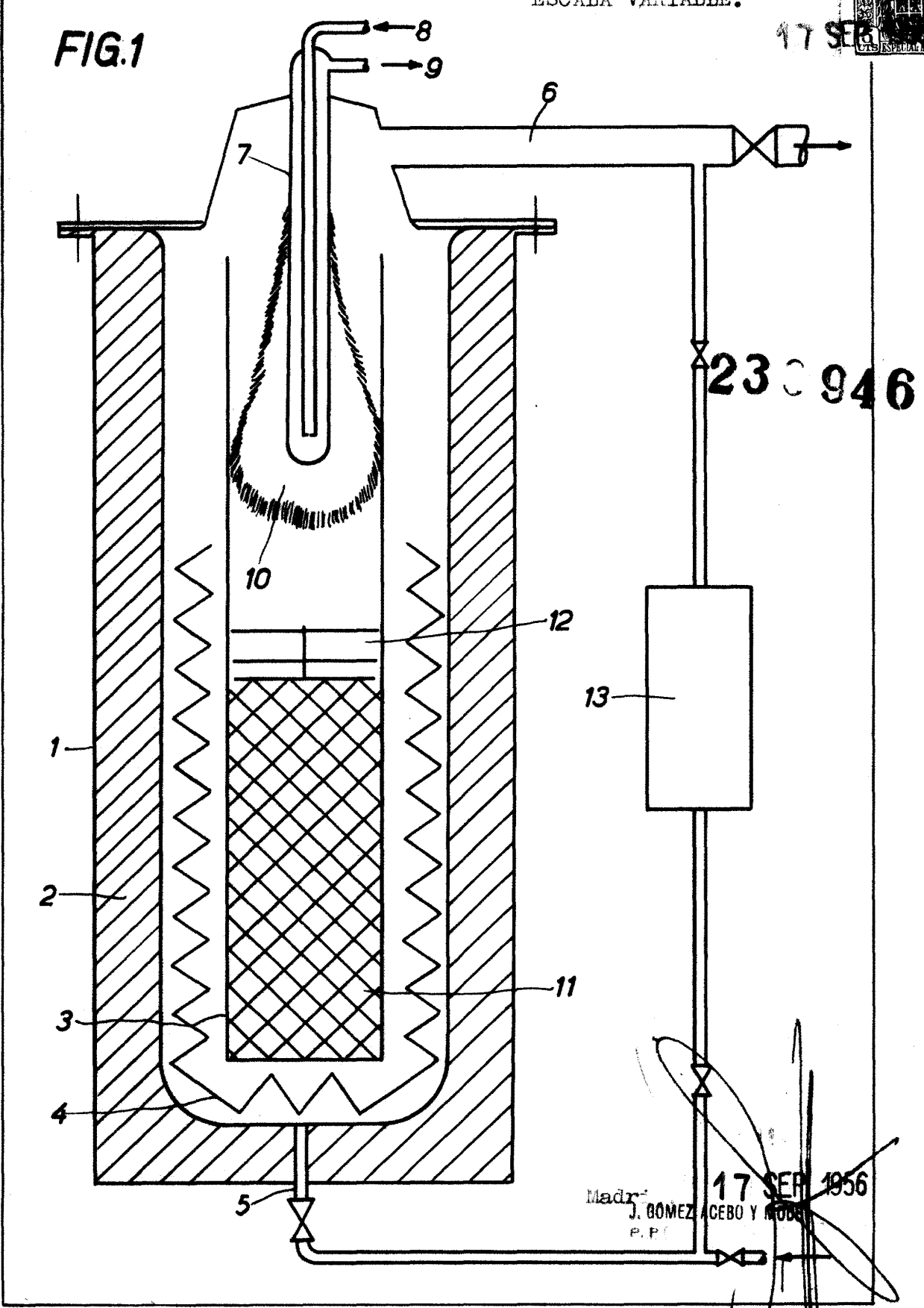
J. GÓMEZ ACEVEDO Y MODER



ESCALA VARIABLE.

FIG.1

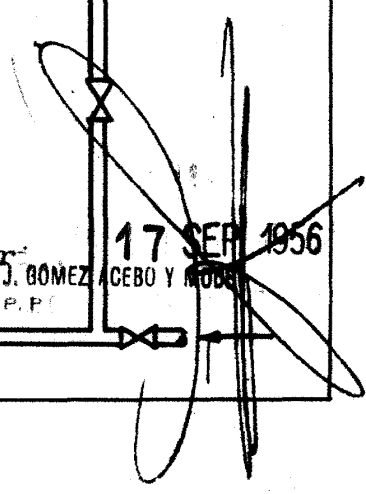
17 SEP 1956



230946

Madr.
J. GOMEZ ACEBU Y MO...
P.P.

17 SEP 1956



ESCALA VARIABLE.

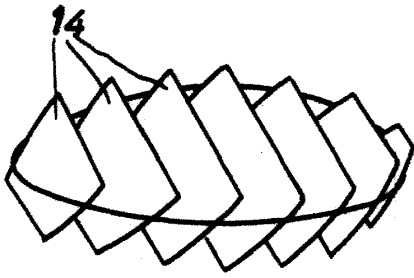


FIG. 2

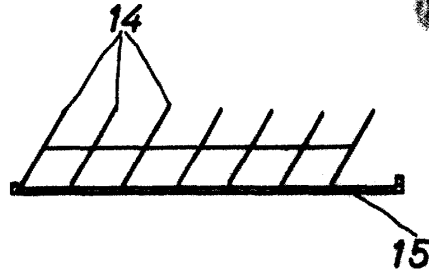


FIG. 3

230.46

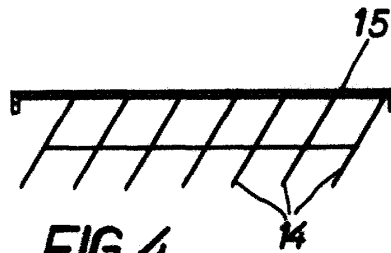


FIG. 4

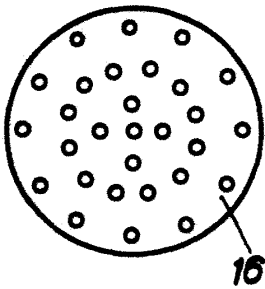


FIG. 5

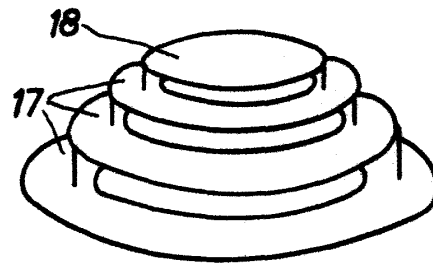


FIG. 7

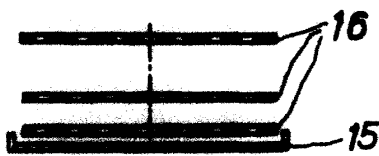


FIG. 6

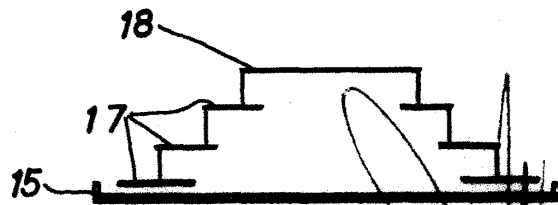


FIG. 8

Madrid, 17 SEP. 1956

J. GÓMEZ ACEROS / MODELO