

258146

-1-

16 MAR



Memoria Descriptiva

para

una patente de INTRODUCCION, por 10 años,

a favor de

Minerales y Productos Derivados, S.A.
-sociedad española-

residente en

B i l b a o -Vizcaya-

Ibáñez de Bilbao, 2

por:

-Procedimiento para la obtención de fluoruro do-
ble de aluminio y sodio, técnicamente exentos de hierro.-

(El procedimiento de esta patente se explota por la firma
(Saline Ludwigshalle, residente en Bad Wimpfen a/Neckar
(Alemania).



258146

La presente patente se refiere a un procedimiento para la obtención de un fluoruro doble de aluminio y sodio, el cual puede tener un empleo de una manera semejante a la criolita natural, para la fabricación del aluminio y de las sales de alúmina.

Existe un método sencillo por el cual tratando las sales de alúmina (y especialmente los productos de descomposición de la arcilla) con un ácido mineral, se obtiene fluoruro doble de aluminio y sodio de gran pureza y muy exento de hierro, si se opera de forma que la sal férrica existente en la solución ácida de ácido silícico, no sea precipitada en el tratamiento con una combinación de flúor y una sal sódica, como por ejemplo, una sal sódica y ácido fluorhídrico, o bien un ácido mineral y fluoruro sódico.

Para lograr ésto existen dos caminos:

Uno de los métodos consiste en precipitar la alúmina sin afectar a la sal férrica (es decir, seguirla dejando en solución), empleando sólo la cantidad de ácido fluorhídrico necesaria para que quede en solución aún algo de la sal de aluminio sin transformar, juntamente con las sales de hierro, o sea, que el líquido obtenido al filtrar el precipitado, contenga más cantidad de sales de aluminio que lo que corresponde a la solubilidad del fluoruro doble de aluminio y sodio.

El otro camino, que fué hallado con sorpresa, se basa en el hecho de transformar previamente, o sea, an-



258146

tes de la precipitación, el hierro disuelto, a la ferroforma, por ejemplo; mediante reducción con ácido sulfhídrico.

Con respecto a la elección de las sales sódicas, hay completa libertad; lo mismo se puede emplear una sal sódica del ácido empleado para descomponer la tierra aluminosa, como una sal sódica de otro ácido diferente. El ácido mineral se recupera en el filtrado y puede emplearse solo, mezclado con nuevas cantidades, para la descomposición de nuevas masas de arcilla. En el tratamiento con ácido fluorhídrico, para impedir que haya presente más ácido del necesario para la descomposición de la arcilla, se puede sustituir parcialmente el ácido fluorhídrico por un fluoruro alcalino.

Para obtener un buen rendimiento cuantitativo de fluoruro doble, conviene emplear sal sódica en exceso. Esto no ocasiona ninguna pérdida de esta sal, puesto que dicho exceso pasa al filtrado y se aprovecha en la siguiente operación de descomposición.

Al emplear repetidas veces el filtrado para la descomposición de nuevas cantidades de arcilla, éste se enriquece progresivamente en hierro disuelto, pero se averiguó que guardando determinadas condiciones, éste puede seguir siendo empleado sin que ello perjudique a la calidad del fluoruro de aluminio y sodio obtenido, con tal de que en las soluciones exista hierro en mayor cantidad que aluminio.

Si antes de la precipitación se transforma el hierro disuelto a la ferroforma (por ejemplo; mediante re-



258146

ducción con ácido sulfhídrico), entonces se puede emplear algo más de la cantidad teórica de ácido fluorhídrico, sin que por ello se produzca un producto impurificado por el hierro.

5 En este caso resulta ventajoso trabajar con ácidos minerales y fluoruro sódico, en vez de emplear ácido fluorhídrico y cloruro sódico o sulfato sódico.

10 También aquí se logra un producto técnicamente exento de hierro, con tal de que la precipitación se efectúe en presencia de una cantidad suficiente de ácido clorhídrico, o sulfúrico libre, con la limitación de que con ello no deberá transformarse una pequeña cantidad de la sal de aluminio a la combinación fluorhídrica. Si se transforma el hierro antes de la precipitación -por ejemplo, con ácido sulfhídrico- entonces se puede también lograr un producto exento de
15 hierro, empleando más fluoruro sódico del que teóricamente correspondía.

20 La realización de la transformación, cuando se emplea fluoruro sódico (sea en estado sólido, sea disuelto) y un ácido mineral (por ejemplo; ácido clorhídrico), viene facilitada por el hecho de que el fluoruro sódico es más soluble en el ácido clorhídrico que en el agua, propiedad que fue observada en el curso de los experimentos. Con la transformación de la disolución de sal de aluminio conteniendo hierro, mediante cloruro sódico y ácido clorhídrico, se simplifica y abarata
25 mucho la fabricación del fluoruro doble de aluminio y hierro, puesto que no es necesario añadir el sodio en forma de sosa o



25 8146

de sosa caústica, y además la arcilla se transforma en sal de aluminio, de la forma más sencilla, sin tener que dar grandes rodeos para eliminar el hierro. En la operación se segrega una solución de cloruro sódico, la cual contiene parte del ácido empleado y todo el hierro.

La solución ácida de cloruro sódico puede ser empleada otra vez para el desdoblamiento de la arcilla, enriqueciéndola, en caso necesario, con ácido. La solución puede, incluso, ser concentrada por evaporación, antes de emplearla con el fluoruro sódico. El cloruro sódico que pueda quedar mezclado con el fluoruro doble de aluminio y sodio, puede dejarse a éste, o bien puede ser eliminado con sólo deslavar con agua el fluoruro doble.

Ejemplo 1º

A 200 litros de filtrado procedente del desdoblamiento de arcilla con ácido clorhídrico conteniendo 102,9 grs. de Al_2O_3 y 9,3 grs. Fe_2O_3 por litro, se les va añadiendo paulatinamente 170 grs. de ácido fluorhídrico del 20 %, calentando y agitando durante media hora. A la masa caliente en reacción se le añade después, en caliente y poco a poco, 110 Kgs. de sal común disueltos en 350 litros de agua. Después se sigue calentando durante unos quince minutos más, para que precipite completamente. Se filtra en caliente, que así es fácil, se lava y resulta fluoruro de aluminio y sodio prácticamente exento de hierro.

Se puede modificar el procedimiento operativo, en el sentido de que puede adicionarse primeramente la di-



258146

solución de sal común y después precipitar con ácido fluorhídrico. En este caso, antes de añadir el ácido fluorhídrico hay que tener cuidado de que todo esté bien mezclado, pues de lo contrario quedarán excedentes locales que no serán bien atacados por el ácido fluorhídrico y parte del hierro precipitará junto con el fluoruro doble.

Ejemplo 2º.

Como en el ejemplo 1º, se toman 200 litros de filtrado (procedente del desdoblamiento de la arcilla con ácido clorhídrico), y se les añade 80 kgs. de sal común (cloruro sódico) disueltos en 250 litros de agua, revolviendo bien. A continuación se transforma el hierro a la forma ferro-forma, por ejemplo: inyectando ácido sulfhídrico. Después se calienta a ebullición y se añade 250 kgs. de ácido fluorhídrico del 20%. Se filtra, se enjuaga y se obtiene un producto exento de hierro.

Ejemplo 3º.

Se toman 500 litros de una solución conteniendo 90,6 grs. de Al_2O_3 y 16 grs. de Fe_2O_3 por litro en forma de sulfatos, y se mezclan con 500 kgs. de ácido fluorhídrico, calentando a ebullición. A continuación se añade una solución caliente, de 170 kgs. de cloruro sódico en 500 litros de agua. Se precipita un fluoruro doble, el cual, después de lavado y secado, sólo contiene huellas de hierro. Al filtrar se obtiene una mezcla de ácido clorhídrico y ácido sulfúrico, la cual se



258146

vuelve a utilizar para el desdoblamiento de la arcilla. Si no se quiere que resulte esta mezcla de ácidos, basta con reducir primeramente el hierro a ferro-sal y después precipitar con sulfato sódico -en la forma indicada en el ejemplo 4°- y se obtendrá fluoruro doble de aluminio y sodio técnicamente puro.

Ejemplo 4°

Se toman 200 litros de una disolución que contenga 90,6 grs. Al_2O_3 y 16 grs. Fe_2O_3 por litro, en forma de sulfatos, y se transforma el hierro en ferro-sal mediante inyección de ácido sulfhídrico. A continuación se añade una solución caliente de 80 kgs. de sulfato sódico disueltos en 200 litros de agua, y 250 litros de ácido fluorhídrico del veinte por ciento, calentando y revolviendo continuamente. Se filtra y se lava, y el producto contiene solamente huellas de hierro.

Puede variarse el orden de adición del sulfato sódico y el ácido fluorhídrico y cloruro o sulfato sódico, ácido clorhídrico o sulfúrico y fluoruro sódico.

Ejemplo 5°

Se toman 200 litros de solución salina ácida -proviniente del desdoblamiento de la arcilla- conteniendo 102,9 grs. Al_2O_3 y 9,3 grs. Fe_2O_3 por litro; se calientan a $70^\circ - 80^\circ C$ y se añaden lentamente, revolviendo, una solución de 90 kgs. de fluoruro sódico disueltos en 150 litros de ácido clorhídrico concentrado. Se sigue revolviendo un poco más tiempo y se filtra por aspiración.



258146

N O T A

Este registro consta de las siguientes reivindicaciones:

5 1ª.- Procedimiento para la obtención de fluoruro doble de aluminio y sodio, técnicamente exentos de hierro, caracterizado porque consiste en tratar soluciones de sal de aluminio conteniendo hierro, con combinaciones fluoradas y sales sódicas, en presencia de ácido mineral libre, y bajo tales condiciones que el hierro no resulte precipitado.

10 2ª.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1ª, caracterizado porque el tratamiento de las disoluciones de sal de aluminio conteniendo hierro, se efectúa con la precaución de que permanezca en la disolución, algo de sal de aluminio sin transformar.

15 3ª.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1ª, caracterizado porque el hierro contenido en la disolución de sal de aluminio, se transforma, mediante un reactivo, a la ferro-forma.

20 4ª.- Procedimiento para la obtención de fluoruro doble de aluminio y sodio, técnicamente exentos de hierro.

Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

25 La cual consta de 8 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 16 MAY. 1960