

P - 33.912

B. 1778.3 JCM/MD



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

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

formulada el 27 de Diciembre de 1.966, con el núm. 334.984

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa, establecida en 29, rue de la Fédération, Paris, Francia, por:

"PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE ACIDO ANTIMONICO CRISTALIZADO"

=====

La presente invención tiene por objeto un procedimiento de preparación del ácido antimónico cristalizado que proporciona un producto especialmente utilizable como intercambiador de cationes.

5 El ácido antimónico se prepara a partir de una solución acuosa de hexahidroxoantimoniato de potasio, $K Sb (OH)_6$ que se trata por una resina sulfónica del tipo DOWEX 50 W. Se obtiene una solución coloidal que se eva-

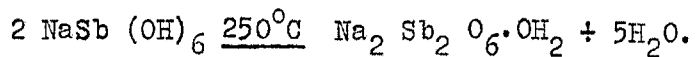


5 para a una temperatura de 70-90°C para obtener un residuo
 seco de composición $Sb_2 O_5 \cdot 3 a 4H_2O$. Este procedimiento
 conduce a un producto cuyas características son difícil-
 mente reproducibles y cuya utilización como intercambia-
 dor catiónico es bastante incómoda. Se han ensayado otros
 medios operatorios (evaporación a baja temperatura bajo
 presión reducida, desecación a temperaturas poco eleva-
 das) pero los productos obtenidos tienen capacidades de
 intercambio más pequeñas.

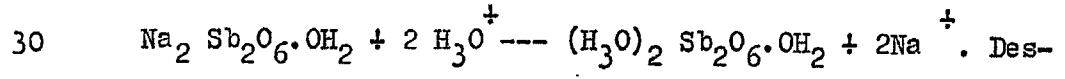
10 El procedimiento de acuerdo con la invención
 permite obtener el ácido antimónico en forma cristaliza-
 da y presentando una buena capacidad de intercambio.

15 El procedimiento de acuerdo con la invención
 comprende la preparación de un poliantimoniato alcalino
 que presenta una estructura piroclorada por tratamiento
 térmico de un hexahidroxoantimoniato alcalino a una tem-
 peratura de alrededor de 250°C y el tratamiento del pro-
 ducto obtenido por un ácido fuerte.

20 Se utiliza de preferencia una sal de sodio aun-
 que pueden convenir igualmente otras sales alcalinas ta-
 les como una sal de potasio. Un poliantimoniato de estruc-
 tura piroclorada tal como el poliantimoniato de sodio, de
 fórmula $Na_3 \cdot 1/2H_2O$ puede obtenerse por polimerización
 térmica a una temperatura de alrededor de 250°C del hexa-
 25 hidroxantimoniato de sodio $NaSb (OH)_6$ según la reacción :



Los iones sodio de este poliantimoniato son
 reemplazados por iones hidrógeno tratándolo por un ácido
 fuerte, según la reacción:





pués de este tratamiento ácido, la estructura piroclorada inicial se conserva. Se obtiene un ácido antimónico cristalizado cuyo diagrama de rayos X es semejante al del poliantimoniato inicial.

5 A título de ejemplo no limitativo, se describe a continuación un ejemplo de puesta en práctica del procedimiento de preparación del ácido antimónico cristalizado de acuerdo con la invención así como un ejemplo de utilización del producto obtenido en el intercambio catiónico.

10 Se prepara primeramente el hexahidroxoantimoniato de sodio Na Sb (OH)_6 añadiendo a una solución acuosa de hexahidroxoantimoniato de potasio K Sb (OH)_6 0,15 M, llevada a la ebullición, un volumen igual de una solución
15 acuosa de Na Cl 0,2 M. El precipitado cristalino obtenido se lava en aguas fría hasta la desaparición de los cloruros y después se seca a 100°C . A esta temperatura su composición es $\text{Na SbO}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ o Na Sb (OH)_6 .

20 Se efectúa entonces la polimerización térmica en estructura piroclorada, calentando el hexahidroxoantimoniato de sodio durante dos a tres días a 250°C . Se obtiene el poliantimoniato de sodio de fórmula $\text{Na SbO}_3 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$.

25 Se recomienda no sobrepasar la temperatura indicada más de 50°C , con el fin de evitar que se produzca una transformación en Na SbO_3 anhidro, de estructura de ilmenita, cuyos iones Na^+ no son ya intercambiables por los iones H^+ .

30 En una última etapa, se efectúa la transformación del poliantimoniato de sodio de estructura piroclorada en ácido poliantimónico, Esta operación puede ejecutar-



se por ejemplo en una columna de vidrio que presenta en su parte inferior una frita en la cual está colocado el poliantimoniato de sodio $\text{Na SbO}_3 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$. Se añade de manera continua una solución de ácido nítrico 2 N hasta que la totalidad de los iones sodio sea reemplazada por iones hidrógeno. Se lava seguidamente con agua destilada y se seca a 50°C . El ácido antimónico así obtenido se cristaliza y tiene una fórmula de composición aproximada $\text{Sb}_2\text{O}_5 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Este producto posee una buena capacidad de intercambio frente a iones alcalinos y alcalinotérreos.

EJEMPLO I

En 20 cm^3 de una solución de nitrato de estroncio puro que contiene 0,15 g/l de estroncio y de acidez nítrica libre igual a 2N, se han introducido 400 mg de intercambiador. Después de un contacto de 24 horas, la capacidad del ácido antimónico se ha encontrado igual a 6,4 mg de estroncio por gramo de intercambiador.

EJEMPLO II

En 20 cm^3 de una solución pura de nitrato de sodio de 0,23 g/l de sodio y de acidez nítrica igual a 2N se han añadido 400 mg de ácido antimónico. Después de un contacto de 24 horas, la capacidad del intercambiador se ha encontrado igual a 9,7 mg de sodio por gramo de intercambiador.



EJEMPLO III

400 mg de intercambiador se añaden a 20 cm³ de una solución de la composición siguiente (en g/l).

U = 0,2	Al = 6,0	Ca = 0,6	Sr = 0,15
Fe = 3,3	Mo = 0,5	PO ₄ ⁻³ = 0,9	NH ₄ = 0,3
Ni = 0,8	Mg = 15,0	Ce = 0,4	{NO ₃ H = 2N {libre
Cr = 0,95	Na = 12,0	La = 1,1	

5 Después de un contacto de 24 horas, la capacidad del intercambiador en entroncio se ha encontrado igual a 0,6 mg/g.

10 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia el 29 de Diciembre de 1.965 bajo el número PV 44.227, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

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

1.- Procedimiento de preparación de ácido anti-



mónico cristalizado, caracterizado porque comprende la
preparación de un poliantimoniato alcalino que presenta
una estructura piroclorada, por tratamiento térmico de
un hexahidroxoantimoniato alcalino a una temperatura de
5 alrededor de 200°C, y el tratamiento del producto obteni-
do por un ácido fuerte.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque el poliantimoniato alcalino está
constituido por el poliantimoniato de sodio.

10 3.- Procedimiento de preparación de ácido an-
timonico cristalizado.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-
tecede y con los fines que se han especificado.

15 Esta Memoria consta de seis hojas escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid, 14 FEB. 1900

P.A.

Alberio de Izaburu
Por Poder