

374562



PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 2320-Sp.

CLASIFICACION	B-01
SUBCLASIFICACION	J

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la obtención de criolita granu-
lada.

=====

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad ale-
mana residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

=====

La obtención del aluminio se efectúa como es sabido, por electrólisis de un fundido de alúmina di-
suelta en criolita fundida. Puesto que aquí se consume continuamente criolita, se ha de agregar constán-
5. temente criolita al baño fundido durante la electrólisis



- sis. La criolita empleada consiste en un producto natural o bien en criolita sintética preparada a partir de ácido fluorhídrico y compuestos que contienen aluminio o sodio. Ya que en la electrólisis en fundido sólo se puede emplear una criolita muy pura, se deberá separar la
5. criolita natural de sus minerales acompañantes, lo cual se efectúa por vía de una extracción mecánica en húmedo. Para ello es necesario que el producto natural se molture muy finamente, en una granulometría inferior a 0,1 mm.
10. Esta criolita natural molturada se compone de unos cristalizados muy densos, de manera que, al ser empleados para la electrólisis en fundido, no levantan polvo a pesar de que su finura es inferior a 0,1 mm. El peso a granel de la criolita natural es de unos 1,1 - 1,2.
15. La criolita sintéticamente obtenida, hasta ahora conocida, si bien contiene partículas considerablemente más bastas, éstas están sin embargo por lo general en un 30 - 40 % por debajo de 0,1 mm, mientras el resto se reparte entre un tamaño de 0,1 - 10 mm. Esta proporción
20. pulverulenta inferior a 0,1 mm en la criolita sintética no se compone, como en la criolita natural, de cristalizados densos sino de partículas primarias pequeñas sintetizadas conjuntamente de una magnitud de 1 - 10 μ . El peso a granel de esta proporción pulverulenta se encuentra
25. por lo tanto solo en unos 0,5 - 0,6. Al ser introducida en el baño fundido, éste, debido a la elevada proporción en polvo fluido, tiene tendencia a producir un molesto desarrollo de polvo, lo cual implica grandes pérdidas. Otro inconveniente en su aplicación es que, debido a la
30. fuerte dispersión en su granulometría, se disuelve en for-



- ma desigual en el fundido. Como es natural, las partículas más bastas bajan con más rapidez que las partículas finas, mientras las partículas finísimas, como ya se ha mencionado mas arriba, se vuelan como polvo debido al fuerte desarrollo de calor.
- 5.
- Se ha descubierto ahora que se puede preparar una criolita sintética, homogéneamente granulada, prácticamente libre de polvo, si en el secado y calcinación se emplea una criolita húmeda que se compone de partículas primarias
10. de criolita de granulometría unitaria con un tamaño de partícula, en promedio, no superior a unas 2 μ . De estas partículas primarias, como mínimo un 20 % deberán ser preferentemente inferiores a 1 μ ; la distribución más favorable del tamaño de los granos se encuentra en la zona de 0,1 -
15. 1,5 μ , con un máximo en 0,8 - 1 μ . Una criolita que se compone de tales partículas primarias se puede obtener, por ejemplo, haciendo reaccionar, en un aparato de precipitación, una solución de aluminato sódico y ácido fluorhídrico bajo corriente continua y en cantidades estequiométricas, bajo una agitación interna, debiéndose mantener
20. reducida la cantidad de suspensión acuosa de criolita formada con relación a la cantidad de los agentes de reacción entrantes. Esta criolita húmeda, que debe poseer un contenido mínimo de humedad de un 15 %, preferentemente, sin
25. embargo, de un 35 - 45 %, se pasa convenientemente para su secado y calcinación en un proceso de trabajo a través de un horno rotativo, encontrándose la temperatura máxima de calcinación en unos 500 - 600^o. En este proceso de secado se obtiene sorprendentemente un producto con una granulometría uniforme de 1 - 4 mm, mientras la proporción in-
- 30.



ferior a 0,1 mm sólomente asciende a un 1 %. Este material, prácticamente libre de polvo, tiene en la electrólisis del aluminio la ventaja de que se disuelve homogéneamente en el fundido, evitándose la molesta formación de polvo que conduce a grandes pérdidas de criolita. Debido a sus propiedades, este material es adecuado, en igual forma que la criolita natural, para la puesta en marcha de baños fundidos.

5.

Ejemplo 1

10.

En un recipiente cilíndrico de precipitación, con una capacidad de unos 200 litros, se hacen reaccionar, bajo intensa agitación, lejía de aluminato sódico (concentrada) y ácido fluorhídrico (aproximadamente al 40 %) en una proporción de reacción estequiométrica. La criolita

15.

formada se extrae en forma continua del recipiente de precipitación a través de un rebosadero. La cantidad de criolita precipitada asciende por hora a unas 1 - 1,2 Tm. Después de filtrar esta suspensión de criolita, la torta

20.

de filtración de criolita, obtenida con una humedad de un 45 % aproximadamente, se alimenta a un horno giratorio que se calienta con llama directa, donde se seca y se calcina a una temperatura máxima de 550 - 600°C. El producto obtenido tiene una granulometría de 1 - 4 mm y está prácticamente libre de polvo.

25.

Ejemplo 2

Se disuelve hidrato de alúmina en ácido fluorhídrico al 40 % en exceso, bajo agitación, y en un recipiente de plomo. La solución ácida de fluoruro de aluminio que se obtiene, en la que el aluminio y el ácido fluorhídrico están contenidos en una proporción molar de 1:6, se hace

30.



- reaccionar, en forma continua, con lejía sódica al 40 %, en una proporción de reacción estequiométrica con relación a la criolita. La reacción se efectúa en un recipiente cilíndrico de precipitación que tiene una capacidad de unos 200 litros, bajo intensa agitación, con alimentación continua de los componentes de partida y evacuación de la suspensión de criolita obtenida. La ulterior elaboración que conduce a la criolita granulada y libre de polvo con una granulometría de 1 - 4 mm, se efectúa como en el ejemplo 1.
- 5.
- 10.

Ejemplo 3

- Una solución ácida de fluoruro de aluminio, que se preparó como se ha indicado en el ejemplo 2, y que contiene aluminio y ácido fluorhídrico en una proporción molar de 1:6, se hace reaccionar, a criolita, con una solución saturada de sal común, en proporción estequiométrica, o bien con un pequeño exceso de sal común, en la instalación de precipitación descrita en el ejemplo 2 en forma continua. La criolita precipitada se separa por filtración como se ha indicado en el ejemplo 1 y se calcina obteniéndose una criolita libre de polvo, granulada.
- 15.
- 20.

Ejemplo 4

- En una solución saturada de sal común se disuelve una sal de aluminio (soluble en agua), por ejemplo, cloruro de aluminio o sulfato de aluminio, hasta que en la solución se presente una proporción molar entre aluminio y sodio de 1:3. Esta solución se hace reaccionar, como la solución de aluminato sódico en el ejemplo 1, con ácido fluorhídrico en forma continua y en una proporción estequiométrica de 6 moles de HF por 1 mol de criolita y,
- 25.
- 30.

374562

como se ha indicado en los ejemplos 1 a 3, se sigue elaborando a una criolita granulada, libre de polvo.

Ejemplo 5

5. En un recipiente cilíndrico de precipitación, se hace reaccionar, en forma continua, como en el ejemplo 1, solución concentrada de aluminato sódico con una solución saturada de fluoruro amónico, o bien fluoruro ácido de amonio, ascendiendo la proporción molar entre aluminio y fluor a 1:6. La criolita que se obtiene en la reacción
10. se extrae en suspensión, se filtra, se calcina, obteniéndose un producto granulado, libre de polvo, de 1 - 4 mm de diámetro. El amoniaco que se libera durante la reacción se aspira con el vapor de agua que asimismo se libera, se condensa y se emplea para la fabricación de una solución de fluoruro amónico, o bien de fluoruro ácido de amonio.
- 15.

- 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 alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre:
25. PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE CRIOLITA GRANULADA; caracterizándose por lo siguiente:

30. 1ª.- Procedimiento para la obtención de criolita granulada, caracterizado porque una criolita húmeda, compuesta de partículas primarias con un tamaño granulométrico lo más unitario posible y con una granulometría no su-

- 7 -
374562



perior a unas 2μ , se seca y se calcina a una temperatura máxima de $500 - 600^{\circ}\text{C}$.

5. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la criolita húmeda a calcinar se compone de partículas primarias que, como mínimo hasta un 20 %, son inferiores a 1μ y preferentemente muestran una distribución granulométrica en la zona de $0,1 - 1,5 \mu$ con un máximo en $0,8 - 1 \mu$.

10. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el secado y calcinado se efectúa en un proceso de trabajo, preferentemente en un horno giratorio, y la criolita húmeda empleada posee aquí un contenido en humedad mínimo de un 15 %, preferentemente de un 35 - 45 %.

15. 4ª.- Procedimiento para la obtención de criolita granulada, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 7 hojas escritas a máquina por una sola cara.

20.

Madrid 15 DIC. 1969

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

SOMERZ ACEBO Y NODEY
Firmados F. Hernández Ruiz