

374563



PATENTE DE INVENCION

=====
Ref: Le A 2321-Sp.

374563

SECRETARIA DE ECONOMIA
INDUSTRIAL
CLAS. C-01
SUBCLAS. B

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la obtención de fluoruros neutros de difícil solubilidad.

=====

Solicitante:

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

=====

5. La preparación de fluoruros neutros de difícil solubilidad, se puede realizar, como es sabido, a partir de ácido fluorhídrico como producto inicial, mediante reacción de éste con el correspondiente componente básico. Para ello se prepara pri



- méramente en una gran caldera, o bien el ácido fluorhídrico o bien el componente básico y después, mediante adición de los componentes de neutralización correspondientes, bajo agitación y enfriamiento, se forma el
5. fluoruro. Especialmente, en la obtención de criolita, en un depósito de precipitación grande, se prepara, o bien el ácido fluorhídrico y éste se hace reaccionar con alúmina y lejía sódica, o bien aluminato de sodio, o la alúmina se disuelve en la lejía sódica y la solución de
10. aluminato formada se neutraliza con ácido fluorhídrico, con lo que se precipita la criolita como compuesto de difícil solubilidad y que se separa por filtración. El inconveniente de estos procedimientos consiste principalmente en su realización discontinua que en la fabricación
15. de grandes cantidades de fluoruro neutro de difícil solubilidad, por ejemplo, criolita ó fluoruro sódico, exige numerosos depósitos de precipitación con dispositivos de refrigeración y agitación, así como un revestimiento resistente al ácido fluorhídrico o bien a los álcalis.
-
20. Se ha descubierto ahora que se puede mejorar esta obtención de fluoruros neutros de difícil solubilidad, especialmente de criolita, en forma sencilla, alimentando los productos de partida, el ácido fluorhídrico acuoso y la base disuelta en agua, en corriente continua uno
-
25. en otro y, bajo reacción al fluoruro correspondiente, se mezclan íntimamente y la suspensión de fluoruro formada se evacúa a través de un rebosadero en una cantidad correspondiente a la alimentación. Las ventajas de este procedimiento continuo se encuentran, ante todo, en la
-
30. igualdad de la fabricación, en el empleo de un recipien-

- 3 374563



- te de reacción muy pequeño en proporción con las cantidades de material reaccionado, así como en los gastos de entretenimiento y servicio muy reducidos. Ya que la reacción, como reacción de iones, se desarrolla prácticamente en forma momentánea cuando se procura una mezcla íntima de los componentes de reacción, se puede mantener muy reducido el tiempo de residencia y con ello la zona de reacción. La mezcla de los componentes de reacción se puede efectuar, por ejemplo, a través de toberas de mezcla o en un recipiente cilíndrico pequeño con agitadores de hélice o de turbina de marcha rápida.
- 5.
 - 10.

- En lugar de ácido fluorhídrico acuoso se puede emplear también directamente fluoruro de hidrógeno anhidro, tal y como se obtiene de la fabricación de fluorita y ácido sulfúrico por condensación. Aquí, sólo es necesario que se alimente simultáneamente agua para diluir el agente de reacción. La cantidad de agua se dimensiona de manera que resultaría un ácido fluorhídrico acuoso al 20 - 40 % si el agua se emplease sólo para diluir el fluoruro de hidrógeno.
- 15.
 - 20.

- La dosificación de los componentes de reacción se efectúa convenientemente a través de un dispositivo de medición del pH que está montado en el rebosadero y registra el pH de la suspensión de fluoruro evacuada. La alimentación de la lejía acuosa y del ácido fluorhídrico se ajusta preferentemente de manera que, después de efectuada la reacción, el líquido de salida tenga un pH de 7 - 8, es decir, que los dos componentes concluyan en una cantidad lo más equivalente posible sin exceso.
- 25.

- En esta reacción de neutralización se libera una
- 30.

- 4 -
374563 150



cantidad de calor muy considerable, así como al emplear fluoruro de hidrógeno adicionalmente un calor de dilución correspondiente. Para la evacuación de esta cantidad de calor se necesitaría una cantidad de agua de refrigeración muy grande si, como en el procedimiento discontinuo, para evitar pérdidas de fluoruro de hidrógeno, se trabajase a una temperatura de reacción inferior a 100° . El procedimiento continuo descrito se caracteriza porque debido a la mezcla muy rápida e intensa, que tiene como consecuencia una reacción prácticamente momentánea, el gran calor de reacción que se presenta se evacua por evaporación de una parte del agua agregada para diluir el medio de reacción sin que se presenten pérdidas de fluoruro de hidrógeno apreciables. La reacción se realiza aquí por encima de la temperatura de ebullición del agua. La evacuación de las cantidades de vapor de agua desarrollado se efectua convenientemente a través de un ventilador conectado a continuación. Como la suspensión de fluoruro obtenida tiene una cierta viscosidad y algunas veces puede tender a formar espuma, se pueden arrastrar con el vapor de agua también partículas de líquido. Esto se evita mediante la incorporación de un separador de líquido detrás del recipiente de reacción.

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

De esta manera se pueden preparar todos los fluoruros neutros de difícil solubilidad, especialmente la criolita y el fluoruro sódico. Para la obtención de la criolita, o bien quiolita, se emplean como componente básico la solución de aluminato sódico, y para la obtención de fluoruro de sodio, lejía sódica.

- 30. Ejemplo - A un recipiente cilíndrico con 50 cm de diáme-



- tro y unos 200 cm de altura, que por razones de corrosión está revestido de ladrillos de carbón, se alimentan por 3 tubos de alimentación dispuestos tangencialmente un poco por encima del fondo del recipiente, por separado, solución de aluminato de sodio, agua y fluoruro de hidrógeno anhidro. Los líquidos que entran, que con excepción del ácido fluorhídrico, se alimentan para la medición de su caudal a través de rotámetros, se mezclan íntimamente por el agitador de hélice que
5. rota a unas 1500 r.p.m. y se hacen reaccionar. La suspensión de sodio-fluoruro de aluminio formada fluye a través de una tubuladura de rebose dispuesta por encima de las tubuladuras de admisión con dispositivos de medición de pH incorporado. La eliminación de la lejía de aluminato y/o del ácido fluorhídrico se regula a través de la medición pH de manera que la suspensión evacuada de reacción neutra. El vapor de agua formado por el elevado calor de reacción se aspira a través de un tubo de ventilación dispuesto en la cabeza del recipiente con un ventilador. Las partículas de líquido arrastradas se separan del vapor en un separador de líquido conectado a continuación y se reúne con la suspensión del fluoruro doble que efluye. La suspensión se filtra y la torta de filtrado se calcina. El rendimiento de este aparato precipitador asciende, para la fabricación de criolita, a unas 1,5 - 1,7 Tm/hora.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

En forma análoga a la criolita se pueden preparar también otros fluoruros de aluminio sódicos, tales como, por ejemplo, la quiolita, al emplear solución de $\text{Na}(\text{Al}(\text{OH})_4)$ ó fluoruros de aluminio-potasio al emplear

30.



soluciones de aluminato potásico, así como fluoruro sódico al emplear lejía sódica.

- NOTA -

5. 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: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE FLUORUROS NEUTROS DE DIFICIL SOLUBILIDAD; caracterizándose por lo siguiente:

15. 1ª.- Procedimiento para la obtención de fluoruros neutros de difícil solubilidad, especialmente criolita, a partir de ácido fluorhídrico y los componentes básicos solubles en agua correspondientes, caracterizado porque en forma continua, se hacen reaccionar ácido fluorhídrico acuoso y el correspondiente componente básico acuoso-

20. luble, bajo íntima mezcla, y el fluoruro neutro de difícil solubilidad formado se evacua en suspensión acuosa.

25. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se hace reaccionar fluoruro de hidrógeno anhidro con la correspondiente solución básica, bajo adición simultánea de agua para diluir el agente de reacción, dimensionándose la cantidad de agua preferentemente de manera que resultaría un ácido fluorhídrico al

30. 20 - 40 % si el agua se utilizase solo para diluir el fluoruro de hidrógeno.

3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2

