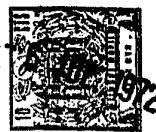


404615



404615

PATENTE DE INVENCION

Réf: O.Z. 506

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la elaboración continua de soluciones acuosas diluidas de fluoruro de aluminio.

=====

Solicitante OSTERREICHISCHE STICKSTOFFWERKE AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad austriaca, residente en St. Peter 224, Linz/
Donau, Austria.

Int. Cl.:	CO1F

Al cristalizar fluoruro de aluminio trihidra-
tado, en soluciones acuosas, queda una lejía madre
que, según las condiciones de cristalización, contie-
ne un 0,5 - 1,0 % en peso de aluminio. El aprovecha-
5. miento de estas lejías madres es una necesidad econó-



mica ya que, por una parte, su desecho representa una carga de las aguas residuales y, por otra parte, la pérdida del fluoruro de aluminio en ellas disuelto origina elevados costes.

5. Para la obtención del fluoruro de aluminio, aún contenido en ellas, sería posible la evaporación. A una evaporación a presión atmosférica, a la temperatura de cristalización usual para el fluoruro de aluminio trihidratado superior a los 90°C , se opone la corrosividad de las soluciones a evaporar, la cual se presenta en forma más destacada si la solución proviene de una reacción de $\text{Al}(\text{OH})_3$ con ácido silicofluorhídrico, especialmente si el ácido fué empleado en exceso para acelerar la cristalización mediante ajuste de un contenido determinado de silicofluoruro de aluminio (Solicitud de Patente Austriaca No. 217.008).
- 10.
- 15.

- Mediante concentración en vacío se logra bajar la temperatura de ebullición a $30-40^{\circ}\text{C}$, una temperatura que tendría preferencia con respecto a la cuestión de los materiales. A esta temperatura se desarrolla la cristalización del fluoruro de aluminio tan lentamente que se necesitan largos tiempos de residencia y, en un servicio continuo, un volumen de aparatos muy grandes. Por esta razón resulta económicamente inaceptable una elaboración continua de las lejías madre, mediante evaporación y cristalización.
- 20.
- 25.

- Se ha podido descubrir que se puede realizar una cristalización en vacío continua con dimensiones de los aparatos aceptables y bajo empleo de materiales relativamente económicos, tales como materiales engomados o mate-
- 30.

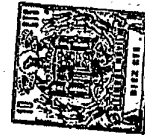
404615



- 3 -

- riales sintéticos, y por lo tanto obtener el aluminio presente en la solución en mas de un 80 % en peso, si en el cristizador de vacío se mantiene una temperatura de 70 - 75°C y una depresión de 0,3 - 0,4 atmósferas absolutas y la concentración en iones SiF_6 en la solución concentrada entre 12 - 14 % en peso. Trabajando de esta manera se presenta sorprendentemente, a pesar de la temperatura relativamente baja, una cristalización sin dificultades. Las soluciones que quedan después de separar el oristalizado no muestran tendencia a segregar fluoruro de aluminio trihidratado, es decir, la cristalización es, al trabajar en forma continua, prácticamente completa. Esto es especialmente sorprendente debido a que hasta ahora prevalecía la opinión de que el fluoruro de aluminio casi no se podía cristalizar trabajando en forma continua.
- 5.
- 10.
- 15.

- El objeto de la presente invención es, por lo tanto, un procedimiento para la elaboración continua de soluciones acuosas, diluidas, de fluoruro de aluminio con un contenido en aluminio de como máximo un 1 % en peso y un contenido en silicofluoruro de aluminio y/o ácido silicofluorhídrico, especialmente de lejjas madre de la cristalización de fluoruro de aluminio después de una reacción de hidróxido de aluminio con ácido silicofluorhídrico, que se caracteriza porque estas soluciones se alimentan en forma continua, o en porciones, a un cristizador de vacío, de trabajo continuo, del que simultaneamente se extrae una cantidad correspondiente de suspensión de cristales, manteniéndose el cristizador de vacío a una temperatura de 70 - 75°C y a una presión de
- 20.
- 25.
- 30.



0,3 - 0,4 atmósferas absolutas con una concentración de iones SiF_6 en la solución allí contenida de un 12 - 14 % en peso.

5. El cristalizado así obtenido es relativamente puro, siempre que no se elaboren soluciones demasiado impurificadas. Es conveniente colocar sobre el evaporador una pequeña columna y lavar los vapores que salen con la solución introducida. De esta manera se reducen considerablemente las pérdidas de fluor implicadas por la volatilidad del ácido fluorhídrico formado por la hidrólisis.
10. Al comenzar el proceso de evaporación se recomienda agregar una pequeña cantidad de cristales de inyección para garantizar un rápido comienzo de la cristalización.

15. En el empleo dado a continuación se explica con más detalle la realización del procedimiento según la presente invención.

Ejemplo

20. En un dispositivo de un matrás redondo de 2 litros de capacidad, dotado de agitador y tubo de succión, de una columna corta (diámetro 35 mm, altura de los cuerpos de relleno 400 mm, anillos Raschig 4 - 5 mm), un refrigerador y un dispositivo de vacío, se evapora una lejía madre. Esta solución provenía de la cristalización de una solución de fluoruro de aluminio que, a su vez, se había
25. obtenido a partir de ácido fluorhídrico e hidróxido de aluminio y que contenía 6 g/l de aluminio y 17 g/l de fluor (esto es, 1,83 % de AlF_3 y 0,56 % de SiF_6). La solución se introduce en forma continua, en una cantidad de 1 l/h, manteniéndose constante el nivel del matraz. La
30. presión en los aparatos se mantiene, por un regulador de

404615 - 5 -



vacío, en 0,35 atmósferas absolutas, la temperatura del matraz asciende a 73°C.

5. El ensayo se realiza durante 6 días, durante 10 horas, y los análisis de las lejías finales filtradas se mencionan en la tabla. Al comienzo del primer ensayo se presentaron en el matraz 1 litro de ácido silicofluorhídrico (12 % de H_2SiF_6) y 100 g de $AlF_3 \cdot 3 H_2O$.

Rendimiento: % de Al en la solución % de $SiF_6^{''}$ en la solución

1 día	2,09	12,3
2 día	1,99	12,1
3 día	1,81	12,7
4 día	2,36	11,2
5 día	2,80	10,6
6 día	2,00	12,2

10. En el tiempo mencionado se emplearon 50 litros de lejía madre y como producto se obtuvo - restando los 100 g de trihidrato empleado como material de inyección - 1,24 kg de fluoruro de aluminio trihidratado. Esto corresponde a un rendimiento de aproximadamente un 82,5 % del fluoruro de aluminio empleado en la lejía madre.

15. Las variaciones del contenido en aluminio de la solución evaporada y filtrada se encuentran por lo tanto dentro de estrechos límites, es decir la cristalización del fluoruro de aluminio trihidratado se desarrolló en forma igualada. El trihidrato obtenido contenía, después de su calcinación a 600°C, 1 - 1,3 % de SiO_2 , era por lo tanto relativamente puro.

20.



- N O T A -

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente
5. indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Austria, con fecha 7 de julio de 1971, bajo el número A 5872/71, acogiendo-
10. se por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, 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 ELABORACION CONTINUA DE SOLUCIONES ACUOSAS DILUIDAS DE FLUORURO DE ALUMINIO; caracterizándose
15. por lo siguiente:
- 1º.- Procedimiento para la elaboración continua de soluciones acuosas diluidas de fluoruro de aluminio, con un contenido en aluminio de como máximo un 1 % en peso y un contenido en silicofluoruro de aluminio y/o ácido silicofluorhídrico, especialmente de lejías madre procedentes de la cristalización de fluoruro de aluminio después de una reacción de hidróxido de aluminio con ácido silicofluorhídrico; caracterizado porque estas soluciones
20. se alimentan en forma continua, o en porciones, a un cristalizador de vacío, de trabajo continuo, del que simultáneamente se extrae una cantidad correspondiente de suspensión de cristales, manteniéndose el cristalizador de vacío a una temperatura de 70 - 75°C y a una presión de
25. 0,3 - 0,4 atmósferas absolutas, con una concentración de
- 30.

pe

404615 - 7 -



iones SiF_6 , en la solución allí contenida, de un 12 - 14% en peso.

- 2^a.- Procedimiento para la elaboración continua de soluciones acuosas diluidas de fluoruro de aluminio, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.
- 5.

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

Madrid

- 6 JUL. 1972

10.

Key

OSTERREICHISCHE STICKSTOFFWERKE AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MODEY
P. p. Firmado: L. Gasta Ferragada

[Handwritten signature]