



413096

413096

PATENTE DE INVENCION

Int. Cl.⁴ COIB 35/12

Int. Cl.² COIB

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre:

" PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE BORATO DE ALUMINIO DE FORMULA $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$ "

Solicitante: La Entidad española: CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTIFICAS, domiciliado en Madrid, calle Serrano nº 117.

Inventoras: Dña. María Emilia GARCIA CLAVEL y Dña. María Teresa CASALS ALVAREZ.

413096²⁸



Es conocido el método de preparación de boratos anhidros por calentamiento de una mezcla de óxido metálico con anhídrido bórico. Se mantiene la mezcla a temperatura elevada hasta que se produzca la cristalización. A las

5. temperaturas necesarias el anhídrido bórico está fundido.

Se conocen tres boratos de aluminio de diferente composición: un borato natural, procedente de Siberia, la yeremeyevita, $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{B}_2\text{O}_3$, y dos artificiales $2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{B}_2\text{O}_3$ y $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$, obtenidos por fusión a 1000°C y 1100°C respectivamente, de una mezcla de anhídrido bórico y alúmina.

10.

Nosotros hemos sustituido el óxido de aluminio por sales, nitrato y sulfato, y el anhídrido bórico por el ácido, pretendiendo, de ese modo, aumentar la reactividad, disminuir la temperatura y evitar la fusión.

15.

Hemos preparado mezclas mecánicas nitrato de aluminio-ácido bórico y sulfato de aluminio-ácido bórico en las proporciones molares Al/B 1/1, 2/1 y 3/1 (tamaño de grano empleado $< 0,105 \mu$). Se ha hecho el estudio, de las mismas por termogravimetría, análisis térmico diferencial y roentgenografía.

20.

Los resultados obtenidos indican la formación con ambas mezclas de los boratos $2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{B}_2\text{O}_3$ y $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$, sin producirse en ningún caso fusión alguna. El $2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{B}_2\text{O}_3$ se forma siempre a temperaturas más bajas que el $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$, y se transforma en él al aumentar la temperatura. Según la mezcla y la relación molar empleada se obtienen los boratos puros o una mezcla de los dos.

25.

Las condiciones óptimas de obtención del $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ consisten en calentar entre $1100-1200^\circ\text{C}$ la mezcla

30.

413096



sulfato de aluminio-ácido bórico en relación 3/2, o en calentar a 1200°C la misma mezcla en relación molar 1:1.

No es preciso mantener las mezclas a las altas temperaturas citadas. En la velocidad de calentamiento

5. empleada, 300°C/h, el borato está ya formado al alcanzar la temperatura correspondiente. Esto disminuye el tiempo de calefacción de 70 horas (H. Scholze, Z. Anorg. Allgen. Chem., 284,272 (1956)) a 4-5 horas aproximadamente, lo que representa la gran ventaja del consiguiente ahorro de
10. energía.

Procedimiento

- Se ha empleado ácido bórico Merck, r.a. y sulfato de aluminio C. Erba, r.a. Previamente a la preparación de las mezclas mecánicas se procede como sigue: El ácido bórico se tamiza, se recogen las fracciones de tamaño de grano inferior a 0,105 μ , y se pesa la cantidad necesaria para obtener la relación molar deseada; el sulfato de aluminio se mantiene en una estufa a 180-200°C, unas
15. fracción se hace el termograma correspondiente.
20. El cálculo termogravimétrico indica que la composición de la muestra es, en nuestro caso $(SO_4)_3Al_2 \cdot 2,53H_2O$. Este será, pues, el peso-fórmula a considerar para preparar las mezclas en las relaciones molares deseadas. Para preparar dichas mezclas se emplea las fracciones de tamaño de grano inferior a 0,105 μ .

25. El $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$, se obtiene: 1) calentando la mezcla sulfato de aluminio-ácido bórico 1:1 M, en pocillo abierto a velocidad de 300°C h, hasta 1200°C, y manteniéndola 1 hora en isoterma a dicha temperatura, ó 2)
- 30.

413096²⁸



Calentando en las mismas condiciones entre 1100 y 1200°C, la mezcla sulfato de aluminio-ácido bórico, en la relación molar 3:2.

5. La Entidad solicitante se reserva el derecho de extender esta demanda a los países extranjeros, reivindicando la misma Prioridad de la presente solicitud al amparo del Convenio Internacional para la protección de la Propiedad Industrial.

10. Igualmente la solicitante se reserva el derecho de introducir en la presente invención cuantos perfeccionamientos sobre la misma puedan derivarse, mediante la solicitud de los correspondientes Certificados de Adición en la forma señalada por la Ley.

N O T A

15. La Patente de Invención, que se solicita, por veinte años, para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: " PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE BORATO DE ALUMINIO DE FORMULA $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$ ", según las características esenciales de las siguientes:

20. REIVINDICACIONES

25. 1ª.- Procedimiento de obtención de borato de aluminio de fórmula $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$, caracterizado porque comprende el calentamiento en pocillo abierto y a la velocidad de 300°C/h, de la mezcla de sulfato de aluminio-ácido bórico en la relación 1:1 M, hasta 1200°C, y el mantenimiento durante 1 hora en isoterma a dicha temperatura.

30. 2ª.- Procedimiento de obtención de borato de aluminio de fórmula $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$, según reivindicación 1ª y caracterizado porque comprende el calentamiento en las mismas condiciones entre 1100 y 1200°C de la mezcla sulfato

413096

28



de aluminio-ácido bórico en la relación 3:2 .

- 3ª.- Procedimiento de obtención de borato de aluminio de fórmula $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$, según reivindicaciones anteriores y caracterizado porque el tamaño de grano empleado tanto de sulfato de aluminio como de ácido bórico es menor de $0,105 \mu$ seleccionado mediante tamizado.
- 5.

4ª.- PROCEDIMIENTO DE OBTENCIÓN DE BORATO DE ALUMINIO DE FÓRMULA $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$.

- Según queda sustancialmente descrito en la presente memoria, que consta de cinco hojas escritas a máquina por una sola cara.
- 10.

Madrid, 28 de Marzo de 1973

CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES
CIENTÍFICAS
P. P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO
P. P.


Firmada: M.ª Dolores Jerquera