

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 524 429**

51 Int. Cl.:

C22B 34/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.12.2012 E 12195415 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.10.2014 EP 2669393**

54 Título: **Procedimiento para la producción de circonio metálico industrialmente y la producción de un electrolito de aluminio de baja temperatura como producto secundario**

30 Prioridad:

30.05.2012 CN 201210172853

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

09.12.2014

73 Titular/es:

**SHENZHEN SUNXING LIGHT ALLOYS
MATERIALS CO., LTD (100.0%)
Building A, Sunxing Plant Hi-Tech, Industrial
District, Gongming Town, Guanguang Road,
Baoan District
Shenzhen, Guangdong 518000, CN**

72 Inventor/es:

**CHEN, XUEMIN;
YANG, JUN;
LI, ZHIHONG y
WU, WEIPING**

74 Agente/Representante:

PONTI SALES, Adelaida

ES 2 524 429 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de circonio metálico industrialmente y la producción de un electrolito de aluminio de baja temperatura como producto secundario.

5

Campo técnico de la invención

[0001] La invención se refiere a un procedimiento de preparación de circonio metálico, más en particular a un procedimiento de preparación para la producción de circonio metálico industrialmente y la producción de un electrolito de aluminio de baja temperatura como producto secundario.

10

Antecedentes de la invención

[0002] Como metal raro, el circonio presenta las características de un alto punto de fusión, gran dureza y fuerte resistencia a la corrosión y se aplica ampliamente en el sector aeroespacial, la industria militar, la energía atómica y otros campos. En la actualidad, existen principalmente dos procedimientos industriales de preparación de circonio metálico:

15

(1) Procedimiento de reducción: el circonio metálico se prepara de manera reductora a partir de la materia prima, es decir, tetracloruro de circonio, bajo la protección de un gas inerte, con el uso de magnesio o sodio metálicos o la mezcla de los mismos como agente reductor, pero este procedimiento presenta las desventajas de un equipo de reacción complejo y un alto coste de producción integral, etc.

20

(2) Procedimiento de electrolisis: el circonio metálico se prepara a partir de la materia prima, es decir, K_2ZrF_6 , por el procedimiento de electrolisis de las sales fundidas K_2ZrF_6-KCl o K_2ZrF_6-NaCl como electrolitos, pero este procedimiento presenta las desventajas de un alto consumo de energía para la electrolisis, un bajo rendimiento de circonio metálico y un alto coste de producción; además del procedimiento de electrolisis de sales fundidas de K_2ZrF_6 , el circonio puede prepararse también en un sistema electrolítico de cloruro puro que contiene $ZrCl_4$.

25

[0003] Sin embargo, este procedimiento presenta las desventajas de un alto consumo de energía para la electrolisis y baja calidad del producto.

30

[0004] El documento EP 134643 desvela un proceso para la preparación de circonio, hafnio o titanio metálicos, en que el proceso comprende la puesta en contacto de un compuesto fluorado de circonio, hafnio o titanio con aluminio o magnesio metálicos calentados para convertir el compuesto en el metal correspondiente.

35

[0005] El ejemplo 1 desvela la reducción de $(NH_4)_2ZrF_6$ con aluminio metálico precalentado a 660 °C. El circonio metálico se presentó en el fondo cubierto por el aluminio metálico.

40 **Resumen de la invención**

[0006] Con el fin de solucionar los problemas técnicos de la técnica anterior, los inventores han llevado a cabo ingentes investigaciones en cuanto a la selección de materias primas y procedimientos de preparación y, de manera inesperada, han encontrado que puede obtenerse circonio metálico por medio de una reacción entre la materia prima, es decir un fluorocirconato y aluminio, un procedimiento de preparación tal es simple, con condiciones de reacción moderadas, un corto periodo de reacción y una elevada pureza del producto objetivo y, además, el producto secundario criolita tiene buenas perspectivas de aplicación en el uso como electrolito de aluminio de baja temperatura.

45

[0007] La invención proporciona un procedimiento para la preparación de circonio a partir de fluorocirconato de potasio como materia prima que comprende las etapas siguientes:

50

A) se ponen el aluminio y el fluorocirconato en un reactor cerrado, se introduce un gas inerte en el reactor después de practicar el vacío, el reactor se calienta a una temperatura de 780 °C a 1.000 °C y entonces la mezcla en el reactor se agita rápidamente; y

55

B) después de dejar continuar la reacción durante cuatro a seis horas, el líquido fundido de la parte superior se retira por succión para obtener un electrolito de aluminio de baja temperatura y el producto de la capa inferior se somete a inmersión en ácido o a destilación para eliminar el residuo superficial y obtener el circonio metálico.

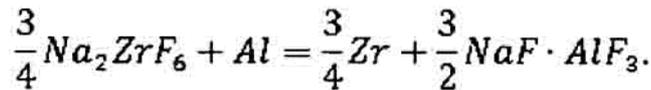
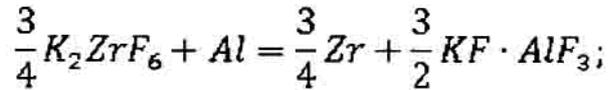
60

[0008] Con la proposición técnica anterior puede prepararse circonio puro por medio de una reacción entre una materia prima, es decir, fluorocirconato de potasio, y aluminio en condiciones moderadas, dicho procedimiento de preparación es simple y de un corto periodo de reacción y puede utilizarse en la producción industrial de circonio en gran escala; además, el producto secundario criolita puede reducir la temperatura de la electrolisis y el consumo de energía cuando se usa como electrolito de aluminio de baja temperatura en la industria de la electrolisis del aluminio, de modo que cuenta con grandes perspectivas de aplicación.

65

[0009] Como una mejora adicional de la invención, el fluorocirconato se selecciona entre fluorocirconato de potasio y fluorocirconato de sodio. Las fórmulas de reacción química implicadas son las siguientes:

5



[0010] Como una mejora adicional de la invención, el tiempo de reacción es de cinco horas. El tiempo de reacción está estrechamente relacionado con la temperatura de reacción y la cantidad de reactantes y un tiempo de reacción de cinco horas puede conducir a una reacción completa en el caso de una producción industrial a una temperatura de 780 °C a 1.000 °C.

[0011] Como una mejora adicional de la invención, la temperatura de reacción es de 780 a 850 °C.

15

[0012] Como una mejora adicional de la invención, el gas inerte es argón.

[0013] Comparada con la técnica anterior, la invención tiene las ventajas siguientes: la invención proporciona un procedimiento para la preparación de circonio metálico a partir de un fluorocirconato como materia prima que es simple, de corto periodo de reacción, de condiciones de reacción moderadas e implementable en la producción industrial de circonio a gran escala; el producto secundario criolita puede reducir la temperatura de electrolisis y el consumo de energía cuando se usa como electrolito de aluminio de baja temperatura en la industria de la electrolisis del aluminio, de modo que cuenta con grandes perspectivas de aplicación.

25 Descripción detallada de las realizaciones

[0014] A continuación se hace una descripción más detallada de la invención con referencia a las realizaciones.

30 Realización 1

[0015] Se pesan una tonelada de aluminio y 10,5 toneladas de fluorocirconato de potasio y se ponen en un reactor que es un recipiente cerrado, se introduce argón en el reactor con fines de protección después de practicar el vacío, el reactor se calienta a 780 °C y se generan circonio y criolita de potasio al completarse la reacción después de agitar rápidamente la mezcla en el reactor durante cinco horas, la tapa del reactor se abre y la criolita de potasio en estado líquido fundida en la capa superior se retira por succión mediante una bomba de sifón. Una vez que el reactor se ha enfriado, el producto en la capa inferior se comprime bajo la protección de argón y después se le añade ácido sulfúrico diluido para empararlo y eliminar la criolita de potasio que queda en la superficie, con lo que se obtienen 3,0 toneladas de circonio puro de acuerdo con la pesada después de secarlo al vacío.

40

Realización 2

[0016] Se pesan una tonelada de aluminio y 10,5 toneladas de fluorocirconato de potasio y se ponen en un reactor que es un recipiente cerrado, se introduce argón en el reactor con fines de protección después de practicar el vacío, el reactor se calienta a 850 °C y se generan circonio y criolita de potasio al completarse la reacción después de agitar rápidamente la mezcla en el reactor durante cuatro horas, la tapa del reactor se abre y la criolita de potasio en estado líquido fundida en la capa superior se retira por succión mediante una bomba de sifón. Una vez que el reactor se ha enfriado, el producto está bajo la protección de argón y, después de eliminar la criolita de potasio que queda en la superficie, se obtienen 3,1 toneladas de circonio puro de acuerdo con la pesada después de secarlo al vacío.

50

Realización 3

[0017] Se pesan una tonelada de aluminio y 9,3 toneladas de fluorocirconato de sodio y se ponen en un reactor que es un recipiente cerrado, se introduce argón en el reactor con fines de protección después de practicar el vacío, el reactor se calienta a 800 °C y se generan circonio y criolita de sodio al completarse la reacción después de agitar rápidamente la mezcla en el reactor durante cinco horas, la tapa del reactor se abre y la criolita de sodio en estado líquido fundida en la capa superior se retira por succión mediante una bomba de sifón. Una vez que el reactor se ha enfriado, el producto en la capa inferior se comprime bajo la protección de argón y después se le añade ácido sulfúrico diluido para empararlo y eliminar la criolita de sodio que queda en la superficie, con lo que se obtienen 3,0

60

toneladas de circonio puro de acuerdo con la pesada después de secarlo al vacío.

Realización 4

5 **[0018]** Se pesan una tonelada de aluminio y 9,3 toneladas de fluorocirconato de sodio y se ponen en un reactor que es un recipiente cerrado, se introduce argón en el reactor con fines de protección después de practicar el vacío, el reactor se calienta a 850 °C y se generan circonio y criolita de sodio al completarse la reacción después de agitar rápidamente la mezcla en el reactor durante cuatro horas, la tapa del reactor se abre y la criolita de potasio en estado líquido fundida en la capa superior se retira por succión mediante una bomba de sifón. Una vez que el reactor
10 se ha enfriado, el producto está bajo la protección de argón y, después de eliminar la criolita de sodio que queda en la superficie, se obtienen 3,1 toneladas de circonio puro de acuerdo con la pesada después de secarlo al vacío.

[0019] Los contenidos discutidos anteriormente son solamente para una descripción más detallada de la invención con referencia a las realizaciones preferidas y no deberá considerarse que las realizaciones de la
15 invención se limitan solo a la descripción. Los expertos en la técnica a la que pertenece la invención pueden hacer numerosas deducciones o sustituciones simples sin apartarse del concepto de la invención y estas deberán contemplarse como dentro del alcance de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de preparación para la producción de circonio metálico industrialmente y la producción de un electrolito de aluminio de baja temperatura como producto secundario, **caracterizado porque:** el
5 procedimiento comprende las etapas siguientes: A) se ponen aluminio y un fluorocirconato en un reactor cerrado, se introduce un gas inerte en el reactor después de practicar el vacío, el reactor se calienta a una temperatura de 780 °C a 1.000 °C y entonces la mezcla en el reactor se agita rápidamente; y B) después de dejar continuar la reacción durante cuatro a seis horas, se succiona el líquido fundido de la parte superior para obtener un electrolito de aluminio de baja temperatura y el producto de la capa inferior se somete a inmersión en ácido o a destilación para
10 eliminar el residuo superficial y obtener el circonio metálico.
2. El procedimiento de preparación para la producción de circonio metálico industrialmente y la producción de un electrolito de aluminio de baja temperatura como producto secundario de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque:** el fluorocirconato se selecciona entre fluorocirconato de potasio y
15 fluorocirconato de sodio.
3. El procedimiento de preparación para la producción de circonio metálico industrialmente y la producción de un electrolito de aluminio de baja temperatura como producto secundario de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque:** el tiempo de reacción es de cinco horas.
20
4. El procedimiento de preparación para la producción de circonio metálico industrialmente y la producción de un electrolito de aluminio de baja temperatura como producto secundario de acuerdo con la reivindicación 3, **caracterizado porque:** la temperatura de reacción es de 780 °C a 850 °C.
- 25 5. El procedimiento de preparación para la producción de circonio metálico industrialmente y la producción de un electrolito de aluminio de baja temperatura como producto secundario de acuerdo con la reivindicación 4, **caracterizado porque:** el gas inerte es argón.