

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 534 189**

51 Int. Cl.:

C01B 35/04 (2006.01)

C25C 3/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.12.2012 E 12195411 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.02.2015 EP 2669250**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de boruro de metal de transición**

30 Prioridad:

30.05.2012 CN 201210172846

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

20.04.2015

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 2 534 189 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 preparación de boruro de metal de transición

5 Campo técnico de la invención

[0001] La invención se refiere a boruros de metales de transición, más particularmente a un procedimiento para la preparación de boruro de metal de transición.

10 Antecedentes de la invención

[0002] El método tradicional Hall-Héroult aún se sigue empleado en sector de la electrólisis del aluminio por el momento, la combinación de criolita-alúmina ha servido como sistema básico para el electrolito y la célula electrolítica existente con ánodo precocido adopta principalmente un cátodo de carbono. El aluminio líquido no moja al cátodo de carbono y este está sometido a la corrosión de la criolita durante mucho tiempo, por lo que, con el fin de prolongar la vida útil de la celda electrolítica, típicamente es necesario recubrir la superficie del cátodo de carbono con un recubrimiento inerte. Debido a la excelente humectabilidad por el aluminio líquido y la superior resistencia a la corrosión por la criolita, los boruros de metales de transición resultan bastante adecuados para su uso como recubrimiento superficial del cátodo de carbono. Mientras tanto, los boruros de metales de transición se pueden usar para la preparación de material de ánodo inerte debido a su excelente capacidad de humectación por el aluminio líquido, superior resistencia a la corrosión por la criolita y buena conductividad y resistencia al impacto térmico. Los boruros de metales de transición, como el boruro de titanio, tienen un coste bastante elevado, por lo que es difícil generalizar en la actualidad su uso en la preparación de material de recubrimiento superficial del cátodo de carbono y de material de ánodo inerte.

[0003] Los actuales boruros de metales de transición se derivan principalmente por reacción directa entre titanio, circonio, cromo o vanadio y boro monómero a alta temperatura. Puesto que el rendimiento del monómero de boro en el ámbito de la producción industrial no es muy alto (típicamente por debajo del 90 %) y el coste de producción es alto, el uso del costoso monómero de boro se traduce en un boruro de metal de transición caro, lo que limita aún más la producción industrial a gran escala de boruros de metales de transición.

[0004] La patente GB 2 259 309 A describe un procedimiento para la preparación de un boruro de metal de transición (p. ej., boruro de titanio) en el que un material que comprende aluminio (aluminio o aleación de aluminio) se introduce en un reactor y se funde en el mismo para dar lugar a una masa fundida a base de aluminio. A dicha masa fundida se le añade una sal que contenga boro (p. ej., fluoborato de potasio), la cual reacciona con el aluminio en la masa fundida, de manera que se produce boro. Además, se hace reaccionar una sal que contenga un metal de transición con el aluminio en la masa fundida para producir dicho metal de transición (p. ej., titanio), el cual reacciona seguidamente con el boro dentro de la masa fundida con el fin de generar el boruro de metal de transición correspondiente.

Características de la invención

[0005] Con el fin de resolver los problemas técnicos propios de la técnica anterior, el inventor ha realizado enormes investigaciones sobre la preparación de boruros de metales de transición y las materias primas para la producción de los mismos, y ha encontrado inesperadamente que el procedimiento en el que el monómero de boro se prepara a partir de la materia prima correspondiente, es decir, fluoborato de potasio o de fluoborato de sodio, por medio de reducción termoquímica, y el boruro de metal de transición correspondiente se prepara a partir de las materias primas correspondientes, es decir, monómero de boro y metal de transición, presenta las ventajas de ser un procedimiento de preparación sencillo, con alto rendimiento del producto y buenas propiedades de los productos y, por consiguiente, se reduce el coste integral de producción de boruro de metal de transición.

[0006] La invención da a conocer un procedimiento para la preparación de boruro de metal de transición, que comprende las siguientes etapas:

55 A) se introduce aluminio en un reactor, se alimenta gas inerte al reactor tras su evacuación, el reactor se calienta hasta entre 700 y 800 °C y después se añade fluoborato de sodio o fluoborato de potasio seco, se generan boro monómero y criolita por agitación rápida y reacción durante entre 4 y 6 horas, y el líquido fundido de la capa superior se aspira y se obtiene el boro monómero mediante separación; las fórmulas de reacción química involucradas son las siguientes: $\text{KBF}_4 + \text{Al} = \text{B} + \text{KF} + \text{AlF}_3$ y $\text{NaBF}_4 + \text{Al} =$

B+NaF•AlF₃; y

5 B) se añade el metal de transición al monómero de boro obtenido para su reacción a una temperatura comprendida entre 1800 y 2500 °C durante entre 0,5 y 2 horas con el fin de generar el correspondiente boruro de metal de transición

10 **[0007]** Con la propuesta técnica anterior, el procedimiento para la preparación de boruro de metal de transición dado a conocer por la invención tiene las ventajas de ser un procedimiento sencillo, con un corto período de reacción, alto rendimiento del producto y buenas propiedades de los productos, por lo que se reduce el coste integral de producción de boruro de metal de transición y es posible poner en práctica la producción industrial a gran escala.

15 **[0008]** Como una mejora adicional de la invención, el metal de transición se selecciona entre titanio, circonio, cromo o vanadio, y las fórmulas de reacción química involucradas son las siguientes: Ti+2B= TiB₂, Zr+2B= ZrB₂, Cr+2B= CrB₂ y V+2B= VB₂.

[0009] Como una mejora adicional de la invención, el gas inerte es argón.

20 **[0010]** El boruro de metal de transición preparado mediante el procedimiento para la preparación de boruro de metal de transición se puede utilizar en la preparación de un recubrimiento del cátodo de la celda electrolítica con un ánodo precocido. El boruro de metal de transición (tal como boruro de titanio, boruro de circonio, boruro de cromo o boruro de vanadio) preparado de acuerdo con la invención tiene buena conductividad y resistencia mecánica, una excelente humectabilidad por el aluminio líquido y superior resistencia a la corrosión por la criolita; además, el boruro de titanio obtenido y material de carbono se fusionan, a continuación, se presan sobre la superficie del cátodo de carbono y, finalmente, se sinterizan para formar un material de recubrimiento de cátodo inerte para la electrólisis del aluminio.

30 **[0011]** El boruro de metal de transición preparado mediante el procedimiento para la preparación de boruro de metal de transición se puede utilizar en la preparación de un material de ánodo inerte de la celda electrolítica con un ánodo precocido. El boruro de metal de transición preparado de acuerdo con la invención presenta las ventajas de una buena conductividad, una fuerte resistencia a la corrosión y a los impactos, y similares; además, el boruro de titanio y el material de carbono obtenidos se mezclan uniformemente, a continuación, se moldean bajo alta presión y finalmente de sinterización a alta temperatura para formar un material de ánodo inerte para la electrólisis del aluminio.

35 **[0012]** En comparación con la técnica anterior, la invención presenta las siguientes ventajas: el procedimiento para la preparación de boruro de metal de transición dado a conocer por la invención es sencillo de preparar, tiene un corto período de reacción, es capaz de mejorar la eficiencia de la producción y el rendimiento del monómero de boro, logra unas buenas propiedades del producto, tiene un menor coste de producción integral del boruro metálico de transición, es excelente en términos del beneficio económico y es aplicable a gran escala en la producción industrial. El boruro de metal de transición preparado de acuerdo con la invención tiene una excelente humectabilidad por el aluminio líquido y la superior resistencia a la corrosión por la criolita, y puede ser ampliamente aplicado para la preparación de recubrimiento superficial del cátodo de carbono y material de ánodo inerte de la celda electrolítica con un ánodo precocido. Descripción detallada de las formas de realización

45 **[0013]** A continuación se ofrece una descripción detallada de la invención haciendo referencia a las realizaciones.

Realización 1

50 **[0014]** se introducen en un reactor 2 toneladas de aluminio, se alimenta gas inerte al reactor con fines de protección tras su evacuación, el reactor se calienta hasta 750 °C y después se añade fluoborato de potasio seco de acuerdo con la proporción de reacción, se generan boro monómero y criolita por agitación rápida y reacción durante 5 horas, el boro monómero se obtiene mediante separación de acuerdo con el procedimiento de separación convencional actual, se obtienen 0,78 toneladas de boro monómero de acuerdo con un pesaje realizado tras ser
55 secado, y el rendimiento se encuentra por encima del 95 %; el monómero de boro obtenido se introduce en otro reactor, se añade al reactor polvo de titanio de acuerdo con la proporción de reacción y después se calienta hasta 2000 °C, y se alcanza la reacción completa 1 hora más tarde, de manera que se genera boruro de titanio.

Realización 2

5 [0015] se introducen en un reactor 2 toneladas de aluminio, se alimenta gas inerte al reactor con fines de protección tras su evacuación, el reactor se calienta hasta 750 °C y después se añade fluoborato de sodio seco de acuerdo con la proporción de reacción, se generan boro monómero y criolita por agitación rápida y reacción durante 5 horas, el boro monómero se obtiene mediante separación de acuerdo con el procedimiento de separación convencional actual, se obtienen 0,79 toneladas de boro monómero de acuerdo con un pesaje realizado tras ser secado, y el rendimiento se encuentra por encima del 95 %; el monómero de boro obtenido se introduce en otro reactor, se añade al reactor polvo de titanio de acuerdo con la proporción de reacción y después se calienta hasta 10 2000 °C, y se alcanza la reacción completa 1 hora más tarde, de manera que se genera boruro de titanio.

Realización 3

15 [0016] se introducen en un reactor 2 toneladas de aluminio, se alimenta gas inerte al reactor con fines de protección tras su evacuación, el reactor se calienta hasta 750 °C y después se añade fluoborato de sodio seco de acuerdo con la proporción de reacción, se generan boro monómero y criolita por agitación rápida y reacción durante 5 horas, el boro monómero se obtiene mediante separación de acuerdo con el procedimiento de separación convencional actual, se obtienen 0,79 toneladas de boro monómero de acuerdo con un pesaje realizado tras ser secado, y el rendimiento se encuentra por encima del 95 %; el monómero de boro obtenido se introduce en otro 20 reactor, se añade al reactor polvo de circonio de acuerdo con la proporción de reacción y después se calienta hasta 2100 °C, y se alcanza la reacción completa 1 hora más tarde, de manera que se genera boruro de circonio.

Realización 4

25 [0017] se introducen en un reactor 2 toneladas de aluminio, se alimenta gas inerte al reactor con fines de protección tras su evacuación, el reactor se calienta hasta 750 °C y después se añade fluoborato de sodio seco de acuerdo con la proporción de reacción, se generan boro monómero y criolita por agitación rápida y reacción durante 5 horas, el boro monómero se obtiene mediante separación de acuerdo con el procedimiento de separación convencional actual, se obtienen 0,79 toneladas de boro monómero de acuerdo con un pesaje realizado tras ser 30 secado, y el rendimiento se encuentra por encima del 95 %; el monómero de boro obtenido se introduce en otro reactor, se añade al reactor polvo de cromo de acuerdo con la proporción de reacción y después se calienta hasta 2000 °C, y se alcanza la reacción completa 1 hora más tarde, de manera que se genera boruro de cromo.

Realización 5

35 [0018] se introducen en un reactor 2 toneladas de aluminio, se alimenta gas inerte al reactor con fines de protección tras su evacuación, el reactor se calienta hasta 750 °C y después se añade fluoborato de sodio seco de acuerdo con la proporción de reacción, se generan boro monómero y criolita por agitación rápida y reacción durante 5 horas, el boro monómero se obtiene mediante separación de acuerdo con el procedimiento de separación 40 convencional actual, se obtienen 0,79 toneladas de boro monómero de acuerdo con un pesaje realizado tras ser secado, y el rendimiento se encuentra por encima del 95 %; el monómero de boro obtenido se introduce en otro reactor, se añade al reactor polvo de vanadio de acuerdo con la proporción de reacción y después se calienta hasta 2000 °C, y se alcanza la reacción completa 1 hora más tarde, de manera que se genera boruro de vanadio.

45 [0019] Los contenidos expuestos anteriormente tienen meramente el propósito de ofrecer una descripción más detallada de la invención haciendo referencia a las realizaciones preferente, y no se considerará que las realizaciones de la invención limitan en modo alguno la descripción.

REIVINDICACIONES

1. 1. Un procedimiento para la preparación de boruro de metal de transición, **caracterizado porque:** el procedimiento comprende las siguientes etapas: A) se introduce aluminio en un reactor, se alimenta gas inerte al reactor tras su evacuación, el reactor se calienta hasta entre 700 y 800 °C y después se añade fluoborato de sodio o fluoborato de potasio seco, se generan boro monómero y criolita por agitación rápida y reacción durante entre 4 y 6 horas, y el líquido fundido de la capa superior se aspira y se obtiene el boro monómero mediante separación; y B) se añade el metal de transición al monómero de boro obtenido para su reacción a una temperatura comprendida entre 1800-2200 °C con el fin de generar el correspondiente boruro de metal de transición.
- 10
2. El procedimiento para la preparación de boruro de metal de transición de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque:** el metal de transición se selecciona entre titanio, circonio, cromo o vanadio.
3. El procedimiento para la preparación de boruro de metal de transición de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque:** el gas inerte es argón. .
- 15