

P.- 1802.

RECEIVED
FOR DEPOSIT OF ORIGINAL

157101

12 MAY



12 MAY, 1942

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de MAGYAR BAUXITBÁNVA RÉSZVÉNYTÁRSASÁG y JENO PAP, de entidad y súbditos húngaros, residentes en V. Gróf Tisza István-u. 8 y II. Csalogány-u. 34 b., respectivamente, ambos en Budapest, Hungría, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA OBTENER SULFATO DE ALUMINIO DE MINERALES DE ALUMINIO".

====O====O====O====O====O====O====O====O====O====O====O====O====O====

El procedimiento de Bayer, de difusión general, para obtener óxido de aluminio de minerales de aluminio, especialmente de bauxita, tiene, como es sabido,



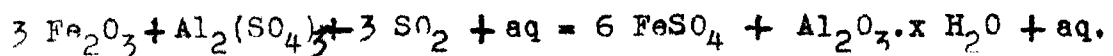
el inconveniente de que con él no se pueden seguir elabo-
rando en forma económica bauxitas con un contenido de
SiO₂ de más del 5 al 6 %. Los demás componentes del mi-
neral, como el TiO₂ o el Fe₂O₃, tampoco pueden aprove-
5 charse apenas o en absoluto. Para evitar estos inconve-
nientes se han propuesto los llamados procedimientos áci-
dos, que esencialmente consisten en disolver con ácido
mineral fuerte el Al₂O₃ y el Fe₂O₃ contenidos en la bau-
xita, y separar por filtrado de la solución el TiO₂ y el
10 SiO₂ insolubles en el ácido. Pero los procedimientos áci-
dos propuestos hasta ahora no han podido mantenerse en la
práctica, porque, si bien hacen posible la elaboración
económica de minerales de aluminio ricos en SiO₂ y TiO₂,
incluso con obtención de los componentes secundarios, no
15 se ha conseguido hasta ahora separar en forma en cierto
modo económica las combinaciones de hierro y aluminio di-
sueltas. Las sales de aluminio que se obtenían por los
conocidos procedimientos ácidos, no estaban completamen-
te libres de hierro, por lo cual producían un óxido alu-
mínico con hierro que no era adecuado para la obtención
20 de aluminio metálico.

El presente procedimiento ácido permite obte-
ner sulfato aluminico puro y sin hierro partiendo de mi-
nerales de aluminio, especialmente bauxita, y permite
25 también la obtención de los componentes secundarios en
forma ventajosamente aprovechable.

Según el presente procedimiento el mineral de
aluminio molido, por ejemplo bauxita, se calienta en un
autoclave a elevada temperatura y a sobrepresión con una



solución de sulfato aluminico añadida en cantidad calculada y ácido sulfuroso. La temperatura se mantiene entre 90° y 120°, y la presión puede ser aproximadamente de 4 a 14 atmósferas. Estos límites de temperatura y presión pueden, sin embargo, aumentarse o reducirse. La mayor parte del $Fe_2 O_3$ contenido en la bauxita pasa así a la solución como ferrosulfato, y permanece invariable al $Al_2 O_3$ existente en el mineral; también el sulfato aluminico contenido en la solución añadida permanece en forma insoluble, en parte como sulfito de aluluminio básico, pero esencialmente como óxido o hidróxido aluminico. La reacción sigue aproximadamente la igualdad



Del mineral de aluminio ampliamente libertado así de su contenido de hierro se separa por filtración la solución de sulfato ferroso, y después de evaporarla, se deja cristalizar.

La bauxita, libertada en su máxima parte de hierro, se lava después con agua, y para disolver el $Al_2 O_3$ se le añade una cantidad calculada de ácido sulfúrico. Así éste disuelve también el $Fe_2 O_3$ que aun queda en el mineral después de la separación anterior de hierro. Luego la solución se separa por filtrado del residuo insoluble en ácido. El residuo, enriquecido en TiO_2 y SiO_2 , puede emplearse como primera materia para la obtención de bióxido de titanio. El filtrado obtenido se deja cristalizar después de cierta evaporación. Se obtienen cristales de la composición $Al_2 (SO_4)_3 \cdot 18 H_2 O$. La cristalización se dirige de manera que se obtengan los cristales más



157101

12 MAY

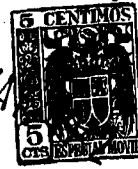
- 4 -
157101

grandes y uniformes que sea posible, los cuales se pueden centrifugar bien. Para conseguirlo la solución se agita lenta y uniformemente durante el enfriamiento no interrumpido o la evaporación a presión disminuída. El contenido de sulfato de hierro del filtrado está muy lejos del límite de saturación, de manera que queda en su cantidad total en la lejía madre, al cristalizar el sulfato aluminico.

Los cristales de sulfato aluminico obtenidos se separan de la lejía madre en la forma que se quiera, por ejemplo, por centrifugación. Para libertarlos incluso de los últimos vestigios de hierro, los restos de lejía madre adheridos a los cristales se expulsan completamente por "cobertura" con una solución de sulfato aluminico libre de hierro y saturada. La cobertura puede realizarse también con igual resultado mediante agua o una solución de sulfato aluminico no saturada, porque al fluir hacia abajo se produce inmediatamente una solución saturada.

La lejía madre que todavía contiene mucho sulfato aluminico, pero también la cantidad total del hierro que queda después de la separación de este metal y que después de la disolución del Al_2O_3 está también disuelto con éste, puede en ciertas circunstancias someterse aún a una nueva cristalización, o bien se emplea directamente para separar el hierro de nuevas cantidades de primera materia. De este modo se utilizan por completo sus componentes de aluminio y sulfato. También el hierro contenido en la bauxita se obtiene en esta forma de tra-

12MA



157101

bajo siempre en el mismo punto del proceso total, y esto en forma bastante concentrada.

5 Por tanto, según el procedimiento expuesto, prácticamente se obtiene la cantidad total del aluminio contenido en el mineral sin pérdidas dignas de mención, como sulfato aluminico sin hierro y cristalizado. También los componentes secundarios pueden ser objeto de un aprovechamiento económico.

10 Una parte del sulfato aluminico cristalizado obtenido se disuelve en agua y se emplea para la cobertura, esto es, para expulsar la lejía madre adherida a los cristales; la parte restante se deshidrata y luego se calienta hasta el rojo blanco. Se forman abundantes vapores de SO_3 y SO_2 y se consigue un óxido aluminico
15 muy puro e irreprochable para obtener aluminio.

El procedimiento descrito puede también emplearse para la elaboración de otros minerales de aluminio, como arcilla, caolín etc.

20 El mineral de aluminio puede elaborarse directamente después de molido, sin ninguna otra preparación. Pero en muchos casos puede ser ventajoso calcinarlo, como ya se ha mencionado, en una atmósfera reductora, con lo cual el óxido férrico contenido en el mineral se convierte en óxido ferroso. Esto es recomendable para muchos minerales, especialmente porque el óxido ferroso es
25 atacado o disuelto con más facilidad y rapidez que el óxido férrico al separar el hierro con sulfato aluminico y ácido sulfuroso. La correspondiente reacción se realiza según la igualdad:

157101

124



157101

$3 \text{ FeO} + \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{SO}_2 + \text{aq} = 3 \text{ FeSO}_4 + \text{Al}_2 \text{O}_3 \cdot x \text{ H}_2\text{O} + \text{SO}_2 + \text{aq}$
 es decir, que el SO_2 actúa esencialmente sólo como transmisor de sulfato.

Ejemplo.

5 2.000 Kg. de una bauxita de la composición siguiente:

	$\text{Al}_2 \text{O}_3$	50 %
	$\text{Fe}_2 \text{O}_3$	25 %
	SiO_2	5 %
10	TiO_2	3 %
	Pérdida de incandescencia	17 %,

se mezclan en un autoclave provisto de mecanismo agitador con 1.200 Kg. de una solución de sulfato aluminico saturada a la temperatura ordinaria, cuyo contenido de $\text{Al}_2 \text{O}_3$ es aproximadamente de 8 %, y luego con 2,400 Kg. de agua. En la mezcla se introduce bióxido sulfúrico a temperatura de unos 100 grados y agitando sin cesar hasta que ha pasado a solución un 90 % aproximadamente del hierro existente en la bauxita. La solución de sulfato ferroso se separa por filtración de lo no disuelto. Las tortas prensadas se calientan con 2,900 Kg. de ácido sulfúrico concentrado y 1.800 Kg. de agua en un autoclave provisto de mecanismo agitador, a unos 160 grados, durante algunas horas, por ejemplo, 3. Luego el conjunto se diluye con nueva adición de 2000 Kg. de agua y se filtra. El filtrado es una solución de sulfato aluminico con un 12 % aproximadamente de $\text{Al}_2 \text{O}_3$, que se enfría y se agita en operación lenta y uniforme. Los cristales así formados de la composición $\text{Al}_2 (\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{ H}_2\text{O}$ se separan por

12 MAY



157101

- 7 -
157101

centrifugación de la lejía madre, y luego, para expulsar la lejía que queda adherida, se lavan con una solución de sulfato aluminico saturada. Luego la lejía madre y la lejía de lavado se evaporan hasta un contenido de Al_2O_3 de un 12 % aproximadamente, la solución evaporada se deja cristalizar de nuevo, y también estos cristales se lavan con solución saturada de sulfato aluminico.

De las dos cristalizaciones se obtienen en total, empleando como lejía de lavado unos 2.200 Kg. de solución de sulfato aluminico saturada, 8.000 Kg. de sulfato aluminico sin hierro y aun húmedo, con un contenido de Al_2O_3 de un 14 % en números redondos. La lejía madre que queda y que contiene hierro pesa unos 1.200 Kg., con un contenido de Al_2O_3 de un 8 % aproximadamente, y se vuelve a emplear en el procedimiento. Del sulfato aluminico cristalizado y sin hierro, que pesa unos 8000 Kg. se emplean unos 1.250 Kg. para preparar la solución de expulsión o lavado, que pesa unos 2.000 Kg., y los restantes 6.750 Kg. se deshidratan en la forma ordinaria y luego se calientan hasta incandescencia. Por la incandescencia se obtiene, además de vapores de SO_3 y SO_2 que pueden utilizarse para la obtención de ácido sulfúrico, unos 960 Kg. de Al_2O_3 . EL Al_2O_3 obtenido se distingue por su especial pureza y por su gran falta de hierro, y es irreprochable para preparar aluminio metálico.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Hungría, el 7 de Octubre de 1941, bajo el número B. 15.207, se acoge a los beneficios del artículo 51

157101

12 MAY 1912



157101

del Estatuto vigente sobre Propiedad Industrial.

=====

===== N O T A =====

=====

5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, son los siguientes:

10 1º. Un procedimiento para obtener sulfato aluminico de minerales de aluminio, especialmente bauxita, caracterizado por que el mineral molido, para disolver la mayor parte del Fe_2O_3 en él contenido, se trata en un autoclave con una solución de sulfato aluminico y con ácido sulfuroso empleado con él junta o simultáneamente, a presión y a elevada temperatura; se filtra la solución de sulfato ferroso que se produce; luego el Al_2O_3 de la materia de partida, ya ampliamente libertada del hierro, se disuelve con ácido sulfúrico, ventajosamente también a presión y con calentamiento, con lo cual también el residuo del Fe_2O_3 que ha quedado de la precedente separación de hierro, se disuelve también; luego de la solución de sulfato aluminico filtrada del residuo insoluble en ácido sulfúrico se deja cristalizar por enfriamiento o por evaporación una parte del sulfato aluminico que contiene; se separan los cristales de la lejía madre, por ejemplo por centrifugación; se expulsa el residuo de lejía madre adherido a los cristales con una solución de sulfato aluminico sin hierro y satu-

15

20

12 MAY



157101

- 9 -

157101

rada; se secan los cristales así obtenidos, y la lejía madre, que principalmente contiene sulfato aluminico y además sulfato de hierro, y el líquido del lavado se emplean para separar el hierro de nuevas cantidades de mineral.

5

2º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º., caracterizado por que el mineral de aluminio molido se calcina antes de su elaboración en una atmósfera reductora.

10

3º. Un procedimiento para obtener sulfato de aluminio de minerales de aluminio.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

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

15

Madrid a 12 MAY. 1942

P. A

Alberto de Elzaburu

Por Poder