

254089

8 FEB. 1960

P.- 19.039



ACC/WJ. HCL recovery

254089

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de THE FULLERS EARTH UNION LIMITED, entidad británica, establecida en Patteson Court, Nutfield Road, Redhill, Surrey, Inglaterra, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA ACTIVACION ACIDA DE UNA ARCILLA".

Esta invención se refiere a la activación de arcillas activables por ácido y proporciona un procedimiento mejorado para la activación de dichas arcillas utilizando cloruro de hidrógeno y/o ácido clorhídrico.

- 5 La frase "arcillas activables por ácido" tal como aquí se utiliza, debe sobrentenderse que abarca, pero que no se limita necesariamente a ellas, las arcillas de la serie de la montmorillonita que llevan calcio, sodio y magnesio en posiciones de cambio de base, la familia de las bentonitas y subbentonitas,
- 10 ilita, la familia de arcillas conocidas comúnmente con el nombre de caolinita, y otros aluminosilicatos que se encuentran en estado natural que poseen una función de cambio catiónico.

Dichas arcillas y aluminosilicatos, cuando se activan con

254089



ácido, tienen muchas aplicaciones como catalizadores, soportes catalíticos, tierras de blanqueo y sorbentes porosos en general.

Los procedimientos para la activación ácida de arcillas se conocen ya desde hace muchos años, comprendiendo los medios usualmente empleados las operaciones de reducir la arcilla a un tamaño de partícula relativamente pequeño, digerir la arcilla en un medio acuoso con un ácido mineral fuerte, separar la arcilla digerida por filtración o por otro medio adecuado, lavar la arcilla para eliminar el ácido residual y agotado y las sales solubles, y secar y moler la arcilla así tratada. El ácido sulfúrico es el ácido mineral más utilizado aunque también se conoce el empleo de ácido clorhídrico como ácido de activación.

En dichos procedimientos se usan cantidades considerables de ácidos minerales. En la mayoría de los procedimientos, tal como se practican en la actualidad, el licor separado de la arcilla tratada se tira o bien se somete a un tratamiento posterior, por ejemplo neutralización, o se utiliza (en el caso del procedimiento con ácido sulfúrico) en la fabricación de productos tales como fertilizantes artificiales. En la práctica comercial, todos estos métodos de tratamiento de los líquidos separados pueden ser antieconómicos en mayor o menor grado y, tanto si se tira el líquido tratado como sin tratar, pueden presentarse problemas difíciles de manejo y desecho de los líquidos efluentes.

Hemos descubierto un nuevo procedimiento en el cual se utiliza cloruro de hidrógeno y/o ácido clorhídrico para activar la tierra, en el que el cloruro de hidrógeno se recupera a partir de los cloruros metálicos producidos durante la activación, y en el que el efluente se encuentra en forma de óxidos metálicos, fácilmente manejables y utilizables con frecuencia per se. En aspectos preferidos de la invención, una serie de operaciones interde-

254089

-677



pendientes proporciona un sistema cíclico continuo para la activación ácida de arcillas en el que el cloruro de hidrógeno recuperado a partir de los cloruros metálicos producidos durante la activación se recicla, bien sea en forma de cloruro de hidrógeno gaseoso o de solución de ácido clorhídrico a la etapa de activación ácida, y en el que los óxidos metálicos producidos pueden recuperarse.

Es un objeto de esta invención proporcionar un nuevo y mejorado procedimiento para la activación de arcillas activables con ácido utilizando ácido clorhídrico.

De acuerdo con esta invención, se proporciona un procedimiento para la activación de arcillas activables con ácido utilizando cloruro de hidrógeno y/o ácido clorhídrico y la recuperación de cloruro de hidrógeno a partir del licor procedente de la fase de activación, que comprende el tratamiento de la arcilla activable con ácido con cloruro de hidrógeno o ácido clorhídrico en presencia de agua, eliminación del licor que contiene ion cloruro de la arcilla tratada, y formación de cloruro de hidrógeno o ácido clorhídrico a partir de los cloruros contenidos en dicho licor.

Preferiblemente, el procedimiento comprende la operación adicional de reciclar el cloruro de hidrógeno o el ácido clorhídrico así producido a la fase de tratamiento de la arcilla.

Preferiblemente, antes del tratamiento de la arcilla activable con ácido, se muele dicha arcilla o se tritura hasta un tamaño de partícula relativamente pequeño.

El tratamiento de la arcilla activable con ácido con cloruro de hidrógeno puede realizarse convenientemente absorbiendo cloruro de hidrógeno gaseoso en arcilla en forma de papilla acuosa y sometiendo después a digestión la papilla de agua-arcilla-

254089



ácido resultante a temperatura elevada, o bien, el tratamiento se efectúa añadiendo solución de ácido clorhídrico sobre arcilla en forma de papilla acuosa o añadiendo arcilla seca de tamaño de partícula relativamente pequeño sobre solución de ácido clorhídrico y sometiendo a digestión la papilla de agua-arcilla-ácido resultante a temperatura elevada. Otro método más de operar consiste en añadir arcilla bruta tal como se obtiene en las canteras sobre ácido clorhídrico disuelto y moler luego la mezcla resultante hasta el tamaño de partícula necesario. Esta mezcla se digiere luego a temperatura elevada.

Preferiblemente, la absorción de cloruro de hidrógeno gaseoso se efectúa poniendo en contacto gas y arcilla en contracorriente o en corriente del mismo sentido en una torre de absorción rellena, diseñada de tal manera que procure un íntimo contacto entre la fase líquida y la gaseosa, siendo la naturaleza del relleno y el contenido de agua de la papilla tal que permita un flujo fácil de la papilla desde la parte superior a la inferior de la torre. El flujo fácil puede ayudarse eligiendo una velocidad de flujo de la papilla que origine turbulencia. Sin embargo, hay que advertir que pueden usarse otros tipos de absorbedor, por ejemplo, aquellos en los que los gases que llevan el cloruro de hidrógeno se dispersarían en la papilla acuosa bien sea por su energía de movimiento o por medios mecánicos independientes.

Preferiblemente, cuando se activan arcillas montmorilloníticas, la cantidad de cloruro de hidrógeno o de ácido clorhídrico presente en dicha papilla de agua-arcilla-ácido está comprendida entre 2 y 20 miliequivalentes por gramo de arcilla. Para arcillas montmorilloníticas, los límites convenientes son entre 2 y 10 miliequivalentes por gramo de arcilla, pero es con-

254089



veniente hasta 20 miliequivalentes por gramo para arcillas menos fácilmente activables, tal como ilitas y caolinitas.

Preferiblemente, la cantidad de arcilla presente en dicha papilla de agua-arcilla-ácido está comprendida entre 5 y 40 % y conviene que esté comprendida entre 20-30 % en peso de la papilla agua-arcilla-ácido. Es conveniente mantener baja la cantidad de agua (es decir, de modo que el contenido de sólidos no sea mucho menor de 25 %) para rebajar a un mínimo la cantidad de agua que debe evaporarse en las operaciones de concentración y descomposición que se detallan más adelante.

La digestión puede hacerse entre límites de temperatura de 100-200° C. y/o a presión elevada, por lo menos durante 2 horas. Hay que advertir que los factores de tiempo, temperatura y concentración son interdependientes.

Las vasijas en que se realiza la digestión pueden ser calderas en cascada continua, aunque la actividad del producto obtenido de este modo tiene tendencia a disminuir debido al circuito y a los efectos de mezclado de retorno. Nosotros preferimos emplear una serie de digestores de tipo discontinuo, asegurándose un efecto continuo por cargas sucesivas de los mismos, digestión del contenido, y descarga de la arcilla tratada de manera cíclica.

El líquido que contiene ion cloruro puede eliminarse de la arcilla digerida por filtración, centrifugación o sedimentación. De estos métodos, se prefiere la filtración. Es conveniente que, después de eliminar la mayoría, si no todo, del licor que contiene ion cloruro, la torta de arcilla tratada así producida puede lavarse con agua antes de secar y moler.

Los líquidos de lavado, que contendrán iones cloruro solubles, pueden añadirse al licor que contiene ion cloruro separado

254089



de la arcilla digerida. En tal caso, se prefiere añadir únicamente aquellos líquidos de lavado obtenidos hasta el punto en que la concentración de ion cloruro en el filtrado está comprendida entre los límites de 1,0-0,1 gr. por litro (denominados posteriormente como "lavados de primera fase"). El filtrado resultante de cualquier lavado subsiguiente (que puede no ser en modo alguno necesario) tiene una concentración de ion cloruro excesivamente baja pero para uso en la fase de recuperación de cloruro de hidrógeno del procedimiento, como se verá más adelante, puede utilizarse, por lo menos en parte, en otras fases del proceso. En general resulta practicable realizar tanto la eliminación del licor que contiene el ion cloruro como las lavaduras para producir los lavados de primera fase, en una operación continua para producir lo que se denomina más adelante como "solución concentrada".

Preferiblemente, la concentración de iones cloruro en el licor separado de la arcilla tratada o en dicha solución concentrada se incrementa antes de la fase de descomposición de cloruro. Esto puede realizarse bien sea añadiendo cloruros solubles, por ejemplo, de una clase ya presente tal como cloruro cálcico o por reducción, mediante evaporación, del volumen de líquido que contiene los cloruros.

Convenientemente, esta disminución de volumen por evaporación puede efectuarse en un evaporador de llama sumergida o en un evaporador de múltiple efecto. Cuando se emplea el incremento en la concentración de ion cloruro por evaporación, esta evaporación puede realizarse ventajosamente hasta no más allá del punto en que el licor que se está enriqueciendo da lugar, a la presión atmosférica, a una concentración de ácido clorhídrico en fase vapor de 10 mg. de cloruro de hidrógeno por kg.

254089



de vapor.

5 Cualquier vapor producido durante la disminución de volumen por evaporación puede emplearse para proporcionar agua caliente para uso donde sea necesario en el proceso. Así, el vapor puede alimentarse a una columna dispuesta para proporcionar agua caliente por arrastre de los vapores de agua cargados en la misma y al mismo tiempo prevenir el escape de vapor que contiene ion cloruro.

10 Cuando se emplea la reducción de volumen por evaporación, es conveniente asegurar que se consume la totalidad del ácido clorhídrico presente en la fase de digestión. Si no se llega a consumir todo el ácido clorhídrico presente en esta fase, el resultado será que el licor se enriquece de tal manera que da lugar a una concentración elevada de ácido clorhídrico en fase vapor antes de que la disminución de volumen haya llegado hasta el punto deseado.

15 La inclusión de una fase en la que el volumen de licor se reduce por evaporación es conveniente por dos razones. En primer lugar, la eficiencia térmica a que se vaporiza agua es mucho mayor en un evaporador que en el tipo de reactor en que se efectúa la descomposición de los cloruros según se describe más adelante. En segundo lugar, la cantidad de combustible gaseoso consumido en el reactor de descomposición debe mantenerse en un mínimo de manera que el agua vaporizada y los gases de combustión causen la dilución mínima del gas cloruro de hidrógeno recuperado que pueda asegurarse.

20 La formación de cloruro de hidrógeno o de ácido clorhídrico a partir de los cloruros contenidos en el licor, preferiblemente enriquecido como se ha dicho arriba, se efectúa de modo muy conveniente mediante descomposición con vapor de agua entre

25

30

254089



los límites de 500-1000° C. y preferiblemente a más de 700° C., para dar una mezcla que comprende vapor de agua y cloruro de hidrógeno. Esta mezcla puede utilizarse para producir una solución de ácido clorhídrico, por ejemplo, por condensación o por lavado de los vapores de una o varias torres de absorción.

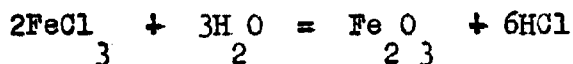
El concepto general de la invención, y las fases individuales del proceso, se describirán ahora con más detalle. El proceso descrito aquí se hace posible reconociendo el hecho de que, durante la fase de activación, se producen cloruros fácilmente solubles de los metales contenidos en la arcilla que se quiere activar (facilitando así cualquier operación de filtrado y lavado) y porque pueda regenerarse cloruro de hidrógeno a partir de estos cloruros. Por consiguiente, el procedimiento de esta invención depende de una combinación de dos operaciones, por lo menos. Estas son (a) separación del licor que contiene ion cloruro a partir de la arcilla digerida, y (b) regeneración de cloruro de hidrógeno y/o ácido clorhídrico a partir de dicho licor, preferiblemente para re-utilización en la fase de activación ácida. A estas fases conviene añadir una tercera, a saber, un enriquecimiento en ion cloruro interpuesto entre (a) y (b). También en este caso, la elevada solubilidad de los cloruros producidos constituye una ventaja por el hecho de que, en todo proceso de enriquecimiento en el que interviene evaporación de líquido, pueden obtenerse concentraciones relativamente elevadas de cloruro sin que se formen depósitos de sólidos sobre las superficies de transferencia térmica de los evaporadores.

Nosotros creemos que en nuestras realizaciones preferidas, la fase (b) depende, en parte, de una reacción química de la que, en nuestra opinión, no se ha informado todavía. La regeneración de cloruro de hidrógeno y/o ácido clorhídrico se efectúa

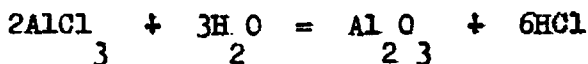
254089



de una manera relativamente fácil y económica por descomposición con vapor de agua de los cloruros de aluminio, ferroso, férrico, magnesio y calcio resultantes de la descomposición parcial del mineral arcilloso en la fase de digestión ácida del proceso. Se ha indicado ya en la Memoria británica 793.700 cómo los cloruros de magnesio, calcio, ferroso y férrico pueden hidrolizarse térmicamente para producir ácido clorhídrico y agua en forma de vapores por contacto de un riego de una solución acuosa que contenga cloruro con una corriente de gas caliente. Las reacciones discutidas en la Memoria antes citada son las siguientes:

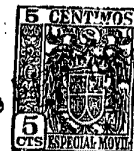


Sin embargo, la última reacción alcanza un equilibrio que es desfavorable para la producción de vapores de ácido clorhídrico a temperaturas fácilmente asequibles, pero nosotros hemos encontrado que la presencia de óxido de aluminio, derivado de la descomposición térmica de cloruro de aluminio presente en el licor que contiene ion cloruro procedente de la fase de activación ácida, facilita esta descomposición. Así, pues, las siguientes reacciones adicionales tienen lugar en la descomposición térmica de los cloruros derivados de la arcilla:



El examen con rayos X de los productos de la descomposición con vapor revela la presencia de otros compuestos de aluminato y espinelas, por ejemplo $\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ y $\text{FeO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$. No puede detectarse cloruro cálcico residual en los productos a partir de una reacción realizada en las condiciones óptimas de reac-

254089



ción en las que la temperatura en el fondo del reactor pasa de 750° C.

Así, pues, el cloruro de hidrógeno y/o ácido clorhídrico se regeneran fácilmente incluso cuando hay presentes en la arcilla natural empleada para activación cantidades apreciables de compuestos cálcicos. Esta observación permite el tratamiento económico de aquellas arcillas naturales que están contaminadas con cantidades apreciables de minerales tales como calcita, ya que la calcita se descompone simplemente a cloruro cálcico y, esta última sustancia se convierte cuantitativamente en ácido clorhídrico por descomposición con vapor. Este ácido clorhídrico puede reciclarse al comienzo del proceso sin que haya consumo neto importante de ácido para la descomposición de la calcita. Igualmente, si hay una pérdida de cloruros o de ácido clorhídrico del sistema aquí descrito, la deficiencia puede compensarse sencillamente añadiendo cloruro cálcico, barato, a la fase de enriquecimiento de ion cloruro o una solución acuosa del mismo al hidrolizador de vapor. Como es natural, pueden añadirse otros cloruros metálicos de manera análoga aunque las reacciones de dichos cloruros añadidos serán diferentes.

A continuación se explica con más detalle la presente invención con referencia a los dibujos que se adjuntan en los que:

La figura 1 es un gráfico que indica la manera según la cual varía la concentración de ion cloruro en el filtrado durante las fases de filtración y lavado; la figura 2 es un gráfico que indica las concentraciones relativas de iones cloruro en las fases vapor y líquido durante una concentración por evaporación de la solución concentrada a presión atmosférica.

La figura 3 es un esquema de una planta para realizar un procedimiento de acuerdo con la invención y constituye, de modo

254089

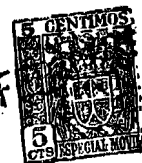


más particular, un aspecto que emplea la técnica de contacto de cloruro de hidrógeno gaseoso con papilla acuosa de arcilla; y

La figura 4 es un esquema de una planta para la realización de un procedimiento de acuerdo con la invención y constituye, de modo más particular, un aspecto que emplea la técnica de
5 añadir solución de ácido clorhídrico a la mezcla arcilla/agua.

Con referencia a la figura 1, (que se ha dibujado para una torta de filtración de un espesor de 1,4 cm.) se verá que la retención del filtrado y los líquidos de lavado conseguida
10 hasta el punto en que el volumen de líquido recogido de la torta de filtración es igual a V_1 , y el rechazo de los lavados obtenidos después de este punto, da como resultado la recuperación de la mayor parte de los iones cloruro originalmente presentes en la torta de filtración en un volumen de agua lo menor posible.
15 Así, cuando la filtración va seguida de lavado, la concentración de ion cloruro en la solución concentrada es lo mayor posible. Esto significa que el volumen de líquido que hay que tratar en cualquier fase de enriquecimiento de ion cloruro es el menor posible. A medida que el volumen de filtrado aumenta más allá del
20 valor representado por el punto V_1 , la aproximación a concentración cero de iones cloruro es, naturalmente, asintótica.

Los líquidos de lavado recogidos en la segunda fase de filtración, es decir, más allá del punto V_1 , no presentan problema de tratamiento de líquidos residuales, ya que la concentración de ion cloruro desciende generalmente por debajo de 100 mg.
25 de ion cloruro por litro. Por lo menos parte de estos líquidos de lavado pueden retornarse a la fase de activación, para utilizarse como agua de dilución, y para disolver los cloruros de compensación a que se aludirá más adelante; o también, los líquidos
30 de lavado pueden utilizarse en contracorriente para lavar la



254089

torta de filtración en la primera fase de filtración con el consiguiente pequeño mejoramiento en la concentración total de ion cloruro en la "solución concentrada". La torta de filtración de tierra decolorante activada se retira del filtro y se seca y muele de la manera corriente.

La fase de enriquecimiento de ion cloruro, si la hay, se efectúa usualmente por evaporación, aún cuando hay evidentemente otros métodos para el enriquecimiento de ion cloruro. La figura 2 indica la relación entre la concentración de ion cloruro en el licor que se está concentrando por evaporación y la concentración de ion cloruro en la fase vapor que está sobre el mismo para una temperatura dada en un aparato de evaporación particular. Se observará que, cuando la evaporación se realiza hirviendo a la presión atmosférica, hay en este caso un brusco incremento en la concentración de ion cloruro en la fase vapor cuando la concentración de ion cloruro en la fase líquida excede de 300 gr. por litro. Se comprenderá que la figura 2 se aplica solamente a un aparato de evaporación particular y que dicha figura 2 es únicamente típica de la clase de curva obtenible, produciéndose el incremento brusco a valores diferente de concentración de ion cloruro en la fase líquida para aparatos diferentes. Por lo tanto, es necesario representar esta curva para el aparato particular que se piensa usar, con el fin de obtener las condiciones óptimas de evaporación. Las curvas tales como la de la figura 2 indican que el grado de enriquecimiento posible, mientras se mantiene la pérdida de iones cloruro lo más baja posible, es limitado. Esta pérdida, sin embargo, puede reducirse, cargando los vapores producidos en la evaporación en una columna que, actuando de la manera conocida, retorna la solución que contiene ion cloruro al sistema y produce agua caliente para

254089



las aplicaciones que se necesiten.

A continuación se describirá una realización específica de la invención con referencia a la figura 3.

El material arcilloso bruto y el agua se cargan en un molino de bolas 1, la papilla resultante se pasa al absorbedor 2 donde la papilla fluye desde la parte superior hasta el fondo y entra en contacto en contracorriente con cloruro de hidrógeno gaseoso procedente de otra fase del proceso (véase más adelante). La mezcla se pasa luego a una serie de seis digestores, 3, de los cuales se representan solamente tres. El porcentaje de sólidos en suspensión y la concentración inicial de ácido en los digestores 3 deben mantenerse en un nivel tal que se obtenga en el licor una elevada concentración de ion cloruro sin pérdida de la calidad del producto. La reacción se realiza entre límites de temperatura de 100 a 200° C. exigiendo de 24 horas a 2 horas, según sea la temperatura y la presión a que se realiza la reacción. La arcilla digerida y los licores se pasan luego a un filtro 4, y la torta de filtración producida se lava con agua caliente a medida que se efectúa la filtración. El abastecimiento de agua añadida de esta manera se controla, regulando el volumen añadido de forma que la concentración de ion cloruro en el filtrado que sale de la torta de filtración se mantenga a aproximadamente 0,1-1,0 gr. de ion cloruro por litro. Si se desea, la torta de filtración puede separarse para que experimente un nuevo lavado en el filtro 5, después de redispersión en agua, por medio del "repulpador" 6. En este caso, los líquidos de lavado son de concentración muy baja en ion cloruro y se tiran, o se vuelven a la fase de activación como fuente conveniente de agua caliente de dilución, o para re-utilización que proporcione agua de lavado para el filtro 4 o disolvente en el tanque de compensación 10.

254089



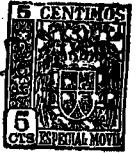
El filtrado y los líquidos de lavado del filtro 4 se pa-
san a un evaporador 7 donde el licor se reduce de volumen hasta
que la concentración de ion cloruro en la fase vapor no exceda
de 10 mg. de ion cloruro por kg. de vapor. El evaporador utili-
5 zado es un evaporador de llama sumergida, pasando el vapor des-
prendido a una columna 8, dividida en dos secciones. La mitad
inferior retorna la solución que contiene ion cloruro al siste-
ma mientras que el vapor de agua que alcanza la mitad superior
se pone en contacto con agua fría para producir agua caliente
10 para uso en el proceso de filtración.

El licor concentrado se somete a descomposición con vapor
de la manera conocida aquí descrita, calentando el reactor 9
por medio de llama de gas o aceite. El material oxidado produci-
do como subproducto de la descomposición, suficientemente rico
15 en óxidos metálicos para garantizar la recuperación de óxidos
de aluminio y otros, se retira del fondo del reactor. Los vapores
de cloruro de hidrógeno y agua producidos por la descomposición
salen del reactor 9 por la parte superior del mismo, o cerca de
ella, y pasan a un ciclón 11 para eliminar óxidos finamente di-
20 vididos, y después al absorbedor 2. Si se desea, puede omitirse
el ciclón 11, cargándose directamente los gases que salen del
reactor 9 en el absorbedor 2, donde la pequeña proporción de óxi-
dos se tratan con ácido junto con la arcilla. Los gases que sa-
len del absorbedor 2 se lavan en la vasija 12 y la solución en
25 ácido clorhídrico así producida se carga en el tanque 10. Los
gases que salen de la vasija 10 se dejan escapar a la atmósfera.

Otra realización específica de la invención se describi-
rá ahora con referencia a la figura 4.

El material arcilloso bruto y el agua se cargan en un
30 molino de bolas 1a, y la mezcla, con una de agua añadida adicio-

254089



nalmente si es necesario, en el tanque de agitación lb, se pasa luego con ácido clorhídrico acuoso desde el tanque lc a las vasijas 3, de las cuales hay seis, donde la arcilla se digiere con ácido clorhídrico. El porcentaje de sólidos en suspensión y la concentración inicial de ácido deben mantenerse en un nivel tal que se obtenga una concentración elevada de ion cloruro en el licor, sin que el producto pierda calidad. La reacción se realiza entre límites de temperatura de 100 a 200° C., exigiendo de 24 horas a 2 horas, según sea la temperatura y la presión a que se realiza la reacción. Con excepción del tipo de evaporador 7 y el uso de la columna 8, el proceso es después el mismo que se ha descrito con referencia a la figura 4 hasta el punto en que los gases salen del ciclón 11. En este ejemplo, los licores concentrados se evaporan en un evaporador de múltiple efecto 7 que está diseñado para producir, no solamente licor concentrado, sino también agua caliente en una operación. Así, pues, la columna 8 es innecesaria. Al salir del ciclón 11, los gases pasan por una serie de absorbedores 2 que lavan los vapores de ácido clorhídrico con agua de la manera conocida para producir una solución de ácido clorhídrico. El ácido clorhídrico resultante de concentración aproximadamente 20 % (peso/peso) se recicla a la fase de activación ácida. El evaporador 7 es del tipo corriente de múltiple efecto, siendo C una torre de enfriamiento por riego; S, un eyector de vapor; X₁, X₂, X₃, cambiadores térmicos; E₁, E₂ y E₃, evaporadores relámpago; P₁, P₂, y P₃, P₄ y P₅, bombas; y T₁, T₂ y T₃, tanques.

Es mucho más fácil y mucho más económico conseguir una concentración elevada de ácido en la papilla de agua-arcilla-ácido trabajando de acuerdo con la figura 3 mejor que con la figura 4. La naturaleza del producto obtenido depende de la concentración

254089



de ácido y, por esta razón, el procedimiento descrito en el Ejemplo 3 es particularmente adecuado para la producción de tierras de blanqueo de gran actividad para el tratamiento de aceites vegetales, mientras que el del ejemplo 4 es particularmente conveniente para la producción de catalizadores de craqueo, tierras de blanqueo de aceites minerales y tierras de actividad de blanqueo moderada para aceites vegetales.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, el 19 de Diciembre de 1958, bajo el Núm. 41091/58 y el 11 de Agosto de 1959, bajo el Núm. 27440/59 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

15

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

1º.- Un procedimiento para la activación ácida de una arcilla activable por ácido, usando un agente activador elegido entre el cloruro de hidrógeno y el ácido clorhídrico, que comprende las operaciones de tratar la arcilla con el agente activador en presencia de agua, eliminar de la arcilla el líquido resultante y recuperar agente activador de los cloruros contenidos en el líquido.

25

2º.- Un procedimiento según el punto 1º, en el cual el agente activador recuperado es devuelto al ciclo para el tratamiento de arcilla nueva.

3º.- Un procedimiento según el punto 2º, en el cual la arcilla, antes del tratamiento de activación, es desmenuzada por

30

254089



molienda.

4^a.- Un procedimiento según el punto 1^a, en el cual la arcilla es montmorillonita.

5 5^a.- Un procedimiento según el punto 4^a, en el cual el agente activador ácido es empleado en una cantidad de 2 a 10 mili-equivalentes aproximadamente por gramo de arcilla.

6^a.- Un procedimiento según el punto 1^a, en el cual la arcilla se trata con el agente activador en forma de una papilla acuosa que contiene entre 5 y 40% en peso de arcilla.

10 7^a.- Un procedimiento según el punto 6^a, en el cual la papilla acuosa contiene entre 20 y 30% en peso de la arcilla.

15 8^a.- Un procedimiento según el punto 1^a, en el cual el tratamiento de activación con ácido se efectúa por digestión a una temperatura entre 100 y 200^o C durante un tiempo de por lo menos 2 horas.

9^a.- Un procedimiento según el punto 1^a, en el cual la recuperación del agente de activación comprende la operación de descomposición por vapor de los cloruros contenidos en el líquido.

20 10^a.- Un procedimiento según el punto 6^a, en el cual el agente activador tiene la forma de cloruro de hidrógeno gaseoso se efectúa poniendo en contacto gas y papilla de arcilla en una torre de absorción provista de relleno.

25 11^a.- Un procedimiento según el punto 1^a, en el cual la arcilla tratada es lavada con agua y el agente de activación es recuperado de los cloruros contenidos en dicho líquido resultante y en al menos parte de las aguas de lavado.

30 12^a.- Un procedimiento según el punto 1^a, en el cual la concentración de los iones cloruro en dicho líquido resultante se aumenta antes de la recuperación del agente activador desde

254089



los cloruros contenidos en dicho líquido.

13^o.- Procedimiento según el punto 12^o, en el cual la concentración de iones cloruro se efectúa por evaporación.

5 14^o.- Un procedimiento según el punto 13^o, en el cual la evaporación se lleva no más lejos que el punto en el cual el líquido que se está tratando de este modo da origen, a presión atmosférica, a una concentración de ácido clorhídrico en fase vapor de 10 mgs. de cloruro de hidrógeno por kilo de vapor.

10 15^o.- Un procedimiento según el punto 12^o, en el cual la concentración de iones cloruro se aumenta por la adición de un cloruro soluble.

16^o.- Un procedimiento según el punto 15^o, en el cual el cloruro soluble es cloruro de calcio.

15 17^o.- Un procedimiento según el punto 13^o, en el cual la concentración de iones cloruro se efectúa en un aparato elegido del grupo consistente en un evaporador de llama sumergida y un evaporador de efecto múltiple.

20 18^o.- Un procedimiento según el punto 13^o, en el cual por lo menos 90% del agente de activación se consume durante la fase de la digestión.

19^o.- Un procedimiento según el punto 9^o, en el cual dicha descomposición con vapor se efectúa dentro de la gama de temperatura de 700 a 1000^o C.

25 20^o.- Un procedimiento según el punto 1^o, en el cual el líquido resultante se retira de la arcilla por filtración.

30 21^o.- Un procedimiento cíclico para la activación ácida de una arcilla activable por ácido, que comprende las operaciones de mezclar una solución acuosa de ácido clorhídrico con una papilla de arcilla en agua, digerir la papilla resultante de ácido-arcilla-agua a temperatura elevada, separar por filtración la

254089



5 arcilla así tratada de los productos líquidos de la digestión y lavar y secar la arcilla así separada, recuperar ácido clorhídrico por un procedimiento que comprende la operación de descomposición con vapor de los productos de la digestión y al menos parte de los líquidos resultantes de los lavados de la arcilla así separada y devolver al ciclo el ácido clorhídrico recuperado a la operación de mezcla.

10 22º.- Un procedimiento cíclico para la activación ácida de una arcilla activable por ácido, que comprende las operaciones de poner en contacto cloruro de hidrógeno con una papilla de arcilla en agua en una torre de absorción provista de relleno, digerir la papilla resultante de ácido-arcilla-agua a temperatura elevada, separar por filtración la arcilla así separada de los productos líquidos de la digestión y lavar y secar la
15 arcilla así separada, recuperar cloruro de hidrógeno de los productos de la digestión y al menos parte de los líquidos resultantes de los lavados de la arcilla así separada por un procedimiento que comprende la operación de descomposición con vapor y devolver al ciclo el cloruro de hidrógeno recuperado a la
20 operación de contacto del gas con la papilla.

23º.- Un procedimiento según el punto 21º o 22º, en una modificación en la cual una arcilla bruta se pone primero en contacto con ácido clorhídrico acuoso y luego se muele o amasa para producir la papilla, que luego se somete a digestión.

25 24º.- Un procedimiento para la activación ácida de una arcilla.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan, y con los fines que se han especificado.



254089

6 FEB 1960

Esta Memoria consta de diecinueve hojas y la presente escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

6 FEB. 1960

P. A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder.

MIM

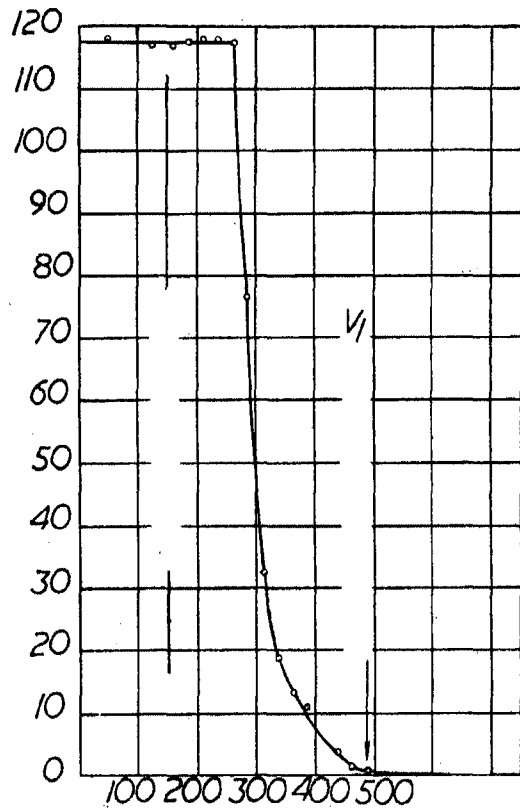


FIG. 1.

254089

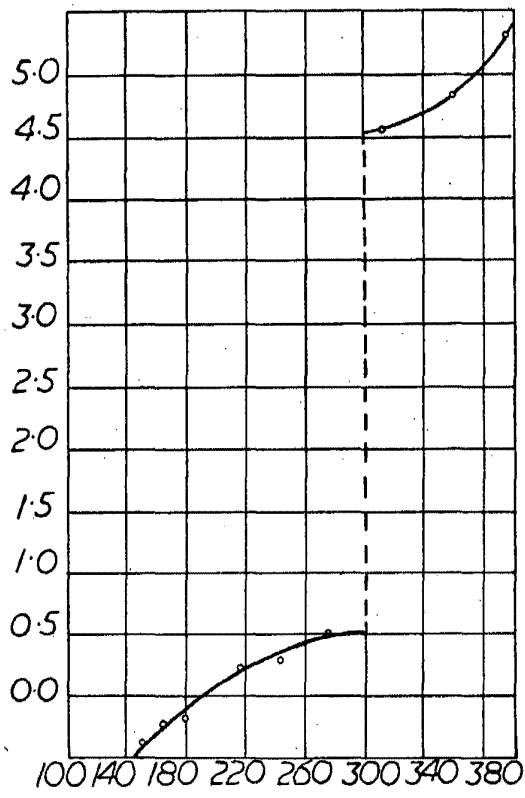
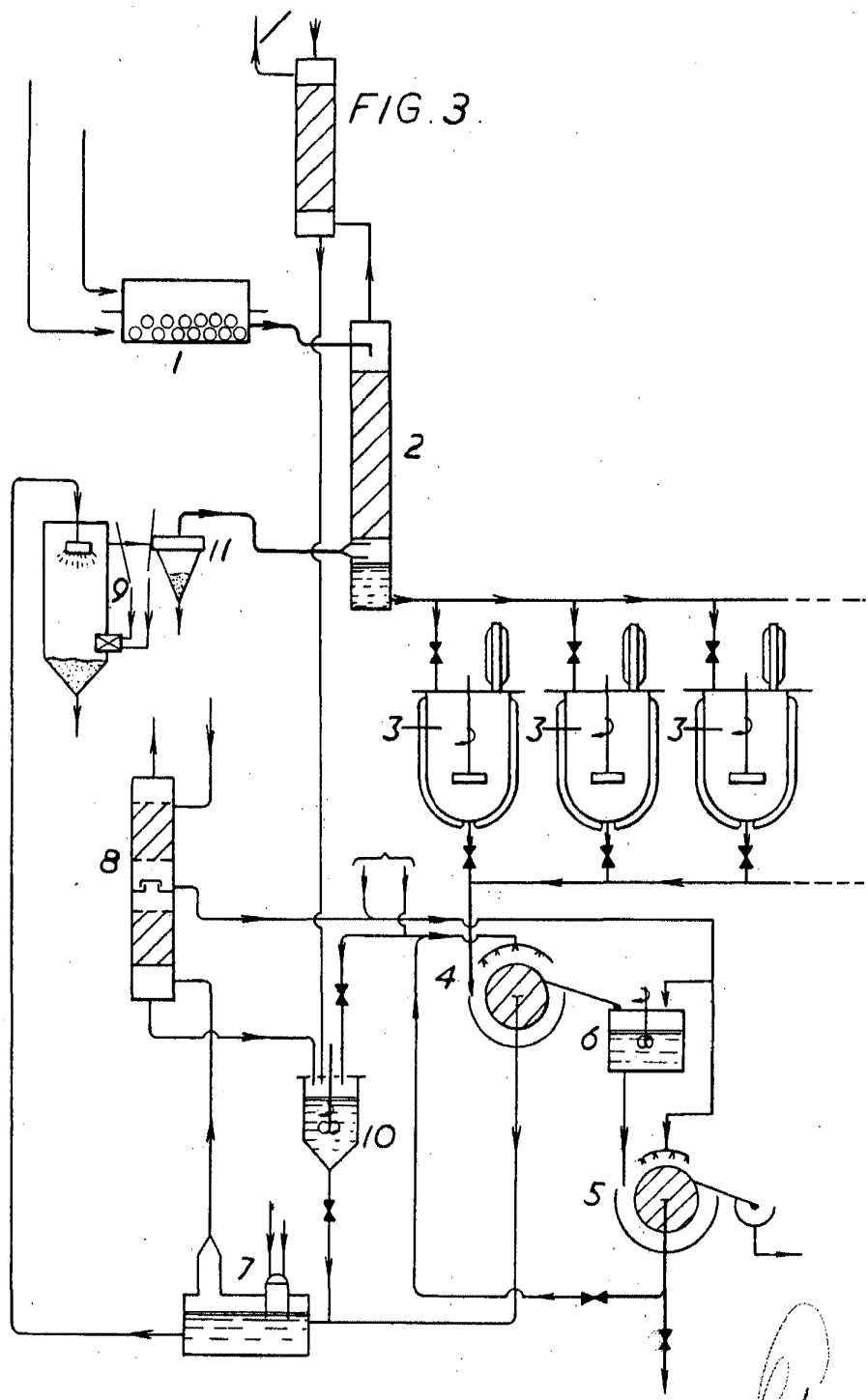


FIG. 2.

Academia de Ciencias Exactas y Físicas
Buenos Aires



254089



Handwritten signature or name

