

P.- 23.121

Poland No 96952.

31 AGO. 1962



279073

279073

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

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

formulada el 10 de Julio de 1962, con el nº 279.073

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de INSTYTUT CHEMII OGOLNEJ, entidad polaca, establecida en Rydygiera -street nº 8, Warszawa, Polonia, por:  
"UN METODO PARA OBTENER ALUMBRE DE AMONIO Y ALUMINIO BASICO E INSOLUBLE"

Hasta ahora se ha sabido obtener alumbre de amonio y aluminio básico insoluble en agua, de la fórmula  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 3\text{Al}_2(\text{OH})_4\text{SO}_4$ , a partir de materias primas de aluminio que contienen una gran cantidad de sílice (por ejemplo a partir de arcilla, caolín, esquistos, cenizas volantes, cenizas, etc.), por descomposición de dichas materias primas por medio de ácido sulfúrico, separación de las partes insolubles, adición de sulfato amónico, cristalización

5



del alumbre de amonio de fórmula  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$  y separación, final, del producto por hidrólisis de éste alumbre a una temperatura más elevada. La lejía de hidrólisis, la cual aparte del resto del alumbre sin hidrolizar  
5 contiene subproductos de hidrólisis (sulfato de amonio y ácido sulfúrico), se recicla a una de las etapas precedentes del procedimiento, eventualmente junto con la lejía, después de la cristalización del alumbre de amonio y aluminio mezclándola, por ejemplo, con ácido sulfúrico y devolviéndola a la descomposición de la materia prima que  
10 contiene aluminio.

Una desventaja del método descrito es el rendimiento relativamente pequeño de la hidrólisis del alumbre, el cual, generalmente, no excede del 50%. Esto significa que  
15 aproximadamente la mitad del alumbre que se ha utilizado para la hidrólisis, permanece en la lejía de hidrólisis. Una concentración tan grande de la sal de aluminio en la solución utilizada para la descomposición de la materia prima de aluminio disminuye, por la acción tamponadora, la velocidad de descomposición de esta materia prima por el ácido  
20 sulfúrico, e influye negativamente en el rendimiento de la descomposición.

Se ha hecho evidente que ambas desventajas pueden ser eliminadas en una gran extensión, si de acuerdo con la  
25 invención, no se alimenta sulfato de amonio a la cristalización del alumbre de amonio y aluminio, sino que en diversos puntos de la circulación se alimenta, separadamente, ácido sulfúrico y amoníaco gaseoso o amoníaco disuelto en agua. Estos dos componentes se introducen en cantidades por  
30 lo menos iguales a las contenidas en el alumbre de amonio

31 AGO 1962

y aluminio básico, que han sido eliminadas de la circulación. De acuerdo con la invención, no se somete a hidrólisis alumbre neutro, sino alumbre básico. A saber, el amoníaco es introducido en la solución de alumbre antes del procedimiento de hidrólisis. Como es sabido, la solución de alumbre de amonio y aluminio  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  aq. contiene componentes de este compuesto, es decir sulfatos de amonio y aluminio. El sulfato de aluminio con amoníaco produce sales básicas solubles, por ejemplo el conocido sulfato básico de fórmula  $\text{Al}(\text{OH})\text{SO}_4$ , y que corresponden a su alumbre de amonio y aluminio básico, soluble, de la fórmula  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{Al}(\text{OH})\text{SO}_4$  aq. El alumbre básico de amonio y aluminio, soluble, se hidroliza rápidamente a una temperatura más alta, con un rendimiento más elevado que el alumbre neutro. El rendimiento del procedimiento de hidrólisis es considerablemente aumentado, en un promedio de 50% hasta aproximadamente 70%. Debido a este hecho, la lejía de hidrólisis que ha sido devuelta a una de las fases precedentes del procedimiento, contiene considerablemente menos sal de aluminio. Una parte del ácido sulfúrico añadido comúnmente en forma de sulfato amónico a fin de reemplazar las pérdidas, es introducido, de acuerdo con la invención, en forma de ácido, en el procedimiento de descomposición de la materia prima. Debido a estos dos factores (disminución de la concentración de la sal de aluminio, aumento de la concentración del ácido sulfúrico en el reactor de descomposición de la materia prima), se acelera el curso de esta descomposición, aumentando su rendimiento.

Ejemplo. El procedimiento de obtener sulfato de amonio y aluminio básico, a partir de arcilla calcinada a

279073




una temperatura de 720°C y molida, que contiene 23,6% de  $Al_2O_3$ , se realizó de dos maneras diferentes, es decir, de acuerdo con el método conocido, que consiste en añadir sulfato amónico a la cristalización de alumbre, y de acuerdo con el método de la invención, en el cual en vez de sulfato amónico, se introducen en la circulación ácido sulfúrico y amoniaco, en dos diferentes fases del procedimiento, y se somete a hidrólisis alumbre de aluminio soluble y básico.

I. De acuerdo con el método conocido, se realizó la descomposición de la arcilla calcinada, en una solución que contenía 18,4% en peso de  $H_2SO_4$  y 2,1% en peso de  $Al_2O_3$  (en forma de alumbre), a una temperatura de 100°C, durante tres horas y media, siendo el rendimiento resultante de la extracción de  $Al_2O_3$ , del 82,0% del rendimiento teórico. Después de filtración en caliente de la sílice, y de la arcilla no descompuesta, se añadió al filtrado sulfato amónico en una cantidad teóricamente necesaria para convertir el sulfato de aluminio en alumbre de amonio y aluminio. Después de enfriar la solución hasta una temperatura de 24°C, cristalizó el alumbre de amonio y aluminio con un rendimiento del 78,9% del rendimiento teórico. Después de centrifugación del alumbre, fundido en su propia agua de cristalización, se calentó en un autoclave hasta una temperatura de 186°C, se enfrió después de una hora hasta una temperatura de 100°C, y se separó por filtración el alumbre de amonio y aluminio básico separado. El rendimiento de la hidrólisis fué de 51,3%.

II. De acuerdo con la invención, se realizó la descomposición de la arcilla calcinada por medio de lejías, después de la cristalización y después de la hidrólisis.

A estas lejías, aparte de ácido sulfúrico en la can-

070073

31 

5 tidad del ejemplo I, se añadió también una cantidad de ácido equivalente a la del sulfato amónico aplicado en el Ejemplo I a la cristalización de alumbre. La solución utilizada para la descomposición de la arcilla, contenía 20,1% de  $H_2SO_4$  y 1,6% de  $Al_2O_3$  (en forma de alumbre). Al extraer a una temperatura de  $100^{\circ}C$ , lo que se realizó dentro de las 3 horas, se obtuvo un rendimiento de extracción del 85,8% del rendimiento teórico.

10 Después de separar por filtración las partes insolubles, se cristalizó el alumbre de amonio y aluminio enfriando el filtrado hasta una temperatura de  $23^{\circ}C$ . El rendimiento de cristalización obtenido, fué de 79,4%. El alumbre de fórmula  $(NH_4)_2SO_4 \cdot Al_2(SO_4)_3 \cdot 24H_2O$  se fundió en su propia agua de cristalización, y se convirtió parcialmente  
15 en una solución de alumbre básico de amonio y aluminio, soluble, de fórmula  $(NH_4)_2SO_4 \cdot 2Al(OH)SO_4$ , añadiendo amoníaco gaseoso en cantidad equivalente a la que contenía el alumbre de amonio y aluminio básico insoluble de fórmula  $(NH_4)_2SO_4 \cdot 3Al_4(OH)_4SO_4$ , precipitado en el procedimiento de hidrólisis. Subsiguientemente, se calentó la solución durante  
20 una hora en un autoclave, hasta una temperatura de  $184^{\circ}C$ , y se enfrió hasta una temperatura de  $100^{\circ}C$ , después de lo cual se separó por filtración el alumbre de amonio y aluminio básico insoluble precipitado. El rendimiento de la hidrólisis fué de 68,4%, siendo por consiguiente mayor en un 1/3  
25 aproximadamente que el obtenido por el método conocido.

30 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Polonia el día 14 de Julio de 1,961, bajo el número 96.952, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley de Propiedad Industrial.

070073

31 ABE 1932

N O T A

5

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

10

1.- Un método para obtener alumbre de amonio y aluminio básico e insoluble  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 3\text{Al}_2(\text{OH})_4\text{SO}_4$ , a partir de primeras materias que contienen además de aluminio una gran cantidad de sílice, por descomposición de materia prima de aluminio por medio de una mezcla de ácido sulfúrico y lejías, obtenida en operaciones posteriores, separando las partes insolubles, cristalizando alumbre de amonio y aluminio y convirtiéndolo en alumbre de amonio y aluminio básico e insoluble por medio de hidrólisis, caracterizado porque a la solución que se utiliza para la descomposición de la materia prima que contiene aluminio, se añade ácido sulfúrico, y a la solución de alumbre de amonio y aluminio se añade antes de la hidrólisis o durante la hidrólisis, amoníaco en cantidades equivalentes por lo menos a las contenidas en el alumbre de amonio y aluminio básico separado.

25

2.- Un método para obtener alumbre de amonio y alu-

279073

31 AGO. 1962

minio básico e insoluble.

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

Esta memoria consta de siete hojas, escritas a  
máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 31 AGO. 1962

P. A.

Alberto de Elzaburu  
For. Euzkadi

279073