

P.- 33.057

K 4707.54

5 NOV.



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 7 de septiembre de 1.966, con el núm. 330.960

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de THE ANACONDA COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 25 Broadway, Nueva York, N.V., Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR CLORURO FERRICO DESDE UNA SOLUCION ACUOSA QUE CONTIENE CLORURO DE ALUMINIO Y CLORURO FERRICO"

La presente invención se refiere a la separación de cloruro férrico de soluciones acuosas de cloruro de aluminio y cloruro férrico, y más en particular a la separación de cloruro férrico de tales soluciones mediante un nuevo -  
5 procedimiento de extracción de líquido en dos fases, en el que se emplea un reactivo orgánico selectivo, insoluble en agua, para secuestrar (formar complejo con) el cloruro férrico.

El procedimiento electrofítico usual para producir aluminio metálico a partir de alúmina requiere que la

10  
**POOR  
QUALITY**



alúmina empleada como material de alimentación para las células o cubas electrolíticas del procedimiento esté sustancialmente exenta de hierro y otros contaminantes perjudiciales. El aluminio de grado o calidad para cubas electrolíticas se puede producir a partir de menas de bauxita de gran calidad, por cualquiera de diversos métodos bien conocidos. Sin embargo, se encuentran dificultades en la producción de alúmina de gran calidad, cuando la mena de la que se extrae el aluminio contiene cantidades significativas de sílice, o hierro, u otros materiales perjudiciales. Por ejemplo, en un método bien conocido para extraer alúmina de sus menas, la mena de aluminio se trata con sosa cáustica para obtener aluminatos sódicos, solubles en agua, que después se pueden convertir en alúmina. El procedimiento de sosa cáustica (procedimiento Bayer) tiene una aplicación generalmente limitada a las menas de aluminio con poca sílice, debido al excesivo consumo de cáustico por formación de silicatos sódicos indeseables y aluminosilicatos sódicos, si hay mucha sílice presente. En otro método bien conocido, la mena de aluminio es calcinada y luego lixiviada con un ácido, por ejemplo ácido clorhídrico, para obtener sales de aluminio solubles en agua, que luego se tratan para convertir en alúmina su contenido de aluminio. El procedimiento de lixiviación con ácido disuelve otros metales, además del aluminio, que están presentes en la mena, y si la mena contiene cantidades apreciables de hierro, el líquido de lixiviación con ácido estará contaminado con la cantidad correspondiente de sales de hierro indeseables.

Antes de ahora se ha propuesto que se puede em-



5  
10  
15  
plear arcilla, que es una fuente de aluminio abundante y relativamente barata, en la preparación de alúmina de grado para cubas electrólíticas. Dado que la arcilla consiste principalmente en silicatos de aluminio hidratados, junto con una variedad de otros minerales, se ha dedicado un esfuerzo considerable al desarrollo de procedimientos económicos y comercialmente factibles, de lixiviación con ácido, para extraer el contenido de aluminio de la arcilla, y prpducir alúmina a partir de ella. Sin embargo, la arcilla contiene también corrientemente, cantidades - apreciabñes de hierro, y en consecuencia el líquido de - lixiviación obtenido después de la operación de lixiviación con ácido contiene no solo las sales de aluminio deseadas, sino también sales de hierro no deseadas. La mayoría de los procedimientos propuestos hasta ahora para separar las sales de hierro, no deseadas, de las sales de - aluminio del líquido de lixiviación con ácido, han resultado ser antieconómicas o no prácticas.

20  
25  
30  
Los autores de la presente invención han desarro llado un nuevo procedimiento de extracción de líquido, en dos fases, para separar sales de hierro de líquidos ácidos de lixiviación que contienen una mezcla de sales de aluminio y hierro, empleando en el procedimiento una clase sin igual de reactivos orgánicos selectivos, insolubles en agua, para secuestrar las sales de hierro de la solución de lixiviación. El presente nuevo procedimiento se basa en el descubrimiento de que ciertas sales orgánicas de amonio cuaternario, y en particular los cloruros de amonio cuaternario, son capaces de separar sales férricas, y en particular ha luros, de soluciones acuosas, llevándolas a una solución -

5 NOV

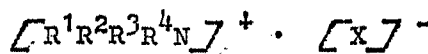


orgánica que contiene la sal cuaternaria, cuando se ponen en contacto íntimo con soluciones acuosas que contienen la sal férrica junto con grandes concentraciones del anión de la sal. En particular, se ha descubierto que cuando se ponen en contacto íntimo estos reactivos orgánicos selectivos con soluciones acuosas que contienen sales férricas, junto con concentraciones relativamente altas de las sales de aluminio correspondientes, se puede separar de la solución acuosa que contiene aluminio sustancialmente toda la sal férrica. Además, se ha descubierto que la solución orgánica que contiene hierro se puede separar fácilmente de la solución acuosa, como fase orgánica independiente. La fase orgánica separada así obtenida se puede tratar con un líquido acuoso en el que la concentración de aniones de la sal férrica sea relativamente baja, para separar la sal férrica de la fase orgánica, y reconstituir así la sal de amonio cuaternario original.

Por tanto, el presente nuevo procedimiento de extracción de líquido, para separar cloruro férrico de soluciones acuosas que contienen cloruro férrico, cloruro de aluminio y generalmente ácido clorhídrico, donde la concentración de ión cloruro es de al menos 80, y ventajosamente de al menos 125 g/litro, comprende poner en contacto tal solución acuosa que contiene cloruro férrico con una sal de amonio cuaternario que sea soluble en un diluyente orgánico, tal como queroseno, y que sea sustancialmente insoluble en agua. La sal de amonio cuaternario, generalmente una sal halogenada tal como el coruro, se puede representar por la fórmula:

30

5 NOV



5 donde R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> son, cada una, un radical orgánico elegido del grupo que consta de radicales alcohilo, alquilo, arilo y aralcohilo, y X es un anión inorgánico, generalmente un haluro, y más corrientemente un cloruro. - El reactivo orgánico (líquido por sí mismo) se disuelve ventajosamente en un diluyente orgánico tal como queroseno, que sea insoluble en agua, y también se añaden ventajosamente a la solución orgánica inhibidores de emulsión. Como se ha indicado, la solución acuosa y la solución orgánica se ponen en contacto íntimo para efectuar la transferencia sustancialmente total del contenido de sal férrica (preferiblemente cloruro) de la solución acuosa, desde la fase acuosa hasta la fase orgánica del sistema, y luego se separan las dos fases. El contenido de sal férrica en la solución acuosa se reduce, por el presente procedimiento de extracción de líquido, hasta el punto de que este compuesto ya no presenta el problema dominante, como contaminante de la solución que contiene aluminio. La solución orgánica que contiene cloruro férrico se puede tratar para separar de ella el cloruro férrico, y reconstituir así el cloruro de amonio cuaternario a su forma original, por contacto de la solución orgánica con agua, o con una solución acuosa diluida de ácido clorhídrico, en la que la concentración de iones cloruro sea menor de 25, y preferiblemente menor de 15 g/litro. Después de mezclar íntimamente la solución orgánica con el líquido acuoso de separación, la fase acuosa, que ahora contiene el cloruro férrico, se separa de la

10

15

20

25

30



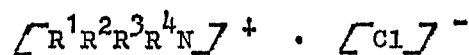
solución orgánica reconstituida, y la solución orgánica reconstituida se recircula ventajosamente por la operación de extracción del procedimiento.

5 El procedimiento de la invención se puede emplear para extraer, y así reducir, el contenido de cloruro férrico de una amplia gama y variedad de soluciones acuosas que contienen esta sal, y, como corolario, se puede emplear también para extraer y recuperar el contenido de cloruro férrico de tales soluciones acuosas. Es particularmente útil en la separación de cloruro férrico de soluciones acuosas ácidas de cloruro férrico y cloruro de aluminio, producidas por lixiviación de arcilla calcinada, con ácido clorhídrico. Los líquidos ácidos de lixiviación obtenidos lixiviando las arcillas blancas típicas con  
10 ácido clorhídrico de concentraciones medias (por ejemplo - de 10 a 20% de ácido clorhídrico) pueden contener de 50 a 120 g de óxido de aluminio (en solución como cloruro de aluminio), de 1 a 10 g de óxido de hierro (en solución como cloruro de hierro), y alguna concentración, típicamente de  
15 10 a 100 g, de ácido clorhídrico libre, por litro de solución, y el presente nuevo procedimiento se desarrolló específicamente para extraer y separar el contenido de cloruro férrico de tales líquidos de lixiviación, para obtener soluciones acuosas que contienen aluminio relativamente exen  
20 to de hierro, adecuadas para posterior refinación para producir alúmina de grado para cubas electrolíticas.

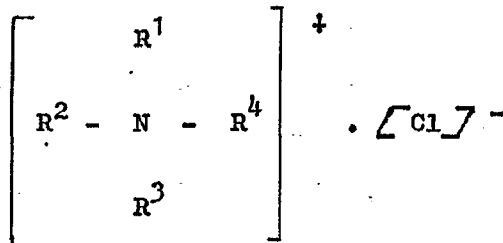
Como se ha mencionado antes, se ha descubierto - que el contenido de cloruro férrico de tales soluciones se puede extraer de ellas con ciertos compuestos de órgano-am  
25 nio cuaternario que han resultado ser reactivos selectivos



para secuestrar cloruro férrico. Los reactivos orgánicos selectivos empleados en la práctica de la invención son preferiblemente cloruros de amonio cuaternario que son sustancialmente insolubles en agua, y que son fácilmente solubles en los diluyentes orgánicos apolares usuales, tal como queroseno, siendo cada uno de los 4 radicales orgánicos del amonio cuaternario un radical alcoholilo, alquenoilo, arilo aralcoholilo. Es decir, el reactivo orgánico selectivo es preferiblemente un cloruro de amonio cuaternario que se puede representar por la fórmula no estructural:



o, estructuralmente, por la fórmula:



donde  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$  y  $R^4$  son, cada una, un radical orgánico elegido del grupo que consta de radicales alcoholilo, alquenoilo, arilo y aralcoholilo. La sal de amonio cuaternario ha de contener el número suficiente de átomos de carbono, de forma que sea sustancialmente insoluble en agua o en ácido clorhídrico diluido, pero no debe contener tantos átomos de carbono que se haga sólida a temperatura ambiente o que



sea excesivamente viscosa, o que no sea soluble de forma adecuada en diluyentes orgánicos apolares tales como queroseno. Así, se prefiere actualmente usar cloruros de amonio cuaternario que contengan un total de al menos aproximadamente 12, y no más de aproximadamente 60 átomos de carbono, distribuidos entre los 4 radicales orgánicos, - aunque se pueden emplear otros disolventes orgánicos selectivos que tienen menos o más átomos de carbono, con tal de que sean compuestos de órgano-amonio cuaternarios sustancialmente insolubles en agua y solubles en queroseno.-

5 Cada uno de los radicales orgánicos puede contener de 1 a 20 (o incluso más) átomos de carbono. Tales compuestos se pueden preparar en general por alcoholación de aminas terciarias. Entre los compuestos que se pueden emplear con éxito en la práctica de la invención son típicos los siguientes: cloruro de tri-n-octil monometil amonio, cloruro de triisooctil monometil amonio, cloruro de di-n-octil monodecil monometil amonio, cloruro de trilauril monometil amonio, cloruro de metil tri-n-alcohol ( $C_8$  a  $C_{12}$ ) amonio,

10 bromuro de tri-n-decil monoetil amonio, cloruro de tri-n-octil mono-n-propil amonio, bromuro de tridecil monoetil amonio, bromuro de tetra-n-butil amonio, yoduro de tetra-n-hexil amonio, cloruro de metil tri-n-alcohol ( $C_8$  y  $C_{10}$ ) amonio, sulfato de trioctil monometil amonio, acetato de

15 trioctil monometil amonio, yoduro de tetra-n-heptil amonio, cloruro de bencil dimetil n-decil amonio, cloruro de difenil n-octil metil amonio, bromuro de trioctilenil monometil amonio, cloruro de dimetil didodecenil amonio, y cloruro de dimetil bencil n-alcohol ( $C_8$ - $C_{10}$ ) amonio.

30 Como se ha indicado en la lista anterior, se pue



den emplear reactivos que comprenden una mezcla de compuestos, o que comprenden 3 o 4 radicales orgánicos distintos en un solo átomo de N. Por ejemplo, se han obtenido excelentes resultados usando un reactivo del que se dispone en el comercio, arriba identificado como cloruro de metil tri-n-alcohol (C<sub>8</sub> y C<sub>10</sub>) amonio, en el que R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> son cadenas mixtas de carbono C<sub>8</sub> y C<sub>10</sub>, predominando el C<sub>8</sub>.

El reactivo orgánico selectivo se disuelve preferiblemente en un diluyente orgánico inerte apolar que sea miscible con agua. El diluyente orgánico puede ser uno o más de los hidrocarburos alifáticos o aromáticos (por ejemplo heptano o benceno), derivados halogenados de estos hidrocarburos, fracciones de petróleo tales como nafta y sus derivados, y mezclas de estas sustancias orgánicas, aunque de entre ellos, por razones de economía y bajo riesgo de incendio, se prefiere actualmente el uso de queroseno de poco contenido aromático, de alto punto de inflamación, como diluyente del reactivo orgánico selectivo.

La concentración del compuesto de amonio cuaternario en el diluyente orgánico inerte no es crítica, y se puede ajustar entre límites amplios, para obtener la extracción más eficaz del contenido de cloruro férrico de la solución acuosa, y para controlar las características de separación de fase del sistema acuoso/orgánico. Sin embargo, actualmente se prefiere emplear soluciones de 0,05 a 0,2 molar del cloruro de amonio cuaternario, u otra sal, en el que roseno u otro diluyente orgánico.

Cuando la solución del reactivo orgánico selectivo y diluyente orgánico se mezcla y agita con la solución de cloruro acuoso que contiene hierro y aluminio, para extraer



de ella el cloruro férrico, una parte de la solución orgánica, o de los constituyentes de esta solución, puede tender a formar una emulsión con una parte de la solución acuosa. En consecuencia, cuando se concluye la operación de extracción y se permite que el sistema orgánico/acuoso se divida en sus fases componentes mutuamente inmiscibles, puede hallarse que, además de la conformación de la fase orgánica y fase acuosa esperadas, se puede formar también la emulsión antes mencionada, distinta de ambas fases. La tendencia de las fases orgánica y acuosa a formar una emulsión, y las proporciones relativas de constituyentes orgánicos y acuosos que entran en la emulsión, dependen de una variedad de factores tales como el compuesto de amonio cuaternario y diluyente orgánico específicos empleados, la concentración del compuesto cuaternario en la fase orgánica, la concentración de cloruro férrico en la fase acuosa, la relación entre fases orgánica y acuosa, la temperatura del sistema y la presencia o ausencia de un inhibidor de emulsión en la fase orgánica del sistema.

Asociado con la tendencia a formar emulsiones, se encuentra el problema de arrastre de fases opuestas. Algunas gotitas de líquido orgánico pueden tender a permanecer en la fase acuosa, o algunas gotitas de líquido acuoso pueden tender a permanecer en la fase orgánica, o pueden suceder ambas cosas. Tal arrastre de fases opuestas puede afectar de forma importante a la economía de la extracción y a la química de las posteriores operaciones del procedimiento. La tendencia a que exista el arrastre de fases opuestas está afectada por los factores antes mencionados, y se puede tratar de forma similar.



La tendencia a que se forme una emulsión, o a que haya arrastre de fases opuestas, se puede inhibir o evitar completamente por adición de ciertos reactivos o modificadores a la solución orgánica, los cuales modifican la tensión superficial, y propiedades físicas relacionadas, de los constituyentes orgánicos de la solución. Los modificadores que sirven mejor para inhibir la formación de una emulsión, o la existencia de arrastre de fases opuestas, son los alcoholes alifáticos que contienen de 8 a 16 átomos de carbono, entre los cuales son particularmente eficaces el alcohol octílico, alcohol decílico, alcohol dodecílico, alcohol tridecílico, alcohol láurico y alcohol mirístico normales, y mezclas de estos alcoholes. La cantidad de modificador que debe estar presente en la solución orgánica para evitar sustancialmente la formación de la emulsión o la existencia de arrastre de fases opuestas, dependerá del alcohol específico, u otro modificador, empleado, así como de los otros factores antes mencionados, que afectan a tal formación o existencia. Preferiblemente, la cantidad de modificador está próxima a la cantidad mínima (a veces tan baja como 3% en volumen) que evitará eficazmente la formación de la emulsión o la existencia de arrastre de fases opuestas. Parece que no hay límite superior crítico de la cantidad de modificador que se puede emplear, pero, por razones de economía y para evitar la mayor miscibilidad de las fases acuosa y orgánica, se prefiere usar no más del 25% en volumen. A título de ejemplo, la presencia de entre aproximadamente 5 y 10% en volumen de alcohol n-decílico en una solución 0,1 molar de cloruro de tri-n-octil monometil amonio en queroseno, evitará eficazmente la formación de una



tercera fase emulsificada.

La solución acuosa que contiene el cloruro férrico que ha de ser separado de ella, y la solución orgánica que contiene el sevestrador selectivo del coruro férrico, se ponen en contacto íntimo por métodos usuales para poner en contacto líquidos inmiscibles. Por ejemplo, las fases acuosas y orgánica se pueden poner en contacto íntimo en una torre usual de extracción de disolvente en contracorriente, o, preferiblemente, las dos fases se pueden mezclar íntimamente entre sí por agitación enérgica, en un recipiente usual de mezclado. En presencia de alta concentración de iones cloruro en la fase acuosa, el cloruro férrico es transferido de la fase acuosa a la fase orgánica por lo que podría llamarse reacción de adición química, en la que el cloruro férrico forma un complejo compuesto o asociación insoluble en agua con el cloruro de amonio cuaternario de la fase orgánica. No es una reacción de intercambio de iones en la que los iones férricos de la solución acuosa son intercambiados por cationes, tales como iones hidrógeno, presentes en la solución orgánica, aunque puede ser una reacción de solvatación y des-solvatación que implique la cantidad de agua coordinada con el cloruro férrico. En cualquier caso, para llevar una proporción sustancial de hierro (por ejemplo 75%) desde la fase acuosa a la fase orgánica, la concentración de ion cloruro de la fase acuosa debe ser de al menos aproximadamente 80 g/litro; y para reducir la concentración de hierro de la fase acuosa hasta una pequeña fracción (por ejemplo menos de 0,01) de g/litro, la concentración de ión cloruro en la fase acuosa debe ser mayor de 125 g/litro. Por otra parte, la concentración de ión cloruro no será en general, y no de-



be ser, mayor de aproximadamente 200 g/litro. Solo se pueden formar en soluciones de lixiviación de arcilla concentraciones de ión cloruro mayores que 200 g/litro si se emplea como agente de lixiviación un ácido clorhídrico inde-

5 seablemente fuerte. Además, a las mayores concentraciones de ión cloruro, la solución se aproxima lo suficientemente a la saturación, respecto al hexahidrato de cloruro de aluminio, y su densidad y viscosidad se hacen tan altas que -

10 introducen problemas de manipulación y evitación de pérdidas de aluminio. Como se ha indicado, la fase orgánica comprende preferiblemente una solución de 0,05 a 0,2 molar del compuesto de amonio cuaternario, en un diluyente orgánico. Se ha hallado que cuando se emplean tales soluciones orgánicas en el sistema de extracción de disolvente, se transferirá a la solución orgánica sustancialmente todo el cloruro férrico contenido en una solución acuosa que contenga

15 2,5 g de  $Fe_2O_3$  por litro, cuando la relación entre el volumen de fase orgánica y el volumen de fase acuosa sea 1:2 o mayor, dependiendo la magnitud de la relación de la concentración de compuesto de amonio cuaternario en la fase orgánica. Actualmente se prefiere usar una relación entre volúmenes de fase orgánica y acuosa de aproximadamente 1:1 a

20 4:1, en la práctica de la invención.

Al terminar la operación de extracción, se deja

25 que la mezcla acuosa/orgánica se divida en sus fases componentes, mutuamente inmiscibles. La fase acuosa, o refinado, que contiene menos de 0,05, y preferiblemente menos de 0,03 g de  $Fe_2O_3$  (en solución como cloruro de hierro) por litro de solución, se separa físicamente de su contacto con la fase

30 orgánica, para seguir tratándola; por ejemplo, para su -



5

mayor purificación, para producir alúmina de grado para cubas electrolíticas. La fase orgánica, o extracto, puede contener hasta 2,5 g/litro de  $Fe_2O_3$  (presente como cloruro de hierro) si la concentración molar de sal de amonio cuaternario en ella es igual a 0,1; y la concentración de hierro en tal extracto será mayor o menor según que sea mayor o menor la concentración de sal de amonio cuaternario.

Luego se trata el líquido orgánico para separar del mismo el cloruro férrico contenido en la solución, y reconstituir así el extractor orgánico, sustancialmente en su forma original. El cloruro férrico contenido en la solución orgánica se separa de la misma poniendo la solución en contacto íntimo con agua o una solución acuosa diluida de ácido clorhídrico que contiene una concentración de iones cloruro sustancialmente menor que la de la solución acuosa original. Para separar de la solución orgánica una parte sustancial (por ejemplo la mitad) del hierro, la concentración de ión cloruro en el líquido acuoso de separación debe ser menor de 25 g/litro; y para alcanzar una concentración sustancial de hierro en la solución acuosa de separación, la concentración de ión cloruro en ella no debe preferiblemente ser mayor de 15 g/litro. La relación necesaria entre el volumen de solución acuosa de separación y el volumen de solución orgánica que contiene cloruro férrico, para efectuar la transferencia de sustancialmente todo el cloruro férrico recuperable, desde la fase orgánica a la fase acuosa, dependerá de la concentración de ácido clorhídrico en la solución de separación, de la concentración de cloruro férrico en la solución orgánica, del cloruro de amonio cuaternario específicamente presente en la fase orgánica, de la tempera



tura del sistema orgánico/acuoso, y de otros factores si-  
milares. La relación óptima entre fases se puede determi-  
nar fácilmente por experimentación, y se ha hallado que  
generalmente es suficiente una relación entre fases orgá-  
nica y acuosa aproximadamente igual a 15:1, para separar  
eficazmente el cloruro férrico de la fase orgánica, y re-  
constituir así el reactivo orgánico, para futuras opera-  
ciones de extracción.

El siguiente ejemplo es ilustrativo, pero no  
limitativo de la práctica de la invención.

#### Ejemplo 1

Una arcilla calcinada de Georgia fué lixiviada  
con ácido clorhídrico, para obtener un líquido de lixivia-  
ción con ácido que contenía 81 g de  $Al_2O_3$  (presente en so-  
lución como cloruro de aluminio), 2,7 g de  $Fe_2O_3$  (presente  
en solución como cloruro de hierro), y 18,8 g de ácido clor-  
hídrico libre, por litro de solución. La concentración to-  
tal de ión cloruro en esta solución fué de aproximadamente  
150 g/litro. El líquido de lixiviación con ácido se puso en  
contacto íntimo, a temperatura ambiente, con una solución -  
orgánica que contenía 5% en volumen de cloruro de tricapri-  
lil (es decir, tri-n-alcohol  $C_8$  y  $C_{10}$ ) monometil amonio de  
grado comercial (comprado como "Aliquat 336" de General  
Mills Inc.), 10% en volumen de alcohol n-decilico de grado  
comercial, y 85% en volumen de queroseno, siendo aproxima-  
mente igual a 2:1 la relación entre fases orgánica y acuosa  
del sistema de extracción con disolvente. Después de agitar  
íntimamente, se dejaron separar las dos fases mutuamente in-



miscibles. La fase acuosa contenía 0,0004 g/litro de  $Fe_2O_3$  (en solución como cloruro de hierro), y la fase orgánica contenía 1,35 g/litro de  $Fe_2O_3$  (en solución como complejo de cloruro órgano-férrico).

5 La solución orgánica que contenía 1,35 g/litro de  $Fe_2O_3$  (en solución como complejo de cloruro de hierro y amonio cuaternario) se puso en contacto íntimo con una solución acuosa que contenía 10 g/litro de ácido clorhídrico, conteniendo un total ligeramente menor de 10 g/litro de ión cloruro. La relación entre las fases orgánica y acuosa del sistema de separación de cloruro férrico fué aproximadamente igual a 15:1. Después de mezclar íntimamente, se dejaron separar las fases acuosa y orgánica. La fase acuosa separada contenía aproximadamente 18 g/litro de  $Fe_2O_3$  (presente en solución como cloruro férrico), y el contenido de hierro en la fase orgánica se redujo hasta el punto de que esta solución se podía usar de nuevo para extraer cloruro férrico de nuevas cantidades del líquido de lixiviación ácido.

10

15

Por la anterior descripción del nuevo procedimiento de extracción líquido-líquido, para separar cloruro férrico de soluciones acuosas, se verá que se ha hecho una contribución importante a la técnica a la que se refiere la presente invención.

20

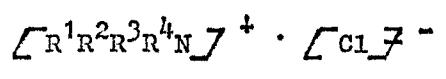
#### N O T A

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

25



1.- Procedimiento para separar cloruro férrico de una solución acuosa que contiene cloruro de aluminio y cloruro férrico, en el que dicha solución acuosa se pone en contacto con una solución de un agente orgánico secuestrador del cloruro férrico, en un líquido orgánico apolar inerte que es sustancialmente insoluble en agua, y dichas soluciones acuosa y orgánica se entremezclan íntimamente, para efectuar la transferencia de sustancialmente todo el cloruro férrico contenido en la solución acuosa a la solución orgánica, tras lo cual la solución orgánica que contiene cloruro férrico se separa de la solución acuosa a la que se ha quitado el cloruro férrico, caracterizado porque dicho agente orgánico secuestrador, que se disuelve en el líquido orgánico, es un cloruro de amonio cuaternario representado por la fórmula:



donde R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> son, cada una, un radical alcohilo, alquénilo, arilo o aralcohilo.

2.- Procedimiento según el punto 1, caracterizado porque la concentración del ión cloruro en la solución acuosa es de 80 a 200 g/litro.

3.- Procedimiento según el punto 2, caracterizado porque la concentración de ión cloruro en la solución acuosa es de al menos 125 g/litro, y preferiblemente de 125 a 200 g/litro.

4.- Procedimiento según cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado porque los radicales orgánicos del cloruro de amonio cuaternario contienen en el agregado



de 12 a 60 átomos de carbono.

5.- Procedimiento según el punto 4, caracterizado porque cada radical orgánico del cloruro de amonio cuaternario contiene de 1 a 20 átomos de carbono.

5 6.- Procedimiento según cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado porque el cloruro de amonio cuaternario comprende cloruro de tri-n-octil monometil amonio.

10 7.- Procedimiento según cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado porque el líquido orgánico apolar es un hidrocarburo alifático, un hidrocarburo aromático, un hidrocarburo alifático halogenado, un hidrocarburo aromático halogenado, o una mezcla de uno o más de dichos hidrocarburos.

15 8.- Procedimiento según el punto 7, caracterizado porque el líquido orgánico es queroseno.

20 9.- Procedimiento según cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado porque la solución orgánica contiene de 0,05 a 0,2 moles/litro de cloruro de amonio - cuaternario.

25 10.- Procedimiento según cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado porque la solución orgánica contiene de 3 a 25%, y preferiblemente de 5 a 10% en volumen de uno o más alcoholes alifáticos que contienen de 8 a 16 átomos de carbono, como inhibidor de emulsión.

30 11.- Procedimiento según cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado porque la relación entre el volumen de solución orgánica y el volumen de solución acuosa que se ponen en contacto entre sí es de aproximadamente 1:1 a 4 : 1.



12.- Procedimiento según cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado porque el cloruro férrico es separado de la solución orgánica que contiene cloruro férrico, después de que esta última se ha separado de la solución acuosa, mezclando con dicha solución orgánica que contiene -  
5 cloruro férrico un líquido acuoso que contiene menos de 25 g/litro de iones cloruro, para efectuar la transferencia de cloruro férrico desde la fase orgánica a la acuosa, después se separa la solución acuosa que contiene cloruro férrico  
10 de la solución orgánica de la que se ha separado el cloruro férrico, y la solución orgánica separada se vuelve a usar en el procedimiento.

13.- Procedimiento según el punto 12, caracterizado porque la concentración de ión cloruro en el líquido acuoso usado en la operación de separación es menor de 15 g/litro.  
15

14.- Procedimiento según cualquiera de los puntos 12 o 13, caracterizado porque la relación entre el volumen de solución orgánica y el volumen de líquido acuoso que se mezclan entre sí durante la operación de separación, es de 10:1  
20 a 15:1.

15.- Un procedimiento para separar cloruro férrico desde una solución acuosa que contiene cloruro de aluminio y cloruro férrico.

25

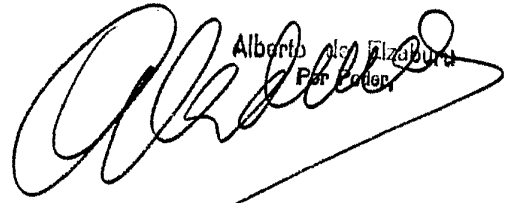


Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 5 NOV. 1966

P.A.

  
Alberto de Elzaburu  
Per. Contsp.