



16 FEB. 1969

363334

PATENTE DE INVENCIÓN

Folio A/12982.

# Memoria Descriptiva

sobre:

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C01</u>
SUBCLASE <u>F</u>

"PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UNA SOLUCION DE NITRATO DE ALUMINIO CON REDUCIDO CONTENIDO EN HIERRO".

*Solicitante*

-----  
ALLIED CHEMICAL CORPORATION, entidad norteamericana,  
residente en 61 Broadway, New York 6, New York,  
EE.UU. de A.  
-----

Este invento se refiere a la producción de soluciones de nitrato de aluminio de bajo contenido de hierro a partir de estillas que contienen hierro.

Para muchos fines, en particular la producción  
5. de la llamada alumina "calidad para célula", v.g., alu-



6

- mina de suficiente pureza para ser reducida a aluminio metálico en una célula electrolítica, es necesario producir soluciones de nitrato de aluminio con un contenido muy bajo de hierro, en las que la relación del aluminio (expresado como  $Al_2O_3$ ) a hierro (expresado como  $Fe_2O_3$ ) es de por lo menos 220:1 en peso.  $\sphericalangle$  En el curso de esta memoria descriptiva las partes y porcentajes se dan en peso a menos que se especifiquen lo contrario, y cuando se hace referencia a contenido de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$  esto se refiere al contenido de aluminio y hierro expresado como  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$  respectivamente  $\sphericalangle$ .
- 5.
- 10.

- La alumina de calidad para célula se ha producido en el pasado empleando el procedimiento de Bayer muy conocido que se caracteriza porque se digieren bauxitas de gran calidad que contienen elevadas proporciones de aluminio y bajas proporciones de sílice, con álcali cáustico. No obstante, dicho procedimiento no es satisfactorio para la producción de alumina a partir de minerales, como son las arcillas, que contengan grandes proporciones de sílice, y para el tratamiento de tales minerales, se ha propuesto la extracción con diversos ácidos, incluyendo el ácido nítrico.
- 15.
- 20.

- Un procedimiento logrado para la producción de soluciones de nitrato de aluminio, en las que la relación de  $Al_2O_3/Fe_2O_3$  es de por lo menos 220:1, a partir de minerales aluminosos con elevado contenido de hierro, v.g., que contenga al menos 0,1 parte de  $Fe_2O_3$  por parte de  $Al_2O_3$ , se describe en nuestra patente británica número 1.107.231. Con dicho procedimiento el mineral se digiere de 140 a 220°C. a presión autógena con ácido
- 25.
- 30.



- nitrato acuoso de una concentración del 30 al 60% empleado en una cantidad menor a la teóricamente necesaria para convertir todo el aluminio contenido en el mineral a nitrato de aluminio. Este procedimiento está más logrado para la extracción de bauxita que para la extracción de arcilla y se cree que esto se debe al hecho de que en las bauxitas el aluminio se encuentra presente principalmente en forma de hidratos de alumina, mientras que en las arcillas de aluminio se encuentra presente principalmente en forma de silicato de aluminio hidratado, v.g.,  $H_4Al_2Si_2O_9$ . De este modo, cuando dicho procedimiento se utiliza con arcillas, tiende a producir soluciones de nitrato de aluminio en las que la proporción de  $Al_2O_3/Fe_2O_3$  es tan solo ligeramente superior a 220:1 y no ofrece el margen de seguridad que cabría desear en la producción de alumina con una pureza de calidad para célula.
- 5.
- 10.
- 15.

- El presente invento proporciona un procedimiento para producción de nitratos de aluminio en las que la relación de  $Al_2O_3/Fe_2O_3$  es de por lo menos 2000:1 a partir de arcilla que contienen por lo menos un 5% de hierro, calculado como  $Fe_2O_3$  a base de aluminio calculado como  $Al_2O_3$ . El término "arcilla" se emplea en la presente memoria para indicar una mezcla de silicato de aluminio hidratado bien por sí solos o mezclados con otros componentes, que comprenden silicatos hidratados de aluminio con otros metales, incluyendo hierro, magnesio, potasio y sodio. Son ejemplos de arcillas comunes la caolinita (principalmente  $Al_2O_3 \cdot SiO_2 \cdot 2H_2O$ ) y haloisita
- 20.
- 25.
- 30.



(principalmente  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ).

- El procedimiento del invento comprende: (a)
- preparar una solución de nitrato de aluminio que con-  
tenga aproximadamente de un 10 a un 60%, preferible-  
mente de un 35 a un 50%, en peso, de nitrato de alu-  
minio dirigiendo una arcilla (según se ha definido  
anteriormente) con ácido nítrico acuoso a una tempe-  
ratura de aproximadamente  $140^\circ$  a  $220^\circ\text{C}$ ., preferible-  
mente de unos  $160$  a  $200^\circ\text{C}$ ., a presión autógena, te-  
niendo el ácido nítrico una concentración de por lo  
menos el 10% en peso aproximadamente, preferiblemente  
entre un 25 y un 60% y empleándose en una cantidad  
del 90% como máximo, preferiblemente de un 40 a un  
90%, de la cantidad estequiométricamente necesaria  
para convertir todo el aluminio existente en la ar-  
cilla a nitrato de aluminio, conteniendo la arcilla  
al menos un 5% en peso, aproximadamente, de hierro,  
calculado como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , basado en el aluminio existen-  
te en la arcilla, calculado como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; y (b) some-  
ter la citada solución, mientras se mantiene bajo  
presión autógena, a un enfriamiento controlado a una  
velocidad por término medio no superior a unos  $25^\circ\text{C}$   
por minuto, preferentemente de unos  $25^\circ\text{C}$  a unos  $0,2^\circ\text{C}$   
por minuto en el período durante el cual la tempera-  
tura de la solución desciende de la temperatura de  
digestión a la temperatura en la cual la presión  
autógena alcanza la atmosférica, es decir, el punto  
de ebullición de la solución enfriada bajo presión  
atmosférica, no siendo dicho período superior a unas  
5 horas y preferentemente no inferior a unos 20 minu-  
tos. El promedio de velocidad de enfriamiento durante



cualquier parte de dicho período estará preferentemente también dentro de los límites para el promedio de velocidad durante la totalidad de dicho período según se señale más arriba y se especifica más adelante en esta memoria.

5.

En el procedimiento del invento, el enfriamiento controlado del líquido de nitrato de aluminio, mientras se halla todavía bajo presión autógena, efectúa una lenta caída de presión concomitante, y estos dos factores produce la precipitación en una gran proporción del hierro disuelto como  $Fe_2O_3$  que después se elimina con los sólidos de la suspensión/espesa <sup>acuosa</sup> de digestión, v.g., mediante filtración.

10.

Se sabe que cuando una solución con contenido de hierro de nitrato de aluminio básico se deja reposar, o se enfría, se produce alguna reducción del contenido de hierro. No obstante, los esfuerzos llevados a cabo en el pasado, para efectuar la eliminación del hierro de las soluciones de nitrato de aluminio simplemente por enfriamiento o dejando reposar la solución, o bien no han resultado eficaces para producir soluciones suficientemente libres de hierro para la producción de alumina con calidad para célula, o estos esfuerzos han exigido largos períodos de reposo, por ejemplo 14 a 24 horas o más, por lo que han dejado de ser prácticos desde un punto de vista comercial. Por otro lado, por el presente invento, se consiguen notables reducciones en el contenido de hierro de los líquidos de nitrato de aluminio inmediatamente después del final del período de digestión con tiempos

15.

20.

25.

30.

26



- de enfriamiento extremadamente cortos, algunas veces de tan solo 20 a 30 minutos y en cualquier caso en menos de unas 5 horas. De este modo los líquidos de nitrato de aluminio obtenidos por la digestión a
5. presión de arcillas conyaminadas con hierro, que al final del período de digestión pueden exhibir una relación de  $Al_2O_3$  a  $Fe_2O_3$  de tan solo 500, normalmente entre 600 y 1200 aproximadamente, se benefician del proceso de enfriamiento controlados produciendo líquido cuyas relaciones de  $Al_2O_3$  a  $Fe_2O_3$  se ven aumentadas al menos en un 100%, normalmente entre un 300% y un 500% o aún más.
- 10.

- El enfriamiento del líquido de nitrato de aluminio antes de la liberación de la presión es esencial, puesto que hemos descubierto que si se libera primero la presión, como sucede con la vaporización rápida (v.g. reduciendo la presión de un modo virtualmente instantáneo a la presión atmosférica), la solución de nitrato de aluminio así obtenida no solamente tiene el contenido elevado de hierro característico del líquido en el momento de la vaporización rápida sino que además este contenido de hierro aparece virtualmente "congelado" o bloqueado, y no se reduce en ningún grado notable bien por ulterior enfriamiento o por dilución y enfriamiento o dejen<sup>o</sup> reposar a temperaturas del ambiente.
- 15.
- 20.
- 25.

- La velocidad por término medio a la que se enfría el líquido y el descenso de temperatura al que se mantiene son de importancia capital. Según se indicó anteriormente, la velocidad por término medio de
- 30.



- enfriamiento durante el período transcurrido mientras el líquido se enfría a su temperatura de ebullición a presión atmosférica no debe ser superior a unos 25°C por minuto. Se ha descubierto que un enfriamiento más rápido deja de producir soluciones de nitrato de aluminio frías que tengan relaciones de  $Al_2O_3$  a  $Fe_2O_3$  de 2000:1 o superiores. De preferencia este régimen medio de enfriamiento se mantiene a un descenso de temperatura de por lo menos 20°C. Preferiblemente de unos 40°C. a unos 100°C. De preferencia, el régimen medio de enfriamiento es de unos 10°C a aproximadamente unos 0,2°C, preferiblemente de unos 2°C a unos 0,2°C, por minuto, lo cual suele ser efectivo para producir el descenso de temperatura deseado en unos 20 minutos a unas 5 horas, preferiblemente de unos 20 minutos a unas 2 horas.
- 5.
  - 10.
  - 15.

- El punto de ebullición del líquido de nitrato de aluminio a presión atmosférica, depende, como es lógico, de la concentración del nitrato de aluminio en el líquido, según se indica en la tabla I más adelante, que indica también las concentraciones de ácido nítrico necesarias para producir tales líquidos por digestión con presión.
- 20.

TABLA I

% de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ Real	% de $\text{Al}_2\text{O}_3$ Equivalente	Punto de ebullición a presión atmosférica °C.	% de $\text{HNO}_3$ Concentración equivalente al 87% estequiomé- trico.
61.5	14.7	d	60
56.7 (9.H <sub>2</sub> O)	13.5	150 d *	55
52.1	12.5	132 d	50
50.0	12.0	128	48
45.0	11.7	120	43
37.6	9.0	112.5	35
25.1	6.0	106.5	25
22.2	5.3	105	20
10.0	4.8	102	10



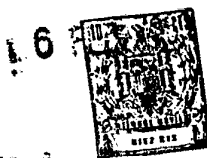
Valor para  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  tomado del manual de la Chemical Rubber Co., trigésima edición (1947), página 368.

d = con descomposición.

5. El enfriamiento controlado puede conseguirse empleando cualquier medio apropiado, v.g., por refrigeración externa del recipiente de reacción (normalmente un autoclave), por ejemplo por medio de serpientes refrigeradores externos o bien rodeando el recipiente de hielo o utilizando otros agentes frigoríficos; o mediante refrigeración interna añadiendo un refrigerante acuoso; o mediante una combinación de refrigeración externa e interna.

10. Cuando el enfriamiento se lleva a cabo internamente; la temperatura y velocidad de inyección del líquido refrigerante acuoso deberán ser como es lógico las necesarias para producir el régimen deseado de enfriamiento y pueden regularse también para que se produzca una concentración conveniente de nitrato de aluminio en el líquido recuperado. Se observará que al añadir un refrigerante acuoso se reducirá la temperatura de ebullición de la solución enfriada, según se indica en la tabla I anterior.

15. El líquido refrigerante preferido es el agua, pero se pueden emplear también soluciones acuosas como son, por ejemplo, soluciones de ácido nítrico débil, soluciones de nitrato de aluminio u otras soluciones acuosas o líquidos de desperdicio cuyo contenido disuelto no sea perjudicial a la solución final de nitrato de aluminio o a los cristales de nitrato de alu
- 20.
- 25.
- 30.



minio finalmente recuperados.

- La solución de nitrato de aluminio deseada puede recuperarse fácilmente de la mezcla con sólidos sin disolver en el recipiente de reacción, por ejemplo, con filtración o centrifugación después de dejar que los sólidos se sedimenten. En general la separación de los sólidos se realiza más fácilmente cuando la concentración del nitrato de aluminio en la solución es de aproximadamente el 25%. Cuando se ha de recuperar el nitrato de aluminio en forma de cristales de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  enfriando la solución caliente a la temperatura del ambiente, es preferible que la concentración del nitrato de aluminio sea de aproximadamente de un 35% a un 50% (equivalente a un 9-12% como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) con el fin de producir un rendimiento adecuado (v.g., aproximadamente 50%) de cristales. Las soluciones que tienen tales concentraciones pueden producirse por evaporación de agua de las soluciones que contienen aproximadamente un 25% de nitrato de aluminio recuperadas preferentemente de la etapa de separación.
- Teniendo presentes las consideraciones anteriores, se podrá ver que cuando se emplea refrigeración interna, el refrigerante acuoso no deberá añadirse preferentemente en una cantidad en exceso a la necesaria para reducir la concentración de nitrato de aluminio a aproximadamente un 25% (aproximadamente un 6% calculado como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), porque el empleo de mayores cantidades exige la evaporación de cantidades indbidamente grandes de agua cuando han de producirse ulteriormente cristales de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ . En general,
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- resultarán satisfactorias las cantidades de agua que lleguen a un total comprendido entre un 200% y un 30% del peso de los líquidos de nitrato de aluminio en las escalas de concentración comprendidas entre un 60% y un 25%, aproximadamente. Se pueden utilizar menores cantidades, especialmente si se suplementan con refrigeración externa, pero en general supone una ventaja añadir las cantidades mayores, puesto que, según se indicó anteriormente, los líquidos de digestión se suelen diluir a aproximadamente una concentración del 25% de nitrato de aluminio para una sedimentación conveniente de sólidos insolubles y la separación de los mismos por filtración o refrigeración. Por lo tanto, particularmente cuando se emplea refrigeración interna, es preferible tratar líquidos de concentraciones de nitrato de aluminio comprendidas entre un 35% y un 50%, aproximadamente, resultantes de la digestión de minerales con soluciones de ácido nítrico acuoso de estas concentraciones aproximadas.
5. Con el procedimiento del invento, la relación de  $Al_2O_3 : Fe_2O_3$  en el líquido al final de la etapa de digestión queda aumentada al final de la etapa de refrigeración al menos en un 100% aproximadamente, normalmente entre un 200% y un 400% cuando se utiliza refrigeración externa. Cuando se utiliza refrigeración interna los aumentos en las proporciones de  $Al_2O_3$  a  $Fe_2O_3$  alcanzan al menos un 300%, v.g. 300% a 500% o aún más.
10. Las arcillas utilizadas con el procedimiento del invento se trituran y calcinan preferentemente. Se
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

Las arcillas utilizadas con el procedimiento del invento se trituran y calcinan preferentemente. Se



citan como ejemplos típicos de arcillas apropiadas:

Análisis típico S	Caolín de Georgia calcinado	Caolín de Georgia calcinado	Caolín de Arkansas calcinado
$Al_2O_3$	41,6	43,5	49,7
$SiO_2$	47,7	48,0	59,1
$Fe_2O_3$	8,2	2,2	3,14
Agua y trazas de otros cla- mentos	2,5	6,3	8,6

5. A continuación se ilustra el invento mediante los ejemplos que siguen, en los que las partes y proporciones se dan en peso a menos que se especifique lo contrario y las presiones son presiones relativas.

10. En cada uno de los ejemplos se depositaron una arcilla de caolín y una solución de ácido nítrico acuoso en un autoclave a la temperatura del ambiente. El tipo y cantidad de arcilla y el porcentaje de concentración y cantidad de ácido nítrico acuoso se indican en la tabla II, que asimismo da en la columna encabezada S, la cantidad de ácido nítrico como porcentaje de la cantidad teórica necesaria para convertir todo el aluminio existente en la arcilla en nitrato de aluminio. En la tabla II el tipo de arcilla utilizada se identifica como A 1, A 2 ó A 3, cuyos tipos se describen plenamente del modo siguiente:



Análisis (porcentajes)

	$Al_2O_3$	$Fe_2O_3$	$SiO_2$	Resto
A 1. Arcilla de caolín de Georgia calcinado	41,6	8,2	47,7	2,5
A 2. Arcilla de caolín de Georgia calcinado	43,5	2,2	51,8	2,5
A 3. Arcilla de Caolín de Georgia calcinado	41,6	8,15	47,7	2,55

El "resto" al que se hace referencia en el análisis anterior se compone de agua y trazas de otros elementos.

5. Después se cerró el autoclave y se calentó para que se efectuara la reacción entre la arcilla y el ácido nítrico. Luego se sometió el autoclave a enfriamiento controlado sin nivelar la presión del autoclave. El enfriamiento se efectuó en los ejemplos 1 a 5 por medio de serpentines de refrigeración externo rodeando el autoclave; y en los ejemplos 6 a 11 inyectando agua en el autoclave.

10. A intervalos regulares y en el transcurso de los períodos de reacción y enfriamiento se tomaron muestras del líquido de nitrato de aluminio mediante abertura momentánea y se analizaron para determinar los porcentajes de aluminio y hierro presentes en las mismas.

15.



5. Se apreciará que los porcentajes de hierro y aluminio en las muestras no son los mismos como en el líquido de digestión mismo del que se tomaron las muestras; por otra parte, las relaciones de  $Al_2O_3/Fe_2O_3$  (que son naturalmente de importancia primordial) son las mismas en las muestras y en los líquidos de digestión.

10. Las temperaturas, presiones, totales acumulados de agua inyectadas (ejemplos 6 e 11 solamente), contenido de aluminio (expresado como  $Al_2O_3$ ), contenido de hierro, (expresado como  $Fe_2O_3$ ) y relaciones de  $Al_2O_3/Fe_2O_3$ , a los diversos intervalos (a contar desde el momento en que se alcanzó la temperatura de digestión) para los ejemplos se indican en la tabla III. El momento en que comenzó el enfriamiento se indica por medio de un asterisco (\*). Tabla III indica también el porcentaje de aumento en la relación  $Al_2O_3/Fe_2O_3$  desde el momento en que se comenzó el enfriamiento hasta el final del experimento. El agua inyectada en el autoclave en los ejemplos 6 e 11 estaba a una temperatura de  $20^{\circ}C$ , a excepción del ejemplo 9, en que se encontraba a  $2^{\circ}C$ ; el agua se inyectó en una proporción esencialmente uniforme. A título de comparación, una muestra de 300 gramos tomada del autoclave en el ejemplo 7 al cabo de dos horas (que tenía una relación de  $Al_2O_3/Fe_2O_3$  de 650), cuando se diluyó con unos 100 gramos de agua a  $20^{\circ}C$ . y se dejó reposar por espacio de dos horas, dió una solución que tenía una relación de  $Al_2O_3/Fe_2O_3$  de solamente 1030, comparado con una relación de 3050 después de haber realizado el procedimiento de enfriamiento del ejemplo 7.

15.

20.

25.

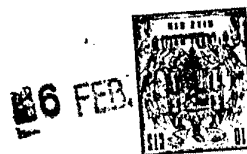
30.



TABLE II

Ejem plo No	Arcilla		HNO <sub>3</sub>		
	Tipo	Partes	% de concen- tración	Partes	S
1	A 1	700	35	2660	87
2	A 1	700	25	-	87
3	A 1	700	35	2660	87
4	A 1	700	35	2660	87
5	A 2	258	15	2355	85
6	A 3	700	35	2660	87
7	A 1	700	35	2660	87
8	A 1	700	50	2160	87
9	A 1	700	35	2660	87
10	A 2	460	35	1800	85
11	A 2	172	15	1570	85

TABLE III



Ejem- plo No	Tiempos Nrs	Tempe- ratura °C	Presión Kg/cm <sup>2</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Porcentaje de aumento
				%	%	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
1	0	170	5.25	-	-	-	-
	1.0	170	4.90	7.1	0.0135	525	-
	*2.0	172	5.25	6.3	0.0110	573	-
	3.0	145	1.4	6.6	0.0066	1000	-
	4.0	135	0.7	6.7	0.0061	1100	-
	5.0	120	0	6.75	0.0050	1350	-
	6.0	105	0	6.6	0.0040	1645	-
	7.0	85	0	6.1	0.0023	2650	265
2	0	170	6.3	-	-	-	-
	0.5	172	6.3	6.65	0.0097	685	-
	1.0	172	6.65	6.9	0.0074	930	-
	*2.0	172	7.0	6.8	0.0057	1190	-
	3.0	130	2.8	6.2	0.0041	1510	-
	4.0	95	0	5.45	0.0015	3630	300
3	0	200	10.15	-	-	-	-
	0.5	200	10.15	7.15	0.0158	450	-
	1.5	200	10.15	7.40	0.0134	550	-
	*2.0	200	10.15	7.60	0.0122	625	-
	2.5	140	2.45	7.50	0.0056	1340	-
	3.25	120	1.05	6.60	0.0046	1435	-
	4.00	100	0	6.25	0.0029	2160	320

cont/-



TABLE III (Cont.)

Ejem po No	Tiempos Hrs	Tempe- ratura °C	Presión Kg/cm <sup>2</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Porcen- taje de aumento
				%	%	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
4	0	170	4.9	-	-	-	-
	0.16	185	9.1	-	-	-	-
	0.22	200	12.6	-	-	-	-
	0.33	200	14.0	-	-	-	-
	0.42	200	15.3	-	-	-	-
	*0.50	190	9.8	-	-	-	-
	0.58	170	5.25	6.7	0.0120	560	-
	1.58	138	0.7	6.2	0.0064	970	-
	2.58	95	0	6.45	0.0075	860	-
	3.08	90	0	6.3	0.0029	2170	380
5	0	170	7.0	-	-	-	-
	1.5	170	7.0	4.15	0.0059	705	-
	*2.5	170	7.0	4.15	0.0046	900	-
	3.0	140	2.8	3.85	0.0035	1100	-
	3.5	140	2.8	3.75	0.0030	1250	-
	4.25	125	0.35	3.70	0.0027	1370	-
	5.0	105	0	3.70	0.0020	1650	205



TABLE III. (Cont.)

Ejem- plo No	Tiempos Hrs	Tempe- ratura °C	Presión Kg/cm <sup>2</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	$\frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3}$	Porcen- taje de aumento	
6	0	170	5.25	-	-	-	-	-
	1	170	5.60	-	6.9	0.0149	463	-
	2	170	5.25	-	7.05	0.0082	872	-
	*2/4	170	5.25	-	-	-	-	-
	2/15	160	4.2	100	5.5	0.0066	833	-
	2/30	150	2.45	300	4.1	0.0028	1460	-
	2/45	140	1.4	600	4.8	0.0021	2280	-
	‡ 3	130	0.7	850	5.75	0.0018	3190	-
	3/15	120	0	850	5.25	0.0015	3500	-
	3/20	110	0	850	-	-	-	-
	3/45	80	0	850	5.7	0.00148	3850	440
7	0	170	5.25	-	-	-	-	-
	1	175	5.6	-	5.7	0.0118	482	-
	2	170	5.25	-	6.7	0.0103	650	-
	*2/4	170	5.25	-	-	-	-	-
	2/14	150	3.5	100	-	-	-	-
	2/24	148	1.4	150	-	-	-	-
	2/34	140	0.7	225	-	-	-	-
	2/44	130	0.7	300	5.25	0.0039	1350	-
	2/54	120	0.35	410	-	-	-	-
	3/4	110	0	480	-	-	-	-
	3/14	108	0	600	-	-	-	-
	3/20	100	0	850	-	-	-	-
	3/34	98	0	940	5.5	.0018	3050	470



TABLE III (Cont.)

Ejem plo No	Tiempos Hrs	Tempe- ratura °C	Presión Kg/cm <sup>2</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	$\frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3}$	Porcen- taje de aumento	
8	0	170	5.25	-	-	-	-	-
	1	170	4.9	-	-	-	-	-
	2	170	4.2	-	5.05	0.0088	575	-
	*2/2	170	4.2	-	-	-	-	-
	2/12	155	1.75	180	5.30	0.0075	710	-
	2/22	145	1.4	425	5.35	0.0060	890	-
	2/32	140	0.7	650	4.95	0.0039	1270	-
	2/42	125	0	800	5.1	0.0053	1540	-
	2/52	115	0	1000	5.0	0.0024	2080	-
	3/2	110	0	1200	5.9	0.0023	2560	445
9	0	170	5.74	-	-	-	-	-
	1	170	5.39	-	-	-	-	-
	2	170	5.25	-	-	-	675	-
	*2/3	170	4.9	-	-	-	-	-
	2/4	140	1.75	-	-	-	-	-
	2/5	125	0.7	-	-	-	-	-
	2/6	110	0	1250	-	-	-	-
	2/7.5	100	0	1250	-	-	-	-
	2/12	80	0	1250	5.0	0.0027	1850	275

TABLE III (Cont.)

E6



Ejem plo Nº	Tiempos Hrs	Tempe ratura °C	Presión Kg/cm <sup>2</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Porcen- taje de aumento	
10	0	170	5.95	-	-	-	20	-
	1	170	5.6	-	-	-	-	-
	*2	172	5.95	-	4.15	0.0100	415	-
	2.5	140	2.45	1500	4.55	0.0040	1135	-
	3.0	140	3.15	1500	5.15	0.0019	2715	-
	3.25	130	1.4	2500	2.80	0.0009	3120	-
	3.75	130	2.1	2500	2.85	0.0008	3560	-
	4.0	110	0	3500	1.85	0.0005	3700	-
	4.15	100	0	3500	1.65	0.0005	4120	992
11	0	170	8.4	-	-	-	-	-
	1	170	8.4	-	3.9	0.0088	445	-
	*2	170	8.4	-	2.1	0.0022	955	-
	2.5	130	1.4	1600	-	-	-	-
	3.0	100	0	2800	1.3	0.0007	1860	-
	3.25	100	0	-	1.3	0.0005	2600	272



N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Norteamérica con fecha 6 de febrero de 1.968, bajo el número 703.256, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita una Patente de Invención por 20 años, en España,
5. sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UNA SOLUCION DE NITRATO DE ALUMINIO CON REDUCIDO CONTENIDO EN HIERRO"; caracterizándose por lo siguiente:
10. 1.- Procedimiento para la producción de una solución de nitrato de aluminio con reducido contenido en hierro, de cuya solución se produce alumina de calidad para célula, caracterizado porque comprende: preparar una solución de nitrato de aluminio que contiene aproximadamente de un 10 a un 60%, preferiblemente de un 35 a un 50% en peso de nitrato de aluminio dirigiendo una arcilla con ácido nítrico acuoso
15. a una temperatura de aproximadamente 140° a unos 220°C, preferiblemente de unos 160°C. a unos 200°C., bajo presión autógena, teniendo el ácido nítrico una concentración de por lo menos un 10% aproximadamente, preferiblemente de un 25% a un 60%, en peso, y empleándose
- 20.
- 25.
- 30.



- en una cantidad del 90% como máximo, preferiblemente de un 40 a un 90%, de la cantidad estequiométrica-mente necesaria para convertir todo el aluminio existente en la arcilla a nitrato de aluminio, conteniendo la arcilla por lo menos un 5% en peso de hierro, aproximadamente, calculado como  $Fe_2O_3$ , basado en el aluminio existente en la arcilla, calculado como  $Al_2O_3$ ;
5. enfriar la citada solución a un régimen de enfriamiento por término medio no superior a unos  $25^{\circ}C$  por minuto, preferiblemente unos  $25^{\circ}C$  a unos  $0,2^{\circ}C$ . por minuto, a lo largo del período comprendido desde el momento en que la temperatura de la solución descienda de la temperatura de digestión a una temperatura igual al punto de ebullición de la solución enfriada
10. a presión atmosférica, siendo dicho período no superior a unas 5 horas, y preferiblemente no inferior a 20 minutos, y manteniéndose la solución a presión autógena a lo largo de dicho período.
- 15.

- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el promedio de la velocidad de enfriamiento durante cualquier parte de dicho período tampoco es superior a unos  $25^{\circ}C$  por minuto, preferentemente unos  $25^{\circ}C$  hasta unos  $0,2^{\circ}C$  por minuto.
- 20.

- 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque dicho régimen de enfriamiento por término medio se mantiene a lo largo del descenso de temperatura a un régimen de por lo menos unos  $20^{\circ}C$ , preferiblemente de unos  $40^{\circ}C$  a unos  $60^{\circ}C$ .
- 25.



6 FEB.

5. 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la solución de nitrato de aluminio se enfría a un régimen por término medio de enfriamiento de unos  $10^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $0,2^{\circ}\text{C}$ . por minuto, preferiblemente de unos  $2^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $0,5^{\circ}\text{C}$  por minuto, a lo largo de un período de unos 20 minutos a unas 5 horas.

10. 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la solución se enfría a una temperatura de aproximadamente  $120^{\circ}\text{C}$  o inferior a lo largo de un período de aproximadamente 5 minutos a unas 2 horas.

15. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la solución de nitrato de aluminio se enfría añadiendo un refrigerante acuoso, preferiblemente agua, a la misma.

20. 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la cantidad de agua añadida es de aproximadamente, como máximo la necesaria para reducir la concentración de nitrato de aluminio en la solución refrigerada a aproximadamente un 25% en peso, siendo la cantidad de agua añadida preferentemente de un 200% a un 30% del peso, de la solución de nitrato de aluminio al final de la primera etapa.

25. 8.- Procedimiento para la producción de una solución de nitrato de aluminio con reducido con-



- 6 FEB.

tenido en hierro, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 24 hojas escritas a máquina por una sola cara.

26 FEB 1933

Madrid

ALLIED CHEMICAL CORPORATION.

GENEVE  
N. Y. ... Rules