

P.- 42.113

369091

Nº 80267
U.S.Ser. Nº 537.011
Case 1440 D
Div. Of Appln. 366.375

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I.P.C.	
CLASE CO8	CO1
SUBCLASE F	F

Memoria descriptiva



5 JUL 1969

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de NALCO CHEMICAL COMPANY

entidad / de nacionalidad norteamericana

con domicilio en 180 North Michigan Avenue, Chicago, Illinois, Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA EL MEZCLADO DE ALMIDON Y UN POLIMERO POLIACRILICO" (Clase Internacional CO1f CO8f)



El presente invento concierne a un método mejorado de fabricar alúmina.

El procedimiento utilizado más ampliamente para la fabricación de alúmina es el procedimiento Bayer.

5 En sus aspectos más generales, este método se lleva a cabo casi exclusivamente en solución acuosa, y se logra por reacción de bauxita y una base fuerte tal como sosa caústica o cal en autoclaves calentados con vapor de --

10 agua con lo que la alúmina es transformada a una forma de aluminato soluble. En esta operación, resulta o se libera desde la bauxita una cantidad considerable de impurezas insolubles, los cuales desechos deben ser separados del constituyente deseado de alúmina. Estos residuos conocidos normalmente como lodos rojos incluyen óxidos --

15 de hierro, aluminosilicato de sodio, óxido de titanio y otros materiales. Generalmente, estos lodos aparecen en forma de partículas muy finas que son difíciles de separar. Además, los lodos rojos, que constituyen usualmente aproximadamente 5 a 30% en peso del mineral, deben ser --

20 separados con rapidez y nitidez desde el líquido de alúmina solubilizada con el fin de hacer económicamente eficaz a esta operación particular. Si la velocidad de separación es demasiado lenta, disminuye materialmente el --

25 rendimiento y se perjudica la eficacia global del procedimiento. Similarmente, si la separación no es nítida, la alúmina resultante en la forma de aluminato es algo --

30 cruda y es indeseable para un cierto número de utilidades finales. Las impurezas insolubles presentes en la alúmina como material persistente del procedimiento de --

fabricación tienden a añadir material no activo extraño --



5 en los medios específicos, tales como agua, que son tra-
tados con aluminato para una variedad de finalidades. -
Por ejemplo, un aluminato de sodio de baja calidad que
contiene cantidades relativamente grandes de impurezas -
de lodo, cuando se utiliza para tratar agua, da como --
resultado una situación de tendencia aumentada a formar
masas de lodo como resultado directo de las impurezas -
insolubles presentes, las cuales masas tienden a ensuciar
el equipo de alimentación. También, si el aluminato de
10 sodio crudo contiene cantidades sustanciales de impure--
zas en forma de una mezcla, los problemas de silución son
bastante difíciles de superar si el aluminato es alimen-
tado en la forma de un sólido.

15 Un método de superar los anteriores problemas,
y de acelerar materialmente la separación de lodos rojos
desde alúmina, así como de efectuar una separación más -
nítida, de los constituyentes, está descrito en la pa-
tente USA 3.390.959 de la firma solicitante. Aunque los
aditivos allí descritos ayudan grandemente a aumentar -
20 la eficacia de la operación de sedimentación, sería be-
neficiado si estuviese disponible un tratamiento incluso
más eficaz.

25 De acuerdo con el invento, se ha descubierto -
una mejora en el procedimiento Bayer de preparar alúmina
a partir de bauxita. El procedimiento Bayer incluye de -
modo general las operaciones de digerir bauxita en solu-
ción acuosa y a temperatura elevada, usualmente bajo pre-
sión de vapor de agua con una sustancia fuertemente bási-
ca para solubilizar la alúmina contenida en el mineral. -
30 El líquido de alúmina es separado a continuación de las



impurezas insolubles en agua del mineral de bauxita, -
que son los residuos insolubles en agua que quedan des-
pués de reacción entre el mineral de bauxita y el mate-
rial básico utilizado para digerir el mineral. Las impu-
5 rezas incluyen materiales originalmente presentes en el
mineral así como productos de reacción insolubles proce-
dentes de la operación de digestión. El líquido de alu-
minato es filtrado a continuación y precipita alúmina -
en forma relativamente pura a partir del filtrado como
10 un sólido trihidratado. La fase líquida remanente, o lí-
quido agotado, es devuelta a la operación de digestión
inicial y es empleada como agente digestor de mineral -
adicional después de ser reconstituída con base adicio-
nal. Generalmente, el líquido arrastrado con los lodos -
15 rojos es lixiviado de éstos con agua, y el líquido re--
sultante es también utilizado de nuevo.

Las impurezas antes descritas citadas de modo
genérico como lodos rojos, deberán ser separadas del lí-
quido de aluminato con una velocidad relativamente rápi-
20 da para hacer eficaz el procedimiento Bayer global. Tam-
bién, la separación propiamente dicha deberá ser nítida
y completa con cantidades solo mínimas de residuo de lo-
do rojo que quedan como una fase dispersada en el líqui-
do de alúmina solubilizada.

25 En el procedimiento antes descrito, la mejora
que constituye la base del invento estriba en la adición
a la bauxita digerida que contiene alúmina solubilizada
e impurezas de al menos de 0,1% en peso, basado en el --
peso de las impurezas, de almidón y de un polímero polia
30 crílico, siendo la proporción de dicho almidón a dicho -



5 polímero desde 10:1 a 200:1, teniendo dicho polímero -
 un peso molecular de al menos 50.000, y conteniendo di-
 cho polímero al menos 80% de radicales recurrentes se-
 leccionados de ácido acrílico y sus sales. Este trata-
 miento aumenta sustancialmente la velocidad de separa-
 ción de lodos rojos dispersados desde alúmina o sal de
 aluminato solubilizada.

10 El polímero puede ser un homopolímero que -
 comprende poli(ácido acrílico) o sales de poli(ácido -
 acrílico), o un copolímero o terpolímero o polímero de
 más componentes, en que el menos 80% de la estructura -
 del polímero está constituida por grupos de ácido acrí-
 lico o de sal de ácido acrílico. La (poli sal de acrilato)
 puede ser una sal de un metal alcalino, de un metal
 15 alcalino-térreo o de amonio.

Además de los homopolímeros de poli(ácido --
 acrílico) o de poli(sales de acrilato), otra especie -
 preferida es un copolímero soluble en agua derivado de -
 copolimerización de una mezcla de monómeros que contiene
 20 80 a 99% en peso de ácido acrílico o de sal de acrilato
 y, más preferiblemente, sal de acrilato de metal al-
 calino, y 1 a 20% en peso de un monómero adicional y di-
 ferente que comprende un compuesto polimerizable etile-
 nicamente insaturado que contiene un grupo hidrófilo -
 25 en una cadena lateral unida a la estructura de hidrocarburo
 insaturado.

Los polímeros tienen un peso molecular supe-
 rior a 50.000, y más preferiblemente superior a 100.000.
 Polímeros aditivos excelentes tienen pesos moleculares
 30 incluso tal altos como de 10.000.000.



Una amplia variedad de uno o más monómeros --
diferentes pueden ser copolimerizados o terpolimerizados
en cantidades hasta de aproximadamente 20% con ácido --
acrílico o con sus sales. Comonómeros típicos incluyen
5 acrilamida, metacrilamida, acrilonitrilo, los ésteres -
de alcohol inferior de los ácidos acrílico y metacrí-
lico, vinil metil éter, sales de ácido metacrílico, an-
hídrido maleico y sus sales, acetato de isopropenilo, -
ácido itacónico, acetato de vinilo, alfa-metil estireno,
10 estireno, ácido fumárico, ácido aconítico, ácido citra-
cónico, amidas de cualquiera de los precedentes ácidos,
derivados de metal alcalino (por ejemplo de sodio, pota-
sio y litio), y derivados de metal alcalino-térreo (por
ejemplo, de magnesio, calcio, bario y estroncio), y sa-
15 les de amonio de cualquiera de los anteriores ácidos mo-
nómicos u otros, los ésteres de alcohol parciales, y
amidas y sales de diversos ácidos policarboxílicos, vi-
niltolueno, clorcestireno, cloruro de vinilo, formiato -
de vinilo, etileno, propileno, isobutileno, etc. De los
20 monómeros que se acaban de mencionar, materiales grande-
mente preferidos entre estos contienen un grupo hidrófi-
lo en una cadena lateral del grupo hidrocarbonado etilé-
nicamente insaturado..Los monómeros que no contienen di-
cho grupo solubilizador hidrófilo deberán ser utilizados
25 en cantidades menores, por ejemplo de aproximadamente 1
a 5% en peso, basado en el peso total del monómero pre-
sente.

Todavía otras sustancias monoméricas que pue-
den ser empleadas en unión con el constituyente de ácido
30 acrílico o de sal de ácido acrílico, incluyen materiales



tales como acrilato de sulfoetilo, acrilato de carboxi-
letilo, fosfonato de dietilvinilo, ácido crotónico o sus
sales, vinil sulfonato o sus sales, alcohol vinílico e
hidrocarburos vinil arílicos que contienen grupos solu-
bilizadores tales como sulfonatos, etc.

El segundo componente de las composiciones -
del invento es almidón. Este material es bien conocido,
y necesita poca elaboración. Se pueden emplear materia-
les de almidón, tales como almidones o féculas de pata-
ta, maiz, tapioca, y otros almidones fácilmente disponi-
bles así como derivados de almidón sintéticos. Para ob-
tener los mejores resultados, el tratamiento combinado -
deberá comprender una proporción de almidón a polímero -
que oscile entre 10:1 y 200:1, siendo una proporción -
preferida la de al menos 50:1.

Las composiciones del invento son utilizadas -
añadiendo simplemente estos aditivos, separadamente en
cualquier sucesión o en combinación, al mineral de bau-
xita digerido que contiene alúmina solubilizada y resi-
duos de lodos rojos dispersados por todo el líquido de -
aluminato, en una cantidad al menos suficiente para ace-
lerrar la separación de los sólidos dispersados de lodos
rojos desde la fase líquida. Generalmente, para obtener
los mejores resultados, de deberá emplear al menos apro-
ximadamente 0,1% en peso de producto químico combinado,
basado en el residuo de lodos rojos o de productos insol-
ubles. Más preferiblemente, se añade al menos 0,2% en -
peso de productos químicos al fluido saliente del diges-
tor para efectuar una rápida separación. De la manera --
más preferible se añade 0,2% a aproximadamente 10% en -



peso de producto químico. Se sobreentiende que se pueden emplear cantidades mayores que el máximo que se acaba - de indicar sin apartarse del alcance del invento, aunque generalmente se alcanza un punto en el cual cantidades adicionales de producto químico no mejoran la velocidad de separación con relación a las velocidades máximas ya alcanzadas. Así, es antieconómico utilizar cantidades -

5

Con el fin de determinar la eficacia de las - composiciones del invento que aumentan materialmente la velocidad de separación de materiales insolubles de lodos rojos desde el líquido de aluminato, se desarrolló el - siguiente procedimiento de ensayo. Este método de ensayo se desarrolló para satisfacer condiciones industria-

10

15

les típicas, particularmente con respecto a la operación en que el fluido saliente digerido es tratado con producto químico para facilitar la separación de materiales insolubles. Con el fin de preparar los medios de ensayo, un mineral digerido fué preparado de la siguiente manera. Se produjo una suspensión de 593 g de mineral, 15 g de hidróxido de calcio y 4750 ml de un líquido residual agotado industrial. El líquido residual agotado era una solución acuosa de cenizas de sosa, productos caústicos, aluminato y silicato de sodio. Los anteriores materiales fueron añadidos a un autoclave con vapor de agua equipa-

20

25

do con un agitador de paletas de turbina (800 a 1000 -- rpm). El aire fue desplazado del autoclave poniendo bajo presión tres veces a 14 kg/cm² alternativamente con nitrógeno seguido por ventilación. El contenido del autoclave fue calentado a 200°C, después de un tiempo de

30



caldeo de 0,5 horas. Se obtuvo entonces una presión de vapor en equilibrio de 11,2 a 14 kg/cm². La temperatura de digestión fué mantenida durante 0,5 horas, el contenido fue evaporado súbitamente hacia la atmósfera y el fluido saliente del digestor resultante fué diluído con agua hirviente hasta un volumen total de 6 litros. Este material empleado como medio de ensayo fue almacenado a continuación con agitación a 99°C.

Los ensayos de separación se llevaron a cabo de la siguiente manera. Un recipiente graduado de vidrio Pyrex de 500 ml, con una parte superior biselada para acomodar un tapón, fue marcada en intervalos de 25 mm. El recipiente graduado fue previamente calentado a 93°C. A continuación se añadieron 10 a 20 ml de líquido de tratamiento disuelto, en cualquier concentración de dosificación deseada, al recipiente graduado, que contenía 500 ml del fluido saliente de digestión. El recipiente graduado fué tapado y fue invertido para mezclar el contenido. Después fue colocado en un horno con una pared de vidrio, y fue mantenido a 93°C. Se introdujo un agitador que giraba a 1 rpm. y se vigiló la velocidad de separación por medición visual. Específicamente, esta medición se efectuó vigilando la superficie de contacto de sólido y líquido y midiendo la caída de esta superficie de contacto en mm por minuto. Este dato fue convertidor a continuación en una velocidad de separación de materiales insolubles de lodos rojos desde líquido transparente en términos de metros por hora. La tabla I siguiente muestra los resultados obtenidos con un tratamiento combinado de almidón y poli(acri-

3 JUL



lato sódico) con respecto al rendimiento en el ensayo antes descrito. En estos experimentos, la adición de polímero fue seguida por tratamiento con almidón.

TABLA I

Producto químico	Dosificación de producto químico, %	Velocidad de separación, m/hora.
1) Almidón	0,3	2,7
2) Poli(acrilato sódico)	0,006	2,1
3) Almidón + poli(acrilato sódico) (proporción en peso 50:1)	0,306	7,5
4) Almidón	0,3	2,7
5) Poli(acrilato sódico)	0,0015	0,3
6) Almidón + poli(acrilato sódico) (proporción en peso 100:1)	0,3015	4,2
7) Almidón	0,003	0,9
8) Poli(acrilato sódico)	0,3	2,7
9) Almidón +(Poli(acrilato sódico) (proporción en peso 100:1)	0,303	5,4
10) Almidón	0,3	2,7
11) Poli(acrilato sódico)	0,0045	1,5
12) Almidón + poli(acrilato sódico) (Proporción en peso 66:1)	0,3045	6,6

25

Tal como resulta claramente evidente a partir de la tabla anterior, el tratamiento combinado proporciona más que un mero resultado aditivo. Se observó en todos los casos un sorprendente aumento de eficacia del procedimiento en términos de velocidades de separación enormemente aumentadas.

30

Se sinterizaron un número de copolímeros de ácido acrílico o de sales acrílicas, que contenían una



variedad de otros monómeros, y se ensayaron también, en unión con almidón, en cuanto a la actividad para favorecer la separación entre los productos insolubles de lodos rojos y el líquido de aluminato transparente. En cada caso, se observaron excelentes resultados.

Era sorprendente observar que una gran variedad de polímeros distintos de los materiales antes descritos, tanto del tipo de adición como de polímeros de condensación e interpolímeros, tenían, poca o ninguna actividad para aumentar la velocidad de separación de residuos de lodos rojos desde líquidos de aluminato, ya se empleasen para beneficiar adicionalmente el tratamiento con almidón o se utilizasen solos. Las siguientes sustancias no tenían mayor actividad que un ensayo testigo que no implicaba adición de producto químico, y en algunos casos el polímero añadido disminuía en realidad la velocidad de separación de impurezas de lodos rojos comparado con experimentos testigo. Experimentos testigo que no implicaban el beneficio de la adición de los productos químicos del invento tenían generalmente una velocidad de separación menor de 3 cm por hora. Los siguientes polímeros exhibieron aproximadamente la misma velocidad de separación o incluso retardaron la separación inherente de impurezas de lodos rojos insolubles en agua dispersadas desde la fase líquida. Unos pocos de los polímeros insatisfactorios ensayados incluyen poli(alcohol vinílico), poli(óxido de etileno), poliacrilamida, polivinilpirrolidona, poli(hidróxido de estireno - trimetilamonio), poli(metacrilato de dimetil aminoetilo), copolímero de dialilamina y acrilamida, polietilenimina,

3 JUN 1969



5 poliviniltolueno sulfonato, copolímero de polivinil pí-
rrolidona y alcohol vinílico, el aducto con bisulfito de
pliacroleina, copolímero de metacrilato de dimetilamino-
y acrilamida, poliaminas con diferentes pesos de polímero,
compuestos policuaternarios de diversos pesos molecula-
res, copolímero de 5% de acrilato de sodio y 95% de acri-
lamida, copolímero 50-50 de acrilato de sodio y acri-
lamida, y copolímero de vinil metil éter y anhídrido malei-
co, y otros.

10 Desde luego, se sobreentiende que mezclas de -
diferentes homopolímeros y copolímeros del invento tal -
como se definen anteriormente, pueden emplearse con igual
éxito. Similarmente, se pueden añadir otros materiales -
junto con los polímeros satisfactorios. Estos productos -
15 químicos auxiliares pueden ser añadidos como agentes au-
xiliares de dispersión, extendedores, antiespumantes, --
etc. Se prefiere que tanto el almidón como los polímeros
e interpolímeros del invento sean añadidos en forma de -
soluciones acuosas con el fin de asegurar la fácil diso-
lución del aditivo dentro de las suspensiones de mineral
20 del digestor.

25 El término "polímero" tal como se utiliza aquí
se entiende que incluye homopolímeros, copolímeros e in-
terpolímeros de ácido acrílico o de sales de acrilato de
acuerdo con los límites del invento antes definidos.

28-6-69

3 JUL.



- REIVINDICACIONES -

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:

5

1:- Un procedimiento para el mezclador de almidón y un polímero poliacrílico, útil en la preparación de alúmina a partir de bauxita, caracterizado porque la proporción de dicho almidón a dicho polímero va desde 10:1 hasta 200:1 teniendo dicho polímero un peso molecular de al menos 50.000, conteniendo al menos 80% de radicales recurrentes seleccionados de ácido acrílico y de sus sales.

10

2.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado porque dicho polímero es un homopolímero seleccionado de poli(ácido acrílico) y sus sales.

15

3.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado porque dicho polímero es un copolímero soluble en agua derivado de copolimerización de 80-99% en peso de un acrilato de metal alcalino y de 1 a 20% en peso de un monómero adicional y diferente que tiene un compuesto polimerizable etilénicamente insaturado que contiene un grupo hidrófilo en una cadena lateral.

20

28-6-69

3 JUL 

369091

4.- El procedimiento de las reivindicaciones 1, 2 ó 3, caracterizado porque dicho polímero es poliacrilato de sodio.

5 5.- El procedimiento de las reivindicaciones 1, 3 ó 4, caracterizado porque el polímero es un copolímero derivado de copolimerización de acrilato de sodio y acrilamida.

10 6.- El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la proporción de dicho almidón a dicho polímero es al menos de - 50:1.

7.- Un procedimiento para el mezclado de almidón y un polímero poliacrílico.


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

Esta Memoria consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

3 JUL 1969

Madrid,

P.A.


Asesor de Labor
Por Poder.

28-6-69/RTA.-