

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE 601
SUBCLASE F



P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N **383684**

por "PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR SULFATOS BASICOS E HIDRATOS DE ALUMINIO", a favor de DON WENCESLAO X. LOPEZ MARTIN DEL CAMPO, de nacionalidad mejicana, domiciliado en la calle Mineral de Sirena nº 5, Lomas de Marfil, Guanajuato, Gto., México.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de sulfatos básicos e hidratos de aluminio mediante el tratamiento sucesivo con amoníaco y anhídrido sulfuroso gaseoso y ácido sulfúrico, de minerales tales como alunita, aluminita, variscita y wavelita.

El procedimiento de la presente invención consiste en las siguientes fases o pasos; calcinar el mineral quebrado y clasificado a su temperatura de deshidroxilación el tiempo necesario para que pierda toda el agua de combinación.

10. Logrado ésto se muele el mineral, si es necesario, hasta un

383684



tamaño suficiente para mantenerlo en suspensión acuosa.

Al material así preparado se le agrega suficiente agua para formar una suspensión de fácil manejo. Se calienta

5. la suspensión hasta la temperatura de ebullición y se burbujea a través de ella amoníaco gaseoso, en forma lo más uniforme posible y con libre desprendimiento de burbujas del amoníaco no combinado que en estas condiciones es prácticamente insoluble en agua y el cual vuelve a recircularse. La operación puede hacerse en uno o varios pasos, pero continuándose el burbujeo de amoníaco hasta que los sulfatos o fosfatos que contiene el mineral queden en solución acuosa. El amoníaco gaseoso corresponde a la cantidad estequiométrica, teóricamente requerida para la reacción, más un exceso que pueda ser variable según convenga desde el punto de vista económico y de operación.

15. Una vez terminado el tratamiento de la suspensión con el amoníaco gaseoso, se filtra la solución y se lava la torta que queda como residuo en el medio filtrante, el cual contiene todo el aluminio originalmente presente, en el mineral generalmente como alúmina hidratada o hidróxido, hasta eliminar lo más que sea posible los sulfatos o fosfatos solubles.

20. El licor filtrado se evapora hasta cristalización de los sulfatos o fosfatos, o bien sirve como base para la obtención de fertilizantes ajustando su composición a la fórmula y forma final que convenga.

Al residuo de la extracción anterior y el cual

383684



- contiene todo el aluminio del mineral sometido al proceso, se le agrega agua para formar por agitación una suspensión uniforme, la cual se calienta a una temperatura inferior a la de ebullición y a continuación se burbujea a través de
5. ella dióxido de azufre, permitiendo el libre desprendimiento de las burbujas del gas que no ha reaccionado o no se ha disuelto en el agua el cual se recircula, hasta que el anhídrido sulfuroso se combine con la alúmina hidratada o el hidróxido de aluminio en presencia de agua para formar
10. sulfito de aluminio soluble, con una concentración de aluminio variable. Se filtra o se decanta la suspensión así tratado obteniendo una solución clara que lleva la mayor parte del aluminio en forma de sulfito ácido soluble. La extracción señalada del aluminio en forma de sulfito puede
15. hacerse en una o en varias etapas:

- La solución obtenida de sulfito de aluminio puede emplearse posteriormente sin modificación alguna, como se verá más adelante, o bien se puede llevar hasta ebullición con lo que se descompone este sulfito con desprendimiento
20. de anhídrido sulfuroso el cual vuelve a emplearse en el procedimiento y precipitándose una mezcla de sulfitos básicos de aluminio e hidróxidos o alúminas hidratadas; este precipitado se filtra o se decanta y se lava para ser empleado en la fase final del procedimiento.

25. El residuo que queda de separar por filtración o decantación la solución de sulfito y que contiene el aluminio restante del presente en el mineral, parte del cual



383684

- se encuentra en forma de sulfito, se trata con la cantidad de ácido sulfúrico y de agua necesarios para convertir todo el aluminio presente en sulfato de aluminio soluble y obtener una solución del mismo cuya concentración de aluminio es variable. Se opera a la temperatura de ebullición, con lo que se desprende todo el anhídrido sulfuroso correspondiente a los sulfitos, el que vuelve a emplearse en el procedimiento. La mezcla final se filtra o se decanta lavando la torta con lo que se obtiene una solución de sulfato de aluminio.
- 5.
- 10.

- Finalmente la solución de sulfato de aluminio se calienta hasta la temperatura de ebullición, agregando a la misma la mezcla de sulfitos básicos e hidratos de aluminio antes mencionada o bien la solución de sulfito si ésta no hubiese sido descompuesta, agitando enérgicamente esta suspensión, con lo cual se descompone el sulfito básico o el sulfito de aluminio con desprendimiento de anhídrido sulfuroso que vuelve a emplearse en el procedimiento y formando con el sulfato de aluminio presente un sulfato básico el cual precipita en forma de polvo blanco insoluble el que se filtra y lava para obtener en esta forma los sulfatos básicos de aluminio de alta pureza insolubles en agua, mezclado con hidróxidos o alúminas hidratadas y quedando en la solución las impurezas solubles en medio ácido que acompañan al mineral tales como el fierro y otros.
- 15.
- 20.
- 25.



383684

ANTECEDENTES

Es preciso señalar el hecho de que todos los procedimientos conocidos del arte anterior referentes a la obtención de sulfato de potasio y sulfato de amonio a partir de

5. las alunitas, tales como los descritos en:

Publicación "La alunita"

Ruvirosa N. Y. México (1966)

Publicada por el Fideicomiso de Minerales no Metálicos.

10.

Que es un compendio de las patentes y publicaciones mundiales de 1910 a 1964, sobre el tratamiento de alunitas.

B-86 Tanaka H.

U. S. 1,850,038 (1932)

15.

B-87 Lixiviación de alunitas con solución amoniacal y ácido sulfúrico.

Sun Ch.

J. Chem. ENG (CHINA) 2,117 - 27 (1935)

20.

B-88 INVESTIGACIONES RECIENTES EN EL EMPLEO DE ALUNITA EN LA PRODUCCION DE ALUMINA.

LABUTIN G.V. Y CULTIVOIN S.G.

LAGKLE METAL 5, Núm. 10,41 - (1936)

B-89 RECUPERACION DE ALUMINA Y FERTILIZANTE DE ALUNITA CHINA.

25.

HOHRST G. Y WANG H.

J. CHEM? ENG. CHINA 4-234 - 47 (1937)

B-90 SEPARACION DE SULFATO DE POTASIO Y SUL-

383684



FATO DE AMONIO A PARTIR DE ALUNITA.

LIUF.

J. CHEM. ENG. (CHINA) 4 - 37 - 40 (1937)

B-93 ALUNITA COMO MATERIA PRIMA PARA OBTENER

5. SULFATO DE POTASIO, SULFATO DE AMONIO Y ALUMINIO.

CHANG K., LIUF. y CHOW R.

H. CHEM. ENG. (CHINA) 15,86-96 (1948)

MODIFICACION DEL PROCESO KALUNITE PARA LA
PRODUCCION DE ALUMINA.

10. FLEISCHER, A.

Con permiso del Departamento de Comercio de
Los Estados Unidos de Norteamérica de la Ka-
lunita, Inc.

East. Alton Ill.

15. Todos estos procedimientos coinciden en el empleo
de soluciones acuosas de amoniaco o sea el hidró-
xido de amonio para tratar el mineral alunita calcinado, en
concentraciones que fluctúan del 5% al 50% de hidróxido de
amonio y exceso de éste con respecto a la cantidad teóri-
ca requerida por el mineral de 250% o más, operando a tem-
20. peraturas que varían de la ambiente hasta la de 100°C en
depósito cerrado.

También es necesario señalar que en estos proce-
dimientos ya conocidos, se requiere que el hidróxido de
25. amonio de la solución se difunda al interior de la par-
tícula de mineral para reaccionar con la alunita oculta
en él formando sulfato de amonio a la vez que se solubi-

383684



- liza el sulfato de potasio, la desventaja de la difusión de estos sulfatos al exterior de la partícula para entrar en solución es que entorpece la difusión del hidróxido de amonio primeramente señalada principalmente por defecto de ión común, todo esto se traduce en una reacción más lenta, la obtención de soluciones de sulfato de amonio y de sulfato de potasio diluidas con un gran contenido de hidróxido de amonio, y además de requerirse grandes excesos de hidróxido de amonio respecto de la cantidad teórica exigida por el mineral, bajo estas condiciones se hacen estos procedimientos prácticamente inaplicables a minerales de baja ley.
- 5.
- 10.

En el procedimiento correspondiente a la modificación del proceso kalunite, no se trata directamente el mineral alunita sino un sulfato básico de aluminio y potasio obtenido por hidrólisis del alumbre de potasio normal, siendo el tratamiento en la misma forma que la descrita o sea tratando el sólido con una solución de hidróxido de amonio.

15.

A diferencia de lo anteriormente conocido en el procedimiento de la presente invención se opera a manera de lograr el máximo contacto entre el amoniaco gaseoso que no forma hidróxido de amonio, y la partícula saturada con agua, difundiendo al interior de la partícula de mineral el amoniaco el cual junto con el agua y la alunita coluida en el mineral reacciona formando sulfato de amonio y solubilizando el sulfato de potasio, no existiendo por lo

20.

25.

383684



- tanto el efecto de ión común que entorpece la reacción. El exceso de amoníaco sobre la cantidad teórica requerida que puede ser tan bajo como un 10% y no permanece disuelto ya que se mantiene la suspensión a la temperatura de ebullición permitiendo su desprendimiento para ser recirculado nuevamente, este amoníaco gaseoso contribuye además a mantener las partículas en suspensión.
- 5.

- Bajo estas condiciones la reacción es total y muy rápida pues sólo se requiere de 2 a 3 minutos, la solución obtenida tiene una alta concentración de sulfatos o fosfatos, además el contenido de amoníaco en esta solución es prácticamente nulo debido a la temperatura de operación.
- 10.

- Todo lo anterior hace que este proceso sea aplicable a alunitas, aluminitas, variscitas y wavelitas con muy buenos rendimientos.
- 15.

- Por lo que se refiere al sulfato básico de aluminio no existe conocimiento previo de ninguna publicación donde se mencione algún procedimiento para obtener sulfato básico de aluminio insoluble en agua a partir de las alunitas, aluminitas, wavelitas y variscitas. Los procedimientos en los que se menciona la obtención de dichos compuestos a partir de otros minerales son los siguientes.
- 20.

- UN NUEVO PROCESO ACIDO PARA RECUPERAR ALUMINA DE ALTA PUREZA DE BAUXITAS Y MINERALES DE BAJA LEY, DESARROLLADA POR C.S.I. R.O.S. DIVISION DE QUIMICA MINERAL
- 25.

383684



T.R. SCOTT. MELBOURN AUSTRALIA.

- En este procedimiento se obtiene un sulfato básico de aluminio insoluble en medio ácido con una composición de $3\text{Al}_2\text{O}_3$ por cuatro moles de SO_3 , como paso intermedio para la producción de alúmina de alta pureza y el proceso se lleva a cabo por hidrólisis de soluciones de sulfato de aluminio obtenidas del mineral, en autoclave empleando temperaturas del orden de 220°C y altas presiones, con un rendimiento del 60% y un tiempo de reacción de 15 a 30 minutos.

En el artículo:

B-91 TRATAMIENTO DE ALUNITA CON LICORES AMONIA-
CALES Y ACIDO SULFUROSO. CHOW. J. J. CHEM. ENG.
(CHINA) 4,41-3(1937).

15. Se solubiliza la alunita calcinada con soluciones de hidróxido de amonio. La alúmina que queda en el residuo no es utilizable en la obtención de aluminio debido a las impurezas: sílice y fierro. Para aprovecharla se le trata durante cinco horas con anhídridos sulfurosos gaseoso para solubilizar el hidróxido de aluminio. Por filtración se separa una solución clara exenta casi totalmente de sílice y compuestos de fierro, la que al hervirse precipita alúmina con pocas impurezas.

25. Los procedimientos descritos difieren del de la invención, ya que en éste parte del hidrato o hidróxido de aluminio se convierte a sulfito soluble por el uso de anhídrido sulfuroso y el resto del mismo es fácil y total-

383684



- mente extraído en forma de sulfato de aluminio soluble, por el uso del ácido sulfúrico. Otra diferencia en este procedimiento, es el tratar la solución de sulfitos solubles ó el precipitado de sulfitos básicos de aluminio y
5. alúminas hidratadas con la solución de sulfato de aluminio a ebullición, haciendo que aquellas se descompongan violentamente con desprendimiento de anhídrido sulfuroso el cual vuelve a emplearse en el proceso, siendo provocada esta descomposición tanto por la temperatura como por el pH
10. ácido de la solución de sulfato, provocando la precipitación del aluminio en forma de sulfatos básicos e hidróxidos o alúminas hidratadas impidiéndose la precipitación del fierro y otras impurezas gracias al pH ácido ya señalado y el medio reductor creado por la presencia del anhídrido sulfuroso. Esta forma de operación asegura una mayor recuperación y una alta pureza de los productos, en relación a los procesos señalados que usan exclusivamente anhídrido sulfuroso o ácido sulfúrico.

- Esta substancia puede ser el producto final o
20. convertirla por calentamiento en alúmina calcinada apropiada para la metalurgia del aluminio.

INVESTIGACION DE LA REGLA DE FASES EN EL SISTEMA.

$Al_2O_3 - SO_3 - H_2O$ (región básica)

JACK L. HENRRY Y G. BROOKS KING.

25. JOURNAL, THE AMERICAN CHEMICAL SOCIETY.

En esta publicación se hace un estudio sobre sulfatos básicos de aluminio, obtenidos por reacción entre sul-

383684



fato de aluminio e hidróxido de aluminio gel, señalando tiempos de reacción mayores de 20 días.

5. Por lo que se refiere a las aluminitas, variscitas y wavelitas así como otros minerales de aluminio no se conocen ningún procedimiento que tenga relación alguna con el de esta invención. En resumen, tomando como base de que hasta la fecha de la invención no hay conocimiento de ninguna publicación conocida, considero que el procedimiento que describo y los anteriormente señalados son totalmente diferentes.

10. Ejemplo.-_1. Se tomaron 500 grs. de mineral alunita el cual había sido previamente quebrado a - 19 mm., se calcinaron en mufla eléctrica a temperatura constante de 680°C durante 60 minutos, logrando con esto la deshidroxilación total del mineral. El mineral calcinado se molió a malla - 28 tyler introduciéndolo con 1500 cc. de agua en un matríz de tres bocas provisto de agitador, se llevó a ebullición la suspensión formada, burbujeando amoniaco gaseoso en el seno de la misma a través de un dispositivo con varios orificios de salida. Se mantuvo el burbujeo del amoniaco gaseoso con libre desprendimiento del mismo durante 3 minutos, continuando la agitación a la temperatura de ebullición durante 20 minutos sin alimentar más amoniaco. La suspensión así tratada se filtró y lavó recuperándose un 94% del potasio presente en el mineral.

25. La torta de filtrado se puso en suspensión acuosa con 1500 cc. de agua en un matríz de tres bocas con



383684

- agitador; se burbujeo anhídrido sulfuroso durante 90 minutos con desprendimiento libre del mismo. Se filtró la suspensión así tratada, la torta obtenida se pasó al matraz de tres bocas en donde se formó una nueva suspensión
5. con 1500 cc. de agua. Se agregó sulfúrico y se llevó a ebullición hasta obtener una solución de sulfato de aluminio con un pH = 2, permitiendo el libre desprendimiento del anhídrido sulfuroso proveniente de la descomposición de los sulfitos; la suspensión se filtró quedando una
10. torta con un bajo contenido de aluminio y potasio.

- En un matraz de tres bocas se mezclaron las soluciones obtenidas de tratamiento con SO_2 y sulfúrico, se llevaron a ebullición manteniendo una agitación enérgica, hasta que no hubo desprendimiento de SO_2 , obteniéndose
15. una suspensión con un precipitado blanco de sulfatos básicos de aluminio e hidróxidos o alúminas hidratadas.

- Se filtró y lavó el precipitado obtenido una recuperación del orden de 92% del aluminio de la alunita, quedando en la solución filtrada el fierro y otras impurezas solubles en medio ácido.
- 20.

Ejemplo 2.- Se procedió de la misma manera que se describió en el ejemplo 1 con las siguientes diferencias.

- La solución filtrada del tratamiento con SO_2 se
25. llevó a ebullición hasta la precipitación practicamente total del aluminio contenido en la misma, se filtró y lavó el precipitado el cual se torna a un color café rojizo por



383684

el fierro que mantiene retenido. Este filtrado lo constituye una mezcla de sulfitos e hidróxidos de aluminio e alúminas hidratadas.

- El precipitado obtenido se trató con la solución
5. de sulfato de aluminio obtenida como se describió en el Ejemplo 1, llevando esta suspensión formada a la temperatura de ebullición el tiempo necesario para que se desprenda todo el SO_2 de los sulfitos básicos formándose un precipitado blanco de sulfatos básicos de aluminio e hidróxidos
10. o alúminas hidratadas, el que se filtra y lava como se indicó en el Ejemplo No. 1, quedando en la solución las impurezas. La recuperación del aluminio contenido en la alúmina fue de un orden 90%.

- Ejemplo 3.- Se procedió como en el ejemplo 1
15. con las siguientes diferencias.

- El filtrado obtenido del tratamiento con SO_2 se le agregaron 40 cc de ácido sulfúrico concentrado y se llevó a ebullición hasta el desprendimiento total del SO_2 , formándose el precipitado blanco de sulfatos básicos e hidróxidos
20. o alúminas hidratadas el cual se filtró y lavó quedando en el líquido filtrado las impurezas.

- En este ejemplo no se obtuvo separadamente la solución de sulfato de aluminio señalada en los ejemplos 1 y 2, bajando la recuperación de Al debido al que quedó
25. sin solubilizar en el residuo.

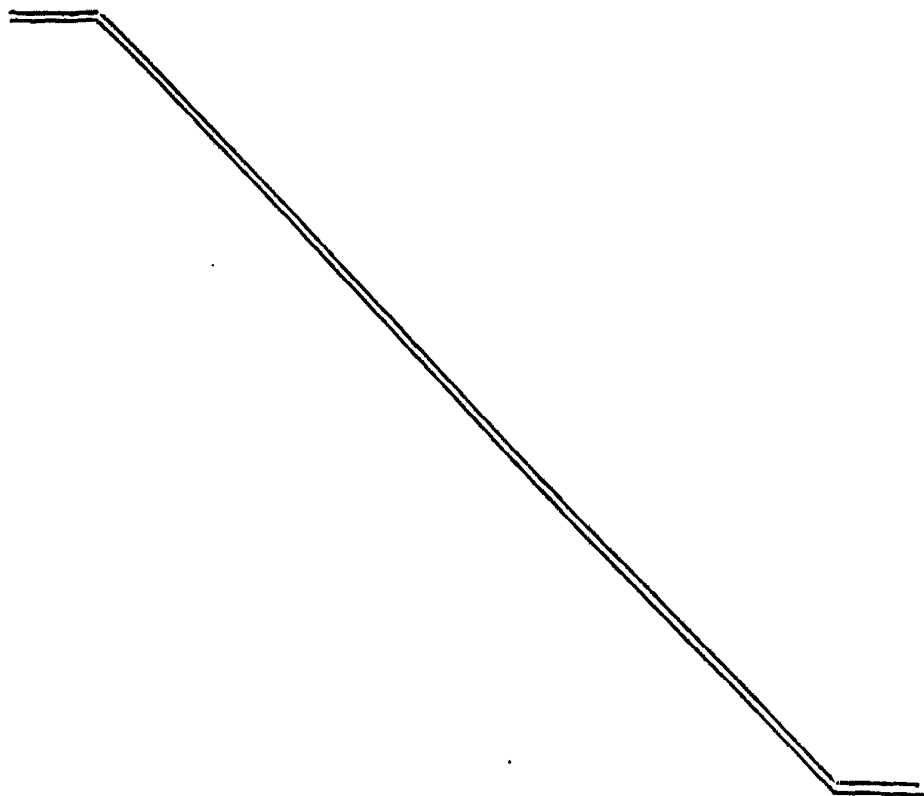
= 14 =



383684

Las anteriores descripciones se han dado solamente para mayor claridad y entendimiento y no debe entenderse que representen limitaciones al proceso o a la invención y los puntos que se reclaman en propiedad deben aceptarse con la mayor amplitud posible.

= . =





383684

N. O T A

Se hace constar que esta solicitud se acoge a la prioridad de la solicitud de patente mejicana nº 113.875 depositada el 17 de Septiembre de 1969 (posteriormente concedida con el nº 103.271), y que se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:

5. 1.- Procedimiento para producir sulfatos básicos e hidratos de aluminio, sustancialmente desprovistas de impurezas, con producción colateral de sulfatos de amonio y potasio o de fosfatos de amonio, susceptibles de usos agrícolas e industriales, caracterizado porque a partir de un mineral de alunita, aluminita, wavelita o variscita, se conduce el procedimiento que incluye los pasos de deshidroxilar el citado material de partida, para eliminar sustancialmente el agua de combinación del sulfato básico o fosfato de aluminio presente en dicho mineral y convertido en un compuesto capaz de reaccionar tanto con ácidos como con bases débiles o fuertes; formar con el mineral así tratado, una suspensión acuosa; burbujear al través de tal suspensión amoniacal gaseoso, mientras se mantiene la temperatura de ebullición, con lo que se forma sulfato de amonio, sulfato de potasio o fosfato de amo-
- 10.
- 15.
- 20.

fy.

383684



- nio, según el material de partida, que se disuelven en el agua de la suspensión a la vez que se forman óxidos de aluminio hidratados y/o hidróxido de aluminio, capaces de reaccionar con ácidos débiles y fuertes, que permanecen en suspensión;
5. separar la solución de sulfatos o fosfatos, de los sólidos que contienen los óxidos de aluminio hidratados (alúminas hidratadas) con un posible residuo, esa solución como tal o cristales de ella obtenidos por evaporación, constituyen los productos laterales de uso agrícola e industrial;
 10. los sólidos que contienen los óxidos de aluminio hidratados, en suspensión acuosa y burbujear al través de ésta anhídrido sulfuroso gaseoso, que al reaccionar con el agua y los óxidos de aluminio hidratados (aluminas), forma sulfito ácido de aluminio soluble; separar la solución de sulfito ácido de aluminio formada de los sólidos que aún contenga, reservando dicha solución para tratamiento posterior; llevar a suspensión acuosa los sólidos que quedan después de la separación, que contienen óxidos de aluminio hidratados (alúminas hidratadas) sin reaccionar y generalmente también sulfitos de aluminio;
 15. tratar con ácido sulfúrico esta suspensión, para formar con los compuestos de aluminio presentes, sulfatos de aluminio solubles; separar la solución de sulfatos de aluminio de los sólidos que aún queden en la suspensión y que así pasan a constituir el residuo final; mezclar la solución ácida de sulfito de aluminio previamente reservada con la solución de sulfato de alu
 - 20.
 - 25.

[Handwritten signature]



383684

- minio, hirviendo después la solución compuesta para producir una mezcla de sulfato básico de aluminio y óxidos de aluminio hidratados (aluminas hidratadas) e hidróxido de aluminio con desprendimiento de anhídrido sulfuroso; separar por
5. filtración la mezcla de sulfatos de aluminio y óxidos de aluminio hidratados (alúminas hidratadas) como el producto final deseado, eventualmente en presencia de una atmósfera inerte de dióxido de carbono o de nitrógeno y lavar con agua que contiene un agente reductor de preferencia sulfito de amonio.
10. 2.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual el mineral se deshidroxila preferentemente por calcinación controlada.
- 3.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual el mineral deshidroxilado se le agrega agua o soluciones acuosas que pueden provenir preferentemente de las aguas de lavado del residuo del tratamiento con amoniacó, para formar una suspensión uniforme con una relación sólido-líquido que puede ser variable.
15. 4.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual a la suspensión de mineral deshidroxilado se le burbujea amoniacó gaseoso, manteniendo una temperatura inferior a la de ebullición.
20. 5.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual la suspensión acuosa del mineral deshidroxilado se lleva a ebullición a la presión que convenga,
- 25.

[Handwritten signature]



383684

burbujeándole amoníaco gaseoso.

5. 6.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual la suspensión acuosa del mineral deshidroxilado se lleva a ebullición a una presión preferentemente inferior a la atmosférica, burbujeándole amoníaco gaseoso.

10. 7.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual el burbujeo de amoníaco gaseoso se prolonga hasta que haya reaccionado con la mayor cantidad posible de sulfatos contenidos en el mineral.

8.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual la cantidad de amoníaco gaseoso que se burbujea es igual al requerido por la reacción más el que queda en solución y un exceso adicional que puede ser variable.

15. 9.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual el burbujeo de amoníaco gaseoso se efectúa de manera que se permita el libre desprendimiento del mismo que no se ha combinado con el mineral o no se ha disuelto, para burbujearse nuevamente en la suspensión.

20. 10.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1 con arreglo al cual el tratamiento con amoníaco gaseoso puede llevarse a cabo en una o en varias etapas.

25. 11.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual el residuo lavado del tratamiento con amoníaco se le agrega agua o solución acuosa que pueden prove

Handwritten signature or initials.



383684

nir preferentemente de las aguas de lavado del residuo final, para formar una suspensión uniforme con una relación sólido-líquido que puede ser variable.

5. 12.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual se burbujea anhídrido sulfuroso gaseoso a través de la suspensión para formar sulfitos de aluminio solubles a una temperatura inferior a la de ebullición.

10. 13.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual la cantidad de aluminio extraído como sulfito soluble puede ser variable.

14.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual la cantidad de aluminio extraído como sulfito soluble puede ser la total del que sea susceptible de reaccionar en presencia del anhídrido sulfuroso.

15. 15.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual el burbujeo de anhídrido sulfuroso gaseoso se efectúa de manera que se permita el libre desprendimiento del gas que no ha reaccionado o no se ha disuelto en la suspensión, para burbujearles de nuevo en ésta.

20. 16.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual la extracción del aluminio como sulfito soluble puede hacerse en una o varias etapas.

25. 17.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual el residuo proveniente del tratamiento con anhídrido sulfuroso se le agrega agua o soluciones acuosas

by.

383684



que pueden provenir preferentemente de las aguas de lavado del residuo final, para formar una suspensión uniforme con una relación sólido-líquido que puede ser variable.

5. 18.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual se agrega ácido sulfúrico a la suspensión para extraer como sulfatos solubles el aluminio presente.

10. 19.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual se agrega preferentemente la cantidad de ácido sulfúrico necesaria a la suspensión, para extraer el aluminio presente como sulfato soluble (de fórmula $Al_2(SO_4)_3$).

15. 20.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual el anhídrido sulfuroso desprendido de la reacción con el ácido sulfúrico se emplea nuevamente como recirculación para la obtención de sulfitos de aluminio solubles.

20. 21.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual se mezclan las solubles de sulfitos y sulfatos de aluminio llevándolas a ebullición el tiempo necesario para precipite la mayor cantidad posible de aluminio, en forma de sulfatos básicos de aluminio e hidróxidos o alúminas hidratadas.

25. 22.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual se trata la solución de sulfitos con

h.p.

383684



una cantidad de ácido sulfúrico adecuada para pasar parte de los sulfitos de aluminio a sulfatos y llevando la solución a la temperatura de ebullición el tiempo necesario para que precipite la mayor cantidad posible de aluminio en forma de sulfatos básicos e hidróxidos o alúminas hidratadas.

5. 23.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual la temperatura de ebullición a la cual se precipitan los sulfatos básicos de aluminio e hidróxido o alúminas hidratadas, corresponda a la presión que convenga de acuerdo con la relación de sulfitos a sulfatos.

10. 24.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual el enhidrido sulfuroso desprendido durante la precipitación de los sulfatos básicos de aluminio e hidróxido o alúminas hidratadas, se emplea nuevamente como recirculación en la obtención de la solución de sulfitos de aluminio.

15. 25.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual la filtración y lavado del precipitado de sulfatos básicos de aluminio e hidróxidos o alúminas hidratadas se realiza preferentemente en una atmósfera inerte, de dióxido de carbono o nitrógeno.

20. 26.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual la decantación y lavado del precipitado de sulfatos básicos de aluminio e hidróxido de alúminas hidratadas se realiza preferentemente en una atmósfera inerte de

Ref.

383684



dióxido de carbono o nitrógeno.

27.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual la centrifugación y lavado del precipitado de sulfatos básicos de aluminio e hidróxidos o alúminas hidratadas, se realiza preferentemente en una atmósfera inerte de dióxido de carbono o nitrógeno.

28.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, con arreglo al cual para lavar los sulfatos básicos de aluminio e hidróxidos o alúminas hidratadas se les adicionan un agente reductor soluble, preferentemente sulfito de amonio.

29.- Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la ebullición de la solución de sulfito de aluminio se realiza hasta que se logra la precipitación prácticamente total del aluminio como sulfito básico de aluminio y óxidos de aluminio hidratados (alúminas hidratadas) con desprendimiento de la mayor parte del anhídrido sulfuroso combinado.

30.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el precipitado del sulfito básico de aluminio y de hidratos de aluminio u óxidos de aluminio hidratados, obtenidos de acuerdo con la cláusula 29, se mezcla con la solución de sulfatos de aluminio, llevando la mezcla a la temperatura de ebullición con el fin de precipitar la mayor cantidad de aluminio posible en forma de sulfatos básicos de aluminio y de óxidos de aluminio hidratados (alúminas hidratadas).

Handwritten signature or initials.



383684

31.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el precipitado de sulfito de aluminio básico y de óxidos de aluminio hidratados (alúminas hidratadas) se suspenden en agua a la cual se agrega una suficiente cantidad de ácido sulfúrico para descomponer los sulfitos básicos con subsecuente calentamiento hasta ebullición con el fin de precipitar la mayor cantidad de aluminio posible en forma de sulfato básico de aluminio y de hidratos de aluminio u óxidos de aluminio hidratados (Alúminas hidratadas).

10. 32.- Procedimiento para producir sulfatos básicos e hidratos de aluminio.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 23 hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a 16 de Septiembre de 1970

WENCESLAO X. LOPEZ MARTIN DEL CAMPO

p. a.

JAIME ISERN

p. p.


Firmado: JOSE F. NIETO