



407749

PATENTE DE INVENCION

Ref: ICI CASE IM.24400/24770-SPAIN.

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la preparación de un fosfato de aluminio sólido soluble en agua.

Solicitante IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

Int. Cl.: C01B/04B

La presente invención se relaciona con un procedimiento para preparar ciertos fosfatos de aluminio, útiles como ligantes refractarios, en forma sólida, mediante secado por rociado o congelación.

5. Hasta el presente, los ligantes de aluminio



han sido proporcionados a la industria en forma sólida. Las soluciones son altamente corrosivas y, en consecuencia, requieren especiales precauciones en su manipulación y almacenamiento.

5. Ahora se ha hallado, sorprendentemente, que ciertos ligantes de fosfato de aluminio pueden proveerse en forma sólida de manipulación conveniente mediante soluciones de fosfato de aluminio secadas por rociado o congelación. El secado por rociado ha sido utilizado para el secado de soluciones de materiales inorgánicos, por ejemplo fertilizantes de fosfato de metal alcalino, pero hasta el presente no ha sido hallado aplicable para la producción de ligantes refractarios.

10. De acuerdo con la presente invención se provee un procedimiento para la preparación de un fosfato de aluminio sólido soluble en agua que comprende secar por rociado o congelación una solución que contiene iones aluminio, iones fosfato y adicionalmente los aniones de un ácido mineral (diferente a ácido fosfórico) o un ácido carboxílico, estando presentes los iones aluminio y fosfato en solución en una relación de sustancialmente 1:1.

15. La relación de iones aluminio a iones fosfato es preferiblemente casi 1:1, por ejemplo en la gama de 0,9:1 a 1,1:1, pero puede variar un poco, por ejemplo hasta un valor en la gama de 1,25:1 a 0,75:1. La relación de iones aluminio a iones fosfato permanece sin cambio en el procedimiento de secado y por consiguiente los ligantes sólidos producidos contienen iones aluminio e iones fosfato en la relación de sustancialmente 1:1. Esto es ventajoso dado que los ligantes que tienen esta forma de composición, al curarse, forman



un producto que tiene mejores propiedades refractarias que las soluciones ligantes de fosfato de aluminio ácidas anteriormente mencionadas.

5. La solución es convenientemente una solución acuosa si bien pueden utilizarse soluciones en solventes orgánicos, por ejemplo alcoholes. Si se desea, puede utilizarse una mezcla de solventes, por ejemplo una mezcla de agua y alcohol.

10. Los aniones adicionales sirven para hacer soluble al fosfato de aluminio. Sorprendentemente, por lo menos una proporción de los aniones en la solución de partida se transportan al producto secado y sirven para hacer soluble al producto.

15. Ejemplos de aniones que pueden utilizarse son aniones haluro (especialmente cloruro), nitrato, sulfato, formiato y acetato, siendo especialmente preferidos los aniones de los ácidos minerales monobásicos ya que cuando se utilizan, los productos secos formados son ligantes que son fácilmente curados a temperatura baja. Si se desea, puede utilizarse una mezcla de los aniones.

20. La proporción de aniones adicionales requerida variará dependiendo de la relación de aluminio:fosfato y el anión en particular elegido, si bien una relación de anión:aluminio de aproximadamente 1:1 generalmente es preferido en el producto. Si la relación es sustancialmente menor que esta, el producto no es fácilmente soluble, mientras que si la relación es superior a esta, las soluciones del producto se vuelven más corrosivas sin una mejora significativa compensante en la solubilidad del producto. La proporción preferida de anión puede fácilmente determinarse por simple ensayo en cualquier caso particular. Por ejemplo, cuando el anión es haluro (porción

25.

30.



- ejemplo cloruro), los productos deseablemente tienen una relación de ión haluro a ión aluminio de 0,7 a 1,2, preferiblemente 0,9 a 1,1. Dado que en el procedimiento de secado pueden perderse iones haluros (pero no iones aluminio), la relación de ión haluro a ión aluminio en la solución de partida debe ser mayor o igual a la relación deseada en el producto. Por lo tanto la solución de partida puede tener una relación de ión haluro a ión aluminio en el gama de 3:1 (o mayor) a aproximadamente 1:1. Sorprendentemente se ha hallado que, cuando la relación en la solución de partida es sustancialmente mayor a 1:1, se pierde una proporción sustancial de cloruro en el procedimiento de secado de tal manera que el producto tiene consistentemente una relación de ión haluro a ión aluminio de aproximadamente 1:1. Sin embargo, productos de esta relación también se han obtenido de la solución de partida que tiene una relación de ión haluro a ión cloruro de solamente aproximadamente 1:1.

- Como medio de ejemplo adicional, cuando el anión es el anión nitrato, los productos deseablemente tienen una concentración de ión nitrato a ión aluminio en la gama de 0,7 a 1,2, preferiblemente 0,9 a 1,1. Nuevamente la solución de partida puede, pero no necesita necesariamente, contener un exceso de los aniones.

- La solución de partida puede prepararse mediante cualquier método que asegura que están presentes los iones deseados. Por ejemplo, puede convenientemente prepararse disolviendo el fosfato de aluminio en ácido acuoso clorhídrico, bromhídrico, nítrico, fórmico, acético o sulfúrico o una mezcla de los mismos, por ejemplo disolviendo trihidrato de ortofosfato de aluminio en ácido clorhídrico acuoso. La solución



- también puede prepararse disolviendo una sal de aluminio, por ejemplo en cloruro, bromuro, nitrato, formiato, acetato o sulfato de aluminio en ácido fosfórico, especialmente ácido ortofosfórico acuoso, o mezclando una solución de dicha
5. sal con ácido ortofosfórico. Puede hallarse conveniente preparar la solución disolviendo el aluminio o compuestos de aluminio diferentes a dichas sales en una mezcla de ácido fosfórico y por lo menos uno de dichos ácidos acuosos; los óxidos y los hidróxidos de aluminio son compuestos especialmente útiles, y puede utilizarse minerales portadores de óxi
10. do de aluminio, por ejemplo aluminio-silicatos. Alternativa mente, algunas de las soluciones pueden prepararse haciendo reaccionar el fosfato de aluminio, óxido o hidróxido y una sal de aluminio y ácido clorhídrico, ácido bromhídrico, áci
15. do nítrico, ácido fórmico, ácido acético o ácido sulfúrico en solución acuosa; por ejemplo, una solución apropiada puede prepararse mezclando fosfato diácido de aluminio, $\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$, con cloruro de aluminio, AlCl_3 , y, opcionalmente, hi
20. dróxido de aluminio, $\text{Al}(\text{OH})_3$, en agua. Si se desea, pueden prepararse soluciones separadas y mezclarse. La preparación de la solución se ayuda frecuentemente por calentamiento o, en algunos casos, por ebullición, si bien condiciones que re
25. sultan en la precipitación de un fosfato de aluminio insoluble deben ciertamente evitarse.
- La concentración total de iones en solución no es crí
30. tica pero, por razones de economía, será generalmente elevada. Por lo tanto, por ejemplo, la solución utilizada puede tener un contenido de sólidos en la gama de 20 a 50 % en peso, o aún superior si es posible. En algunos casos, puede preferirse utilizar una solución de partida relativamente di



luida como, por ejemplo, cuando uno de los materiales originarios (por ejemplo ácido clorhídrico) es más fácilmente acequible en la forma de una solución diluida.

5. Las propiedades de la solución pueden modificarse mediante técnicas conocidas para mejorar la utilidad de soluciones para secado por rociado. Así uno o más de los aditivos conocidos que ayudan en la operación de secado por rociado pueden incluirse en la solución siempre que no reaccionen perjudicialmente con otros componentes de la solución. Por
10. ejemplo, pueden incluirse aditivos en la solución para modificar su viscosidad y/o tensión superficial de manera deseada. Similarmente puede incluirse en la solución aditivos que modifican las propiedades del producto secado por rociado, por ejemplo aumentando sus solubilidad o régimen de solución o mejorando sus propiedades de fluidez como un sólido,
15. siempre que no interfieran indebidamente con la operación de secado por rociado. Estos aditivos se disuelven preferiblemente en la solución pero pueden, si se desea, suspenderse en la forma de partículas.
20. En métodos preferibles de secado por rociado, la solución se introduce en un atomizador de manera de formar un rocío de gotas semejante a una llovizna. Las gotas generalmente tienen diámetros en la gama de 10 a 500 micrones, preferiblemente 20 a 100 micrones. El atomizador puede tener
25. cualquier forma conveniente, por ejemplo puede tener la forma de una boquilla rociadora apropiada, o un conjunto de boquillas, o puede tener la forma de un disco rotativo. Dado la naturaleza corrosiva de la solución que debe secarse, el atomizador se construye deseablemente de material resistente
30. a la corrosión, por ejemplo titanio. La solución se descarga

407749 - 7 -



- del atomizador al interior de una cámara, preferiblemente una cámara mantenida a presión atmosférica, en donde circula un gas. El gas utilizado es preferiblemente aire, pero pueden emplearse otros gases, por ejemplo nitrógeno, argón o dióxido de carbono. Si se desea, puede utilizarse una mezcla de gases. El gas utilizado puede incluir uno o más componentes gaseosos, por ejemplo vapor de agua, cloruro de hidrógeno o vapor de agua, que equilibran o reaccionan con las gotas de la solución o sólidos de secado en el rociado. El gas también puede contener partículas finas que se desean incorporar en el producto. El gas se utiliza para suministrar por lo menos parte del calor requerido para efectuar la deshidratación de la solución en la misma cámara. La temperatura en el interior de la cámara se mantiene convenientemente a un nivel deseado mediante control de la temperatura de entrada del gas y/o del régimen de suministro de la solución al atomizador.

- La temperatura de las gotas secadoras en el secador por rociado deben controlarse de tal manera que se evita la descomposición del producto (es decir, la pérdida de una proporción tan grande de anión adicional tal que el producto se vuelve insoluble). La temperatura a la cual se descompone el producto (pierde solubilidad) dependerá de los aniones en particular presentes, pero frecuentemente será de 120°C o menor. Las condiciones requeridas para dar un producto soluble en cualquier clase en particular pueden determinarse por simple ensayo.

- Cuando se utiliza un secador por rociado de co-corriente, la temperatura del gas no es crítica, y puede estar, por ejemplo, en la gama de 40 a 300°C, especialmente 200 a 240°C.



- La temperatura de salida no debe estar por encima de la temperatura a la cual el producto pierde solubilidad. Por ejemplo, si los aniones presentes son aniones cloruro, la temperatura de salida no debe deseablemente exceder 100°C y preferiblemente debe estar en la gama de 70 a 100°C, dependiendo de la concentración de los iones cloruro presentes en solución. Si los aniones presentes son aniones nitrato, la temperatura de salida no debe deseablemente exceder 90°C y está preferiblemente en la gama de 70 a 90°C, dependiendo de la concentración de iones nitrato presentes en solución. Cuando se utiliza un secador por rociado de contracorriente, el control de la temperatura de entrada del gas es más importante y la temperatura del gas de entrada debe controlarse de acuerdo con las figuras dadas anteriormente para la temperatura de salida en un secador por rociado de co-corriente.
- 5.
- 10.
- 15.

El secador por rociado puede convenientemente operarse a presión atmosférica, si bien pueden utilizarse si se desean presiones superiores o inferiores.

- La presente invención también provee un procedimiento en donde la solución especificada se seca por congelación. Las condiciones preferidas para el secado por congelación variarán dependiendo de la composición precisa de la solución que debe secarse, pero en cualquier caso dado pueden fácilmente determinarse por simple ensayo.
- 20.

- Como ya se observó, los ligantes producidos por el método de la presente invención tienen ventajas importantes con respecto a los ligantes de fosfato de aluminio ácidos líquidos utilizados hasta el presente. También tienen las siguientes características ventajosas:
- 25.

- (1) el ligante está en la forma de un polvo de libre fluidez
- 30.

407749

- 9 -



seco,

- (2) es más fácilmente soluble en agua,
- (3) los ligantes sólidos (aún aquellos que contienen cloro) son prácticamente inodoros,
5. (4) los cementos refractarios preparados con los ligantes tienen buenas propiedades refractarias y una resistencia al desgaste de escoria.

- Ya se han descrito nuevos fosfatos complejos de aluminio que contienen halógeno y agua químicamente ligada y, en particular, se ha descrito la preparación de un compuesto cristalino de la fórmula $AlP_2ClH_{11}O_9$. Se ha hallado que secando por rocío soluciones de acuerdo con la presente invención se pueden obtener ligantes de fórmula empírica comparable, si bien la composición de los ligantes varían dependiendo de las condiciones de preparación. En general, el ligante secado por rociado tiende a contener menos agua que los ligantes específicos anteriormente preparados. Por lo tanto, de acuerdo con un aspecto preferido de la presente invención se provee un fosfato de aluminio secado por rociado soluble en agua que tiene una composición química que puede escribirse en la forma $(Al_2O_3)_{1/2} (P_2O_5)_{2/2} (HCl)_x (H_2O)_y$ en donde z está en la gama de 0,8 a 1,2, preferiblemente 0,9 a 1,1, x está en la gama de 0,8 a 1,2, preferiblemente 0,9 a 1,1, y está en la gama de 3 a 6, preferiblemente 3 a 4, cuando $x = 1$, la fórmula se reduce a: $AlPO_4 (HCl)_x (H_2O)_y$ en donde x e y son como se han definido anteriormente.
- 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.

La presente invención se ilustrará pero no se limitará mediante los siguientes ejemplos:

EJEMPLO 1

30. 174,5 g (1 mol de hidroxidocloruro de aluminio $Al_2(OH)_5Cl$)



5. se disolvieron en 663 g de agua y se agregaron con agitación 104 g de ácido clorhídrico acuoso al 35 % (1 mol). La temperatura de la mezcla se elevó en 10°C, luego se agregaron 223 g de ácido ortofosfórico acuoso al 88 % (2 moles); la temperatura se elevó a 18°C y se formó una solución clara de color blanco del agua. La solución se deshidrató en un secador por rociado de co-corriente tenía un atomizador de disco rotativo y una cámara a presión atmosférica. La temperatura de entrada del aire era de 190°C y la temperatura de salida del aire era de 80-85°C. Se produjo un polvo blanco, del cual más del 95 % era soluble en agua, y que tenía en siguiente análisis:

	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
% en peso	10,9	10,7	38,7	39,4
proporción	1,00	1,75	1,00	5,4

EJEMPLO 2

20. Una solución preparada como se describió en el ejemplo 1, se secó por rociado haciéndola pasar a través del mismo atomizador a la misma presión como se describió en el ejemplo 1, pero a una temperatura de entrada del aire de 190°C y una temperatura de salida del aire de 65°C. Se obtuvo un producto blanco soluble en agua que tenía el siguiente análisis:

	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
% en peso	10,1	14,6	38,5	36,4
proporción	1,00	1,10	1,08	5,4

EJEMPLO 3

30. 176 g de trihidrato de fosfato de aluminio se disolvieron lentamente en una mezcla de 20 g de ácido clorhídrico concentrado y 200 ml de agua. La solución resultante era de un color amarillo pálido y tenía el siguiente análisis:

407749



	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
% en peso	4,6	13,0	16,0	62,0

5. La solución se secó por rociado como en el ejemplo 1 pero a una temperatura de entrada del aire de 139°C y una temperatura de salida del aire de 69°C. Se produjo un polvo blanco soluble en agua que tenía el siguiente análisis:

	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
% en peso	11,6	16,5	40,4	31,2
proporción	1,00	1,07	0,99	4,0

10. EJEMPLO 4

- Una solución preparada como en el ejemplo 3 se secó por rociado a una presión atmosférica y a una temperatura de entrada del aire de 180°C y una temperatura de salida del aire de 100°C. Se produce un polvo de color crema soluble en agua que tenía el siguiente análisis:

	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
% en peso	12,1	16,5	42,1	28,6
proporción	1,00	1,02	0,99	3,2

EJEMPLO 5

20. 133,5 g de cloruro de aluminio anhidro se disolvieron lentamente en 300 ml de agua. La solución resultante se agregó a 110 g de ácido ortofosfórico al 89 %. El líquido amarillo resultante tenía el siguiente análisis:

	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
25. % en peso	6,3	20,4	21,8	48,9

- La solución se secó por rociado a presión atmosférica, una temperatura de entrada del aire de 140°C y una temperatura de salida del aire de 70°C. Se produce un polvo amarillo soluble en agua que tenía el siguiente análisis:



	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
% en peso	11,4	17,4	39,3	30,0
proporción	1,00	1,10	1,12	4,0

EJEMPLO 6

5. Una solución preparada como el ejemplo 5 se secó por rociado a la misma presión de aire pero a una temperatura de entrada del aire de 180°C y una temperatura de salida del aire de 100°C. Se produjo un polvo amarillo soluble en agua, con el siguiente análisis:

	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
% en peso	12,6	14,9	44,3	27,4
proporción	1,00	0,91	1,00	3,3

EJEMPLO 7

15. 881 g de cloruro de aluminio anhidro se disolvieron en 2000 g de agua. Esta solución se agregaron 410 ml de ácido ortofosfórico al 89 %. La solución resultante luego se secó por rociado como el ejemplo 1 utilizando una temperatura de entrada de 235°C y una temperatura de aire de salida de 104°C.

20. Se formó un sólido de color amarillo pálido soluble en agua que tenía el siguiente análisis:

	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
% en peso	13,2	13,2	46,4	27,5
proporción	1,00	0,77	1,00	3,1

EJEMPLO 8

25. 720 g de hidróxido de aluminio se disolvieron en una mezcla de 1712 ml de ácido clorhídrico al 36 % y 560 ml de ácido ortofosfórico al 89 %. La solución resultante se secó por rociado como el ejemplo 1 utilizando una temperatura de entrada del aire de 230°C y una temperatura de salida del aire de 106°C.
- 30.

407749₁₃ -



El sólido producido era soluble en agua y tenía el siguiente análisis químico:

	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
% en peso	13,0	13,2	44,2	28,6
5. proporción	1,00	0,78	0,96	3,3

EJEMPLO 9

10. 176 g (1 mol) de trihidrato de fosfato de trialuminio se mezclaron con 114 g de una solución de ácido clorhídrico acuoso al 32 % (1 mol) y suficiente agua para formar una pasta espesa a una temperatura de 60°C. La mezcla se enfrió a temperatura ambiente y se dejó reposar durante 48 horas; se agregó suficiente agua para hacer el total del agua agregada 472 g. La solución levemente nebulosa formada se filtró y el filtrado se secó por rociado como se describió en el ejemplo 1 utilizando una temperatura de entrada del aire de 15. 190°C y una temperatura de salida del aire de 65-70°C.

El producto era un polvo de color amarillo pálido soluble en agua que tenía el siguiente análisis:

	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
20. % en peso	10,9	15,0	39,4	34,1
proporción	1,00	1,04	1,02	4,7

EJEMPLO 10

25. Se preparó una solución como el ejemplo 7 y luego se secó por rociado como el ejemplo 1 a una temperatura de aire de entrada de 200°C y una temperatura de aire de salida de 100°C.

El producto sólido formado era soluble en agua y tenía el siguiente análisis químico:

	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
30. % en peso	11,7	16,2	41,1	30,9



	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O
proporción	1	1,05	1,00	4,0

EJEMPLO 11

5. 133,5 g de cloruro de aluminio anhidro se disolvieron en un litro de espíritu metilado industrial O.P. de 75°. A esta solución se agregaron 63,6 ml de ácido ortofosfórico al 88 %. De la solución se separó un precipitado blanco y este se volvió a disolver en el licor madre mediante la adición de 100 ml de agua. La solución tenía el siguiente análisis:

	Al	Cl	PO ₄
10. % en peso	2,9	10,4	10,2

15. Esta solución luego se secó por rociado en un secador por rociado de co-corriente con una temperatura de entrada de gas de 243°C y una temperatura de salida de gas de 57°C. Se formó un producto soluble en agua que tenía el siguiente análisis:

	Al	Cl	PO ₄	H ₂ O	Etanol
% en peso	11,3	12,0	40,0	23,6	6,0
proporción	0,00	0,83	1,00	3,1	0,31

20. EJEMPLO 12

25. 312 g de nonahidrato de nitrato de aluminio y 93 g de ácido ortofosfórico al 88 % se disolvieron en 94 ml de agua destilada. La solución resultante se secó por rociado como en el ejemplo 1 a una temperatura de entrada de 170°C y a una temperatura de salida de 80°C.

El producto sólido formado era muy soluble en agua y tenía el siguiente análisis:

	Al	NO ₃	PO ₄	H ₂ O
30. % en peso	10,8	23,5	39,6	26,1
proporción	1,00	1,04	0,94	3,6

EJEMPLO 13

Se preparó una solución acuosa de nonahidrato de nitrato de aluminio (2410 g) y ácido ortofosfórico al 88 % (615 g). La solución resultante contenía aproximadamente 40 % en peso de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ y H_3PO_4 tomados juntamente.

La solución se secó por rociado como en el ejemplo 1 a una temperatura de entrada de 235-240°C y una temperatura de salida de 85-90°C. El producto, que era muy soluble, en agua tenía el siguiente análisis:

	Al	NO_3	PO_4
% en peso	12,1	25,7	36,5
proporción	1,00	0,91	0,84

EJEMPLO 14

Se preparó una solución acuosa de nitrato de aluminio/ácido fosfórico que tenía el siguiente análisis:

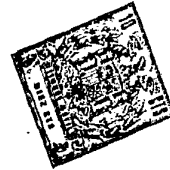
	Al	P	NO_3
% en peso	4,5	5,2	30,9

y se secó por rociado como se describió en el ejemplo 1. La temperatura de entrada era de 196°C y la temperatura de salida de 81°C. Se produjo un sólido soluble en agua blanco que tenía el siguiente análisis:

	Al	NO_3	PO_4	H_2O
% en peso	12,1	21,7	42,4	23,8
proporción	1,00	0,78	1,00	3,0

EJEMPLO 15

100 g de una solución de 50 % en peso de clorohidróxido de aluminio $[\text{Al}_2(\text{OH})_5\text{Cl}]$ se mezclaron con 26 ml de ácido clorhídrico al 36 %, 33 ml de ácido fosfórico al 88 % y 10 ml de agua. El análisis de la solución demostró que la composición era:



- Inglaterra con fechas y números siguientes: 19 de octubre de 1971, nº 48574/71 y 21 de febrero de 1972, nº 7844/72, acciéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye
5. la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN FOSFATO DE ALUMINIO SOLIDO SOLUBLE EN AGUA; caracterizándose por lo siguiente:
10. 1ª.- Procedimiento para la preparación de un fosfato de aluminio sólido soluble en agua, caracterizado porque comprende secar por rociado o por congelación una solución que contiene iones aluminio, iones fosfato y adicionalmente los aniones de un ácido mineral diferente a ácido fosfórico, o de un ácido carboxílico, estando los iones aluminio e iones
15. fosfato presentes en la solución en una relación de sustancialmente 1:1.
- 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la solución contiene iones aluminio e iones fosfato en una relación en la gama de 0,9:1 a 1,1:1.
20. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque los aniones adicionales en la solución son aniones de un ácido mineral monobásico.
25. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque los aniones adicionales en la solución son aniones cloruro.
- 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque los aniones adicionales en la solución son aniones nitrato.
30. 6ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la relación de anio-



nes adicionales a iones aluminio en la solución es por lo me-
nos de 1:1.

5. 7ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la relación de aniones adicionales a iones aluminio en la solución está en la gama de aproximadamente 1:1 a 3:1.

8ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la solución es una solución acuosa.

10. 9ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se utiliza un atomizador con disco rotativo.

15. 10ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se utiliza un secador por rociado de co-corriente.

11ª.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la temperatura de salida del gas secador del secador por rociado no excede de 100°C.

20. 12ª.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque la solución que contiene iones cloruro como aniones adicionales es secada por rociado y la temperatura de salida del gas secador está en la gama de 70 a 100°C.

25. 13ª.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque la solución que contiene iones nitrato como aniones adicionales es secada por rociado y la temperatura de salida del gas secador está en la gama de 70 a 90°C.

407749

- 19 -



14^a.- Procedimiento para la preparación de un fosfato de aluminio sólido soluble en agua, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 19 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

5.

Madrid - 2 DIC. 1972

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

L. GÓMEZ ACEBO Y MOJER
A. P. Elmadou L. Gasta Fernández