



24

417238

417238

COIF

F.C.- 24-M-75

MEMORIA DESCRIPTIVA
de una
PATENTE DE INVENCION
por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ALUMINA A PARTIR DE ALU
NITA".

Cuyo registro se solicita por VEINTE AÑOS, con pro-
tección para todo el territorio nacional, a nombre y favor
de D. Ignacio ECHEVARRIA ARTECHE, de nacionalidad Española, do-
miciliado en VITORIA, Independencia, 1.

La presente invención tiene por objeto la obtención
de hidróxido de aluminio y alúmina a partir de alunitas. El
procedimiento está orientado preferentemente al tratamiento de
alunitas, de riqueza igual ó superior al 15%, para extraer su
alúmina y aprovechar al mismo tiempo su contenido en sulfatos
y en potasio para la preparación de fertilizantes, pero es
también aplicable a muchas otras materias aluminosas, como son:
bauxitas, alumbres, arcillas, nefelinas, etc.

Primeramente se solubiliza la alúmina, el potasio y
los sulfatos sometiendo el mineral a un condicionamiento pre-
vio y a un ataque con ácido sulfurico, y, después de separar
el esteril no disuelto, el licor resultante se enfría para

5

10

417238



cristalizar alumbre.

5 El alumbre se hidroliza a elevada temperatura (en un reactor a presión para evitar la evaporación) y se obtiene un compuesto de composición química y estructura análogas a las de la alunita natural, al que llamaremos en adelante alunita sintética, al mismo tiempo que se regeneran ácido sulfúrico y sulfato potásico, que se reciclan al disgregador para atacar más mineral y cristalizar alumbre.

10 La alunita sintética se disgrega con amoníaco para obtener un hidróxido de aluminio que, por calcinación, se transforma en alúmina, y unas aguas madres de las que se obtiene una mezcla de sulfatos de amonio y potasio, utilizable como abono tipo N-K.

15 Entre las principales ventajas que presenta este nuevo procedimiento, se pueden citar las siguientes:

a).- Se obtiene un tipo de alúmina que, por su elevada pureza química y bajo contenido en álcalis, tiene aplicación en campos muy diversos.

20 b).- Rapidez de las reacciones, con lo que los tiempos de retención en los elementos de la instalación son relativamente pequeños, y se logra sacar gran rendimiento a los mismos.

25 c).- Posibilidad de verificar el proceso de manera continua, lo que facilita la automatización del mismo y la eliminación de tiempos muertos.

d).- Bajo consumo de energía, como consecuencia de b) y c).

30 Para una más fácil comprensión del proceso, en la descripción que sigue se ha dividido este en dos fases: la primera, hasta la preparación de alumbre y la eliminación del estéril de mineral, y la segunda hasta la obtención de alúmina. En la realidad industrial, sin embargo, ambas fases están íntimamente relacionadas y constituyen una unidad indisoluble.

35 La primera fase se inicia con el acondicionamiento del mineral, que consiste en llevar el material a la granulome



tría, adecuada y en el calentamiento oportuno para su activación, aunque, a veces, cabe prescindir de esta fase de activación.

5 Cuando se opera con alunitas, sin embargo, la fase de activación térmica, que tiene por objeto deshidratar y romper la estructura del mineral para facilitar posteriormente su ataque por el ácido sulfúrico es muy crítica; pues si no se alcanza la temperatura adecuada, no se logra el grado de activación óptimo y, si se sobrepasa, hay peligro de que se desprendan SO_2 y SO_3 y se desactive parcialmente el material. La 10 activación, en este caso se efectúa entre 500 y 675°C, preferiblemente entre 550 y 650°C.

15 El mineral alunítico acondicionado se disgrega con una solución acuosa de ácido sulfúrico, formada por la disolución de ácido sulfúrico y sulfato potásico liberados en otra etapa del proceso (como se indica más adelante), más las aguas resultantes del lavado de lodos, más una cierta cantidad de ácido y sulfato potásico que se añaden para reponer pérdidas. La disgregación se efectúa a la temperatura de ebullición, en un corto espacio de tiempo (en dos ó tres minutos, el ataque 20 de la alunita es prácticamente completo), y con un aporte mínimo de calor por ser la reacción exotérmica.

A la salida del disgregador se añade un agente floculante adecuado, y la suspensión floculada se lleva a un sistema decantador-filtro para separar los lodos del licor. Durante esta operación la temperatura debe mantenerse por encima 25 de los 85°C, para evitar que cristalice prematuramente el alumbre y ello dé lugar a obstrucciones y pérdidas de rendimiento.

30 El licor claro separado de los lodos se envía al cristalizador donde se enfria hasta la temperatura ambiente durante 1 a 3 horas, agitando suavemente al mismo tiempo. La agitación evita que los cristales que se van formando se adhieran a las paredes, y el enfriamiento controlado permite que los cristales alcancen un tamaño adecuado que facilite su 35 separación de las aguas madres y su lavado.

417238

24

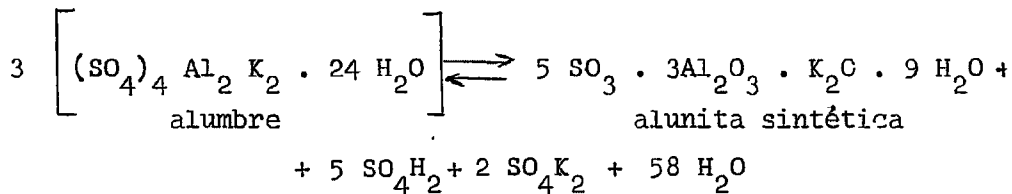


Por último, el alumbre obtenido en esta primera fase del proceso, se purifica por recristalización si es necesario.

De las aguas madres separadas del alumbre, la mayor parte se recirculan al disgregador pasando antes al lavado de lodos, y una pequeña fracción se retira para dar salida a las impurezas (principalmente, hierro y, cuando en el mineral hay natroalunita, también sodio).

El alumbre, bien en forma sólida, bien fundido y disuelto en su propia agua de cristalización, o en solución acuosa del 30% ó superior, se introduce en un autoclave en el que se mantiene a la temperatura de 135 a 225°C (equivalente, aproximadamente, a la presión de 3 a 26 atmosferas), preferiblemente a 195-210°C, por espacio de 10 a 90 minutos, preferiblemente 20-40 minutos, obteniéndose un sulfato básico de aluminio y potasio, análogo a la alunita natural y que denominamos "alunita sintética", y liberándose ácido sulfúrico y sulfato potásico, susceptibles de aprovechamiento para atacar más mineral.

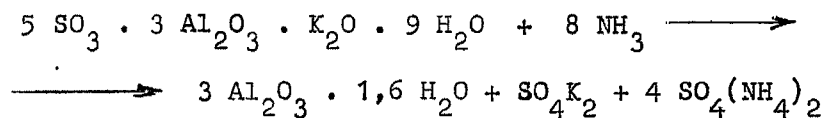
La reacción podría expresarse como sigue:



La descarga del autoclave se lleva ahora, aprovechando incluso la presión del propio autoclave, si se desea, a un filtro de presión (tipo Kelly o Sweetland, por ejemplo), para separar la alunita sintética precipitada de la disolución acuosa de ácido sulfúrico, sulfato potásico y alumbre sin transformar. El filtrado se deja enfriar a la temperatura ambiente para que cristalice el alumbre no descompuesto. Se separa el alumbre de sus aguas madres y se envía de nuevo al autoclave, en tanto que las aguas madres (solución acuosa de ácido sulfúrico y sulfatos) se reciclan al disgregador para atacar más mineral. De esta forma, en la reacción de alunitización del autoclave se regeneran el ácido sulfúrico y el sulfato potásico consumidos en el ataque del mineral y formación del alumbre.



La alunita sintética se lava en el propio filtro y, a continuación, se repapilla hasta formar una suspensión acuosa del 15-40% y enviarla al reactor de hidrato para su ataque con amoníaco, que se efectúa a una temperatura igual o mayor a 70°C. Una particularidad muy notable de la alunita sintética es su gran reaccionabilidad (a diferencia con la alunita de mina) por lo que no precisa de activación previa (ahorro energético, por tanto) para el ataque y bastan 15-20 minutos de retención en el disgregador para completar la reacción. El resultado es que el aluminio de la alunita queda precipitado en forma de hidrato de alúmina en el seno de una disolución de sulfato amónico y sulfato potásico.



El hidrato se separa por filtración, se lava y se calcina para obtener alúmina de gran pureza, prácticamente exenta de álcalis.

Las aguas de lavado del hidrato se utilizan para repapillar más alunita. Las aguas de filtrado, se concentran para obtener finalmente una mezcla de sulfatos potásico y amónico utilizable como fertilizante del tipo N-K.

Optativamente, en vez de preparar los fertilizantes por concentración, se puede hacer saturando la disolución con amoníaco.

Para la mejor comprensión del invento, se da a continuación un ejemplo ilustrativo, que no debe considerarse, por tanto, como limitante de los principios expuestos ni del alcance de la invención.

Ejemplo

El mineral de partida está compuesto de alunita (~75%) más impurezas, principalmente sílice, caolin y mica, y presenta el siguiente análisis, sobre muestra seca a 110°C.

417238



	SiO ₂	12,5 %
	Al ₂ O ₃	36,6 "
	TiO ₂	Ind
	Fe ₂ O ₃	0,35 "
5	Na ₂ O	0,58 "
	K ₂ O	9,43 "
	CaO	0,50 "
	MgO	0,04 "
	PC (950°C-2h)	32,5 "

10 Se activan 788 Kg de material seco, a 600°C durante 2 h, y se obtienen 693 Kg de producto activado, con la siguiente composición:

	SiO ₂	14,2 %
	Al ₂ O ₃	41,6 "
15	TiO ₂	Ind
	Fe ₂ O ₃	0,40 "
	Na ₂ O	0,66 "
	K ₂ O	10,7 "
	CaO	0,57 "
20	MgO	0,05 "

Los 693 Kg de material, adecuadamente acondicionado se hacen llegar al disgregador junto con 2.800 litros del licor de ataque.

25 La mezcla reaccionante se mantiene a la temperatura de ebullición, con un tiempo de retención en el disgregador de 5 minutos.

La descarga del disgregador se filtra, manteniendo la temperatura por encima de 85°C. Se separan 197 Kg de lodos, empapados con 200 litros de licor, y 3.050 litros de líquido claro, que se envía al cristalizador.

30 Por enfriamiento hasta la temperatura ambiente (20-25°C) se separan 2.130 Kg de alumbre y 1.550 litros de aguas madres. De ellos, 170 litros se retiran para dar salida a las impurezas solubilizadas (aproximadamente 1,7 Kg Fe₂O₃ y 2,1

417238

24 JUN 1950



5 Kg Na₂O), que arrastran consigo 2 Kg de Al₂O₃ y 2 Kg de K₂O en forma de alumbre disuelto. El resto, 1.380 litros, se separa en dos fracciones: 1.000 litros, que se envían directamente al disgregador, y 380 litros que se calientan a 85°C y se emplean en el lavado de lodos, el cual se completa con agua.

10 Los 2.130 Kg de alumbre separados en la primera cristalización, junto con 350 Kg que se recirculan de la segunda cristalización (de la salida del reactor, como más adelante se indica) se hacen llegar al autoclave donde, con un tiempo de retención de 15 minutos a 205°C, se obtienen 620 Kg de alunita, que se mantienen en suspensión en la disolución acuosa de ácido sulfúrico y sulfato potásico liberados y alumbre no transformado.

15 Por filtración se separan 1.100 litros de licor y 620 Kg de alunita mojados con 265 litros de licor. Se enfrían a la temperatura ambiente los 1.100 litros de licor y se separan 350 Kg de alumbre (que se reenvían al autoclave) y 900 litros de licor (que se recirculan al disgregador).

20 La torta de alunita se lava con 280 litros de agua a 85°C, que, después de lavar, se reciclan al disgregador.

25 La torta lavada se repapilla con agua para formar una suspensión al 25% de sólidos, y se envía al reactor de hidrato donde se descompone en medio amoniacal (~ 0,14 Kg de NH₃/kg de alunita). Bastan 20 minutos de retención a 90°C para completar la reacción de descomposición de la alunita.

30 Se filtra y se separa una torta de hidrato de alúmina que contiene 212 Kg de Al₂O₃ en forma de hidrato. Se lava y calcina la torta y se obtienen 212 Kgs de Al₂O₃. El grado de calcinación depende del tipo de alúmina que se desee fabricar: por ejemplo, 1.150°C durante 6 h, si se quiere fabricar alúmina alfa.

35 Las aguas de filtrado y lavado del hidrato se concentran y llevan a sequedad, para obtener 440 Kg de una mezcla de sulfato amónico y sulfato potásico, subproducto utilizable como abono tipo N-K 15-15.

417238



De esta forma, más del 95% de la alúmina de la alunita del mineral se recupera como producto final de gran pureza, en tanto que más del 95% del potasio y sulfato de la alunita se recuperan como subproducto en forma de abono tipo N-K.

5 Descrita suficientemente la naturaleza de la invención, así como la manera de ponerla en práctica, sólo cabe añadir que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita Patente de Inven-
10 ción por veinte años en España.

N O T A

1.- Procedimiento para la obtención de alúmina a partir de alunita caracterizado porque, en una primera fase, se procede inicialmente a activar la alunita de mina mediante una operación en la que se tuesta el mineral a una temperatura
15 comprendida entre 550 y 650 grados centígrados, produciéndose una deshidratación del mineral y un debilitamiento de los enlaces para hacerle más fácilmente reaccionable en operaciones posteriores.

20 2.- Procedimiento, según reivindicación anterior, caracterizado por someterse la alunita activada a una operación de molido hasta un tamaño de 0,2 m/m, para seguidamente ser atacada con ácido sulfúrico, disgregándose rápidamente el mineral, pasando a solución el SO_3 , Al_2O_3 y K_2O y quedando como insolubles los demás constituyentes, que forman la gan-
25 ga.

3.- Procedimiento, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque una vez efectuada la reacción de ataque, se decanta y filtra el licor (solución de sulfato de aluminio y potasio) y se lleva a un cristalizador donde se obtienen los
30 cristales del alumbre.

4.- Procedimiento, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el alumbre obtenido, ya exento de impurezas, en una segunda fase del procedimiento se somete a un pro-

417238

24



ceso de descomposición en autoclave, descomponiéndose el alumbre en alunita sintética más una solución de ácido sulfúrico y sulfato potásico que se reciclan y emplean como solución de ataque de la alunita de mina activada.

5

5.- Procedimiento, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la alunita sintética obtenida en el autoclave tiene una estructura cristalina similar a la natural, pero es mucho más reactiva que ésta, procediéndose, sin previa activación-tostación, a la disgregación de la alunita sintética en dispersión acuosa amoniacal para formar un hidrato de alúmina fácil de lavar que, por posterior operación de calcinado, determina la obtención de alúmina de gran pureza, resultando asimismo de la propia disgregación una solución de sulfatos amónico y potásico que pueden aprovecharse como fertilizantes.

10

15

6.- PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ALUMINA A PARTIR DE ALUNITA.

Todo conforme queda descrito en la presente memoria, que consta de NUEVE HOJAS, mecanográficas, foliadas por una sola cara.

20

MADRID, 24 de Julio de 1.973

J. J. J.

fe.