

425455



425455

P.- 57.271

Case F-2117-H

F.E. 9-1-76

Int. Cl.²: COLF // CO2/B

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de TAKI FERTILIZER MANUFACTURING CO., LTD.

entidad japonesa

con domicilio en 346, Befu, Befucho, Kakogawa, Japón

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA SOLUCION ESTABLE DE
UNA SAL BASICA DE ALUMINIO" (Clase Internacional COLF)

25.4.74

- 1 -



425455

Esta invención se refiere a un procedimiento para preparar una solución de una sal básica de aluminio estable.

5 Las soluciones de sales básicas de aluminio han llegado a ser utilizadas en gran escala para el tratamiento de aguas efluentes, aguas freáticas y aguas fecales como agentes excelentes para tratamiento de aguas en sustitución del sulfato de aluminio, que es un coagulante convencional para tratamiento de aguas. Entre aquéllas, una solución salina de cloruro básico de aluminio que contiene una cantidad apropiada de radical de ácido sulfúrico exhibe un efecto excelente de clarificación del agua en intervalos amplios de pH y temperatura, y su demanda está aumentando rápidamente.

10 Hay métodos conocidos para la preparación de soluciones de sales básicas de aluminio:

15 (A) aquéllos en los que el aluminio metálico se descompone con ácido clorhídrico en proporción menor de un equivalente;

(B) aquéllos en los que una parte del contenido de cloruros se separa del cloruro de aluminio habiendo pasar su solución a través de una membrana de resina cambiadora de iones;

20 (C) aquéllos en los que el hidróxido de aluminio activo se descompone con ácido clorhídrico o ácido nítrico;

(D) aquéllos en los que una solución concentrada de una sal de aluminio se neutraliza con un álcali;

25 (E) aquéllos en los que se deposita hidróxido de aluminio haciendo que un aluminato alcalino y dióxido de carbono o dióxido de azufre reaccionen entre sí y se disuelve en ácido clorhídrico;



425455

(F) aquéllos en los que una sustancia que contiene aluminio se descompone con un ácido mixto constituido por una mezcla de ácido clorhídrico y ácido sulfúrico y se elimina después el ion de ácido sulfúrico como precipitado insoluble, y

5

(G) aquéllos en los que se hacen reaccionar entre sí un aluminato alcalino y una sal de aluminio de un ácido monobásico.

Por otra parte, hay métodos conocidos para la introducción de un radical de ácido sulfúrico en una solución de sal básica de aluminio:

10

(a) aquéllos en los cuales se añade ácido sulfúrico o un sulfato soluble en agua a la solución de la sal básica de aluminio preparada por un procedimiento conocido y se envejece la solución;

15

(b) aquéllos en los cuales una sustancia que contiene aluminio se descompone con un ácido mixto constituido por una mezcla de ácido clorhídrico y ácido sulfúrico, después de lo cual se añade carbonato de calcio a dicha mezcla y se separa el exceso de radical de ácido sulfúrico en forma de yeso;

20

(c) aquéllos en los cuales un gel de sulfato básico de aluminio preparado por un procedimiento conocido se descompone con ácido clorhídrico o con una solución de cloruro de aluminio, y

25

(d) aquéllos en los cuales se hacen reaccionar entre sí ácido clorhídrico concentrado, hidróxido de aluminio y ácido sulfúrico concentrado, utilizando un auto-clave.

425455



5 Como resultado de la realización de experimentos sobre métodos diversos tales como los que se han mencionado arriba, los autores de la presente invención han comprobado que, en el método (a), el efecto de coagulación no es suficiente; que, en el método (b), se obtiene como subproducto una gran cantidad de yeso que tiene que ser separado, en cuyo caso se pierde una cierta porción de cloruro básico de aluminio que se ha depositado sobre el yeso, con lo que se produce un bajo rendimiento, y el producto obtenido deposita yeso debido a las variaciones de temperatura durante el almacenamiento; que, en el método (c), es necesario producir un gel de sulfato básico de aluminio previamente, lo cual no es económico; y que, en el método (d), la operación es complicada y no es industrial.

15 Por consiguiente, como un método muy económico y simple en su realización, los autores de la presente invención han desarrollado el método (a) en el que se añadió ácido sulfúrico o un sulfato soluble en agua a una solución de una sal de cloruro básico de aluminio preparada por el método (G) arriba mencionado y se envejeció la solución. No obstante, se vió que el producto era inestable y exhibía un efecto de coagulación menor que el de la solución de la sal básica de aluminio que contenía radical de ácido sulfúrico preparada por los métodos (b) o (c) arriba mencionados.

25 La causa de este fenómeno no está clara, pero se supone que está relacionada con la forma de la coordinación de un ion de

425455



ácido sulfúrico con un ion Al^{3+} o OH^- o con el grado de polimerización del ion Al^{3+} .

5 Como resultados de experimentos ulteriores sobre la base de experiencias diversas tales como las que se han mencionado arriba, los autores de la presente invención han completado ésta confirmando que, cuando se introduce un radical de ácido sulfúrico antes de la producción de una solución de la sal básica de aluminio buscada como objetivo, se obtendrá un producto muy superior en efecto de coagulación a una solución de una sal básica de aluminio preparada por cualquiera de los métodos arriba mencionados.

10

Es decir, que la presente invención se refiere a un procedimiento para preparar una solución estable de la sal básica de aluminio representada por la fórmula general:



en la cual X denota Cl ó NO_3 , k, m y n son índices positivos individuales, $3m > n + 2k$, la basicidad ($\frac{n}{3m} \times 100$), es de 30 a 70% y $\frac{k}{m} = 0,01$ a 0,3, caracterizado por mezclar un sulfato soluble en agua o una solución que contiene SO_4 , una solución que contiene Al y X y una solución de un aluminato alcalino en condiciones de temperatura inferior a 40°C de tal modo que se pueda producir un gel y mantener luego la totalidad de la mezcla a una temperatura comprendida entre 50 y 80°C a fin de que el gel se pueda disolver para dar una solución de una sal básica de aluminio.

20

25



425455

El objeto principal de la presente invención es proporcionar una solución de una sal básica de aluminio estable de gran poder de coagulación.

5 El segundo objeto de la presente invención es preparar una solución de una sal básica de aluminio estable de gran poder de coagulación por un método económico y sencillo.

Otros objetos de la presente invención aparecerán más claros sobre la base de la explicación que sigue.

10 La solución de la sal básica de aluminio preparada por el procedimiento de la presente invención se representa, como se ha mencionado arriba, por la fórmula general:



15 en la que X es Cl ó NO_3 , k, m, y n son índices positivos individuales, $3m > n + 2k$, la basicidad $(\frac{n}{3m} \times 100)$ es de 30 a 70%, y $\frac{k}{m} = 0,01$ a 0,3.

20 En este caso, la fórmula general arriba indicada no representa una fórmula estructural. $\text{Al}_m(\text{OH})_n \text{X}_{3m-n-2k} (\text{SO}_4)_k$ es una fórmula de composición utilizada usualmente para una fórmula general de una sal básica de aluminio que contiene SO_4 (por ejemplo, la Patente Japonesa Divulgada Núm. 20096/1972).

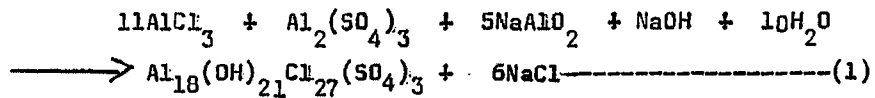
25 Se entenderá que la sal básica de aluminio es un complejo inorgánico que tiene un cierto grado de polimerización y en el que los átomos respectivos están unidos de una forma complicada.



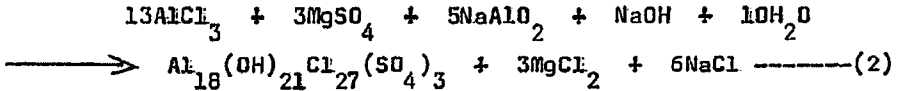
425455

En primer lugar, con objeto de facilitar la comprensión de la presente invención, se representa la misma por la utilización de fórmulas de reacción como las que siguen:

5



10



Es decir, que (1) se refiere al caso en que SO_4 se introduce en forma de una sal de aluminio, y (2) se refiere al caso en que SO_4 se introduce en forma de una sal de magnesio.

15

A continuación se explicará en forma detallada el procedimiento para la preparación de una solución de una sal básica de aluminio estable de acuerdo con la presente invención.

20

La primera operación de la presente invención consiste en mezclar un sulfato soluble en agua o una solución que contiene SO_4 , una solución que contiene Al y X y una solución de un aluminato alcalino en condiciones de temperatura inferior a 40°C a fin de que pueda formarse un gel.

25

Realizaciones de tal método son:
(1) un método en el que una solución que contiene Al y X y una solución de un aluminato alcalino se añaden simultáneamente o por separado a un sulfato soluble en agua o a una solución que contie-

425455

37 12R. 91



ne SO_4 ,

(2) un método en el que una solución que contiene Al, X y SO_4 y una solución de un aluminato alcalino se mezclan entre sí,

5

(3) un método en el que una solución que contiene Al y X y una solución de un aluminato alcalino que contiene SO_4 se mezclan entre sí,

(4) un método en el que una solución que contiene Al, X y SO_4 y una solución de un aluminato alcalino que contiene SO_4 se mezclan entre sí, y

10

(5) un método en el que una solución que contiene Al y X y una solución de un aluminato alcalino se mezclan entre sí y se añade después a la solución mixta un sulfato soluble en agua o una solución que contiene SO_4 .

15

El sulfato soluble en agua o la solución que contiene SO_4 en los métodos (1) a (5) arriba indicados, significa:

20

(A) ácido sulfúrico o un sulfato soluble en forma sólida o en solución tal como sulfato de sodio, sulfato de potasio, alumbre de potasio, alumbre de sodio, bisulfato de sodio, bisulfato de potasio, sulfato de amonio, bisulfato de amonio, alumbre de amonio, sulfato básico de aluminio, sulfato de aluminio, sulfato ferroso, sulfato férrico, sulfato de magnesio, y sulfato de zinc. Particularmente, en la presente invención, son preferibles las soluciones de sulfato de aluminio y sulfato de sodio.

25

Por otra parte, la solución que contiene Al y X en los métodos (1), (3) y (5) anteriores puede ser:



425455

5 (B) una solución de uno o más de entre cloruro de aluminio, cloruro básico de aluminio de basicidad baja, nitrato de aluminio y nitrato básico de aluminio de basicidad baja o una solución mixta de una sal de aluminio soluble en agua con una sal tal como, por ejemplo, un cloruro o nitrato de sodio, potasio, magnesio o zinc, o con ácido clorhídrico o ácido nítrico.

10 La solución de aluminato alcalino de los métodos (1), (2) y (5) anteriores es (C) una solución de aluminato de sodio o aluminato de potasio. Puede utilizarse también una solución mixta de ambas.

15 A continuación se explicará la solución que contiene Al, X y SO_4 . Esta puede ser una solución mixta de las soluciones indicadas en (A) y (B) arriba, o una solución preparada por descomposición de bauxita, aluminio metálico o hidróxido de aluminio con un ácido mixto constituido por una mezcla de los ácidos clorhídrico y sulfúrico o por disolución de cloruro de aluminio o nitrato de aluminio con ácido sulfúrico, o bien puede ser una solución preparada por cualquier método. En resumen, dicha solución debería contener Al, X y SO_4 en las proporciones y concentraciones que se describen más adelante.

20 Adicionalmente, puede decirse lo mismo también de la solución de aluminato alcalino que contiene SO_4 en los métodos arriba indicados (3) y (4). Por ejemplo, esta solución se puede preparar por adición de uno o más de entre sulfato de sodio, sulfato de potasio y sulfato de amonio a una solución de aluminato de sodio o



425455

por adición de hidróxido de sodio a una suspensión de hidróxido de aluminio en una solución de ácido sulfúrico o sulfato de aluminio, y calentamiento de la solución a fin de que se pueda disolver el hidróxido de aluminio.

5 A continuación se describirán la concentración y la composición de cada solución. Es deseable ajustar la concentración y composición de cada solución de tal modo que la concentración de la solución de la sal básica de aluminio producida pueda ser de 5 a 15% en peso referida a Al_2O_3 , su basicidad ($\frac{n}{3m} \times 100$)
10 pueda ser de 30 a 70%, y $\frac{k}{m}$ pueda ser de 0,01 a 0,3. Tales ajustes pueden ser realizados con facilidad por los expertos en la técnica. Por ejemplo, cuando la solución que contiene Al y X es diluida, se pueden utilizar aluminato de sodio o aluminato de potasio concentrados. Asimismo, cuando está presente el radical SO_4
15 en exceso, dicho exceso de SO_4 puede precipitarse y eliminarse en forma de sulfato de bario o sulfato de calcio por adición de sal de bario o sal de calcio.

No obstante, la concentración y la composición de cada solución deberían decidirse como sigue a partir de la relación entre la concentración y la composición de la solución de la sal básica de aluminio buscada como objetivo.
20

Es decir, que la concentración de la solución que contiene Al y X debería hacerse entre 5 y 15% en peso referida a Al_2O_3 , y su composición en términos de Al (proporción de equivalentes químicos) debería ser de 0,6 a 1,5.^X Si no se satisfacen estos inter-
25

425455



5 valos, será difícil preparar una solución de una sal básica de aluminio estable para los fines de la presente invención. En cambio, si la concentración y la composición están comprendidas dentro de estos intervalos, la solución será estable y el efecto de coagulación será alto.

10 Adicionalmente, en el caso de utilizar la solución que contiene Al, X y SO_4 , la concentración de Al_2O_3 debería hacerse de 5 a 15% en peso, y su composición en términos de $\frac{Al}{X + SO_4}$ (proporción de equivalentes químicos) debería ser de 0,5 a 1,4. La razón es la misma que en el caso anterior.

15 La solución que contiene un ion ácido de aluminio y un ion de metal alcalino o que contiene un ion ácido de aluminio, un ion de metal alcalino y el ion del ácido sulfúrico, debería contener de 1 a 15% en peso de Al_2O_3 con una proporción molar del metal alcalino al aluminio de 1,1 a 2,0 y una concentración de SO_4 de 1 a 10% en peso. Dentro de estos intervalos, la solución tiene la máxima estabilidad y el gel producido por su utilización es fácilmente soluble.

20 Como se deduce evidentemente de la explicación anterior, la concentración de SO_4 y la cantidad de la solución que contiene un ion de ácido sulfúrico en los métodos (1) y (5) debería ser tal que diese una relación molar de $\frac{SO_4}{Al}$, ó $\frac{k}{m}$, de 0,01 a 0,3 con relación al aluminio contenido en el producto. Tales concentración y cantidad pueden ser determinadas fácilmente por los expertos en la técnica .

25



425455

Ahora bien, la razón por la cual la concentración de Al_2O_3 en el producto se mantiene entre 5 y 15% en peso es la siguiente: si dicha concentración se halla por debajo del límite inferior, el producto no será adecuado para el transporte y será demasiado diluido para poder ser utilizado como coagulante para aguas. Por el contrario, si la concentración es mayor que el límite superior, el producto será inestable y dará lugar a un precipitado. La concentración óptima de Al_2O_3 en cuanto se refiere a su utilización como coagulante para tratamiento de aguas es de 8 a 12%. Si la basicidad es inferior a 30%, el efecto de coagulación será deficiente. Si aquélla es superior a 70%, el producto será muy inestable y dará lugar a un precipitado. Con el fin de obtener el producto del máximo efecto de coagulación, es deseable ajustar la basicidad entre 45 y 60%. Asimismo, en el caso de que $\frac{k}{m}$ sea inferior a 0,01, el efecto de coagulación no será suficiente. Cuando dicha proporción es mayor de 0,3, se producirá temporalmente una solución estable, pero durante el almacenamiento de la misma se producirá gradualmente un precipitado. El intervalo más deseable como coagulante confirmado por los autores de la presente invención como resultado de un gran número de experimentos es $\frac{k}{m} = 0,1$ a $0,2$.

El descubrimiento más importante realizado por los autores de la presente invención es la temperatura a la que se mezcla cada solución. Los autores de la invención han llegado a comprobar, mediante experimentos, que aquélla debería mezclarse por debajo de



425455

40°C. Es decir, que si la temperatura de mezclado es más alta de 40°C, el gel producido será tan difícil de disolver que, aun cuando el gel se disuelva al cabo de largo tiempo, el efecto de coagulación será muy reducido.

5

Los hechos detallados son como sigue:

Experimento 1:

10

1365 g de ácido clorhídrico al 35%, 163 g de ácido sulfúrico al 75% y una cantidad apropiada de agua se añadieron a 490 g de un polvo fino de hidróxido de aluminio y se calentó la mezcla a 112°C durante 2,5 horas para obtener 3090 g de una solución de composición: $\frac{Al}{Cl + SO_4}$ (proporción de equivalentes químicos) = 1,20, una proporción molar de $\frac{SO_4}{Al}$, es decir, $\frac{k}{m} = 0,20$, y una concentración de Al_2O_3 de 10,3% en peso. 200g de esta solución se mantuvieron a cada una de las temperaturas fijas de la

15

Tabla 1, y se añadieron a cada una de las porciones indicadas, durante 10 minutos, 77 g de una solución de aluminato de sodio de proporción molar $\frac{Na_2O}{Al_2O_3} = 1,25$ y con una concentración de Al_2O_3 de 10,3% en peso, calentada a la misma temperatura, a fin de producir un gel compuesto principalmente por hidróxido de aluminio. Cuando este gel se hubo calentado a 80°C sin separarlo de la solución, los resultados fueron como sigue:

20

25

425455³⁰ ABR.



Tabla 1

Muestra Núm	Temperatura de mezclado (°C)	Estado disuelto del gel	
5	1	15	El gel se disolvió por completo en 5 minutos, y la solución era transparente
	2	40	El gel se disolvió por completo en 15 minutos, y la solución era transparente
	3	50	El gel se disolvió por completo en 80 minutos, y la solución era transparente
10	4	60	El gel no se disolvió en 120 minutos y la solución no era transparente
	5	80	El gel no se disolvió en 120 minutos, y la solución era turbia y blanquecina.

Como se deduce evidentemente de la tabla anterior, cuando la temperatura de mezclado es alta, el gel se disuelve con gran dificultad. La razón de ello no está clara, pero se supone que, cuando la temperatura es alta, se producirá un gel que tiene una estructura peculiar, o que el gel se envejecerá por la acción del calor hasta presentar el fenómeno arriba mencionado. Por otra parte, cuando un gel producido a temperatura superior a 40°C se disuelve al cabo de un largo tiempo, el efecto de coagulación será muy escaso y el producto será con frecuencia tan inestable que formará un precipitado insoluble durante el almacenamiento.

A continuación, estos hechos se demuestran experimentalmente como sigue:

Experimento 2:



425455

Se realizó un ensayo de tratamiento de aguas por coagulación, utilizando la solución de la sal básica de aluminio de cada una de las muestras Núms. 1 y 3 preparadas en el Experimento 1.

Procedimiento:

5 Se tomó 1 litro del agua de ensayo, que se describirá más adelante, se vertió en ella un agente, se agitó el agua primero con rapidez a 120 r.p.m. durante 1,5 minutos y luego lentamente a 30 r.p.m. durante 10 minutos, y se dejó en reposo durante 10 minutos. Se tomó el líquido que sobrenadaba a aproximadamente 2 cm bajo el nivel, y se midieron su turbidez y su pH. Al propio tiempo, se midieron durante la agitación el tiempo de formación de los flóculos y el tamaño de los mismos. Se utilizaron los patrones siguientes para indicar el tamaño de los flóculos.

15	<u>Patrón</u>	<u>Tamaño de los flóculos</u>
	Muy grande	No inferior a 5 mm
	Grande	De 3 a 5 mm
	Mediano	De 2 a 3 mm
	Pequeño	Aproximadamente 1 mm
20	Muy pequeño	No mayor de 0,5 mm

Agua de ensayo:

Se dispersaron 2 g de caolín refinado y se suspendieron en 20 litros de agua corriente. Este agua de ensayo tiene una turbidez de 100 grados y un pH de 6,7.



425455

Solución de cloruro básico de aluminio de la Muestra
Núm 1 (Todos los porcentajes que se citan de aquí en adelante
están expresados en peso, a no ser que se indique otra cosa):

5
Al₂O₃ : 10,3%
Cl : 10,85%
SO₄ : 2,80%
Na : 1,62%
Basicidad: 51,5% (en equivalentes gramo)
10 $\frac{k}{m}$: 0,14

Solución de cloruro básico de aluminio de la Muestra Núm. 3.

15
Al₂O₃ : 10,3%
Cl : 10,85%
SO₄ : 2,80%
Na : 1,62%
Basicidad: 51,5% (en equivalentes gramo)
20 $\frac{k}{m}$: 0,14

Tabla 2

20

Muestra Núm.	Dosificación en Al ₂ O ₃ (ppm)	Flóculo		Sobrenadante	
		Tiempo de for- mación(seg.)	Tamaño	pH	Turbidez
1	3	60	Grande	6,6	3
	5	40	Grande	6,5	1
3	3	360	Muy peque- ño	6,6	23
	5	24	pequeño	6,5	15

25



425455

5 Como se deduce claramente de la tabla anterior, cuando se utiliza una solución de una sal básica de aluminio preparada por mezclado a temperatura superior a 50°C como coagulante para tratamiento de aguas, el efecto de coagulación es muy débil aun cuando las dos soluciones utilizadas tengan la misma composición. Ello es debido, probablemente, a que la estructura de la sal básica de aluminio producida por la disolución del gel depende de la temperatura de formación del gel. La temperatura particularmente deseable de formación del gel es de 5 a 30°C.

10 La operación inmediatamente siguiente de la presente invención consiste en disolver el gel por calentamiento del mismo sin separarlo de la solución. La temperatura a adoptar para el calentamiento es de 50 a 80°C. Particularmente entre 60 y 70°C, se producirá un resultado favorable en el efecto de coagulación. Por debajo de los 50°C, el tiempo de disolución del gel será tan largo que el procedimiento no podrá ser utilizado en la industria. Por otra parte, cuando el gel se disuelve por encima de los 80°C, el efecto de coagulación será muy escaso y el producto será tan inestable que se producirá gradualmente un precipitado que se supone es de hidróxido de aluminio.

La influencia de la temperatura de disolución del gel sobre la estabilidad del producto se ilustrará como sigue:

Experimento 3:

25 Se añadieron 145 g de una solución de cloruro de aluminio (10,83% de Al_2O_3) a 55 g de una solución que contenía sulfato de so-



425455

La solución de la sal básica de aluminio de la presente invención preparada por las operaciones arriba indicadas, exhibe, un efecto de coagulación más intenso que una solución de una sal básica de aluminio preparada por un procedimiento conocido. Esto se explicará por medio del experimento siguiente:

Experimento 4:

Muestra Núm. 1:

Se añadieron 54 g de aluminio metálico a 550 g de solución de HCl al 20%, y se calentó la mezcla a 115°C con el fin de preparar una solución de cloruro básico de aluminio de 19,8% de Al_2O_3 y una proporción de equivalentes químicos de Al/Cl = 2,01. Se añadieron posteriormente a la misma sulfato de sodio y agua, y se envejeció la solución a 60°C durante 30 minutos para preparar una solución de sal básica de aluminio que tenía una proporción molar de $\frac{SO_4}{Al}$, ó $\frac{k}{m} = 0,150$, una basicidad $(\frac{n}{3m} \times 100) = 50,2\%$ y 18,2% de Al_2O_3 .

Muestra Núm. 2:

Se añadieron 179 g de hidróxido de aluminio a 840 g de solución ácida mixta constituida por H_2SO_4 al 22,7% y HCl al 13,0%; se calentó la mezcla a 110°C para disolver el hidróxido de aluminio, se añadió luego una suspensión espesa de 165 g de carbonato de calcio y 250 g de agua a la solución, y el precipitado de yeso producido ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) se separó y se eliminó a fin de preparar una solución de cloruro básico de aluminio que tenía una proporción molar de $\frac{SO_4}{Al}$, ó $\frac{k}{m} = 0,155$, una basicidad $(\frac{n}{3m} \times 100) = 52,0\%$ y 10,3% de Al_2O_3 .



425455

Al₂O₃.

Muestra Núm. 3:

650 g de una solución de aluminato de sodio que tenía una proporción molar de $\frac{Na_2O}{Al_2O_3} = 1,30$ y 4,0% de Al₂O₃ se añadieron a la temperatura normal a 465 g de una solución de sulfato de aluminio que contenía 4,0% de Al₂O₃ para producir un precipitado. El precipitado se separó y se lavó con agua, para obtener un gel de sulfato básico de aluminio que contenía 16,3% de Al₂O₃, 8,4% de SO₄ y 0,4% de Na₂O. Se añadieron 100 g de este gel a 170 g de una solución de cloruro de aluminio de 6,1% de Al₂O₃, se calentó la mezcla a 80°C para disolver el gel y dió una solución de cloruro básico de aluminio que tenía una proporción molar de $\frac{SO_4}{Al}$, ó $\frac{k}{m} = 0,167$, basicidad $(\frac{n}{3m} \times 100) = 52,0\%$ y 10,2% de Al₂O₃.

Muestra Núm. 4:

Por el procedimiento del Experimento 1, se prepararon diversas soluciones de cloruro básico de aluminio que tenían las composiciones siguientes:

A₁: Proporción molar $\frac{SO_4}{Al} (= \frac{k}{m}) = 0,149$, basicidad $(\frac{n}{3m} \times 100) = 51,7\%$, Al₂O₃ = 10,2%

A₂: Proporción molar $\frac{SO_4}{Al} (= \frac{k}{m}) = 0,105$, basicidad $(\frac{n}{3m} \times 100) = 64,0\%$, Al₂O₃ = 10,3%

A₃: Proporción molar $\frac{SO_4}{Al} (= \frac{k}{m}) = 0,102$, basicidad $(\frac{n}{3m} \times 100) = 52,3\%$, Al₂O₃ = 10,2%.



425455

Se efectuó un ensayo de tratamiento de agua utilizando la solución de cloruro básico de aluminio de cada uno de los Núms. de Muestra 1 al 4 arriba mencionados.

El ensayo se realizó de acuerdo con el procedimiento del Experimento 2 y utilizando la misma agua de ensayo que en el Ejemplo 2.

Tabla 4

Muestra Núm.	Dosificación de Al ₂ O ₃ (partes por millón)	Flóculo		Sobrenadante		
		Tiempo de formación (segundos)	Tamaño	pH	Turbidez	
T e s t i g o s	1	3	420	Pequeño	6,6	23
		5	300	Muy pequeño	6,5	18
	2	3	90	Grande	6,6	5
		5	60	Grande	6,5	2
	3	3	60	Grande	6,6	4
		5	50	Muy Grande	6,5	3
P r o d u c t o d e l a p r e s e n t e i n v e n c i o n	4-A ₁	3	50	Grande	6,6	1
		5	30	Muy Grande	6,5	0,2
	4-A ₂	3	80	Muy Grande	6,6	2
		5	60	Muy Grande	6,5	0,8
	4-A ₃	3	40	Grande	6,6	0,4
		5	20	Muy Grande	6,5	0,1



425455

5. Como en la tabla anterior, se reconoce que el efecto de coagulación de la solución de la sal básica de aluminio obtenida por el procedimiento de la presente invención es evidentemente mayor que el del producto obtenido por el procedimiento conocido.

10. Es decir, que se supone que, cuando se prepara una solución de una sal básica de aluminio por el procedimiento de la presente invención, se formará un complejo de aluminio polinuclear de un grado de polimerización adaptado para el tratamiento de aguas y una estructura estable, como resultado de los procedimientos de producción y disolución del gel.

15. La solución de la sal básica de aluminio preparada por la presente invención se puede utilizar no sólo como coagulante para tratamiento de aguas, sino también como agente de fijación del encolado en la industria del papel, aglutinante refractario y agente de tratamiento de superficies para metales, etc., exactamente del mismo modo que otras soluciones de sales básicas de aluminio en general. La solución de la presente invención puede secarse para dar un polvo.

20. Ejemplo 1:

25. 300 g de una solución acuosa mixta de cloruro de aluminio y sulfato de aluminio (Al_2O_3 , 10,6%; proporción molar $\frac{SO_4}{Al} = \frac{k}{m} = 0,14$; temperatura del líquido 10,2°C) se pusieron en un vaso de precipitados de 1 litro, se enfriaron en un baño de agua a 7°C y

425455



5 se añadieron a los mismos 180 g de una solución acuosa de aluminato de potasio (Al_2O_3 , 8,73%; proporción molar $\text{K}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,41$; temperatura del líquido 15,2°C) a lo largo de 15 minutos y con agitación, para dar una solución acuosa en la que estaba dispersado un gel.

Se introdujo luego este vaso de precipitados en un baño de agua caliente a 65°C para disolver el gel con agitación. Al cabo de 1 hora, se filtró la solución con papel de filtro para dar 478 g de una solución de una sal básica de aluminio.

10 Análisis:

Al_2O_3 9,94%, SO_4 1,72%, K_2O 4,27%, Cl 12,60%, basicidad 48,6%

Ejemplo 2:

15 740 g de una solución acuosa de nitrato de aluminio de baja basicidad (Al_2O_3 6,20%, proporción molar $\text{Al}/\text{NO}_3 = 0,38$) se pusieron en un mezclador. Se añadieron a éste 185 g de una solución acuosa de aluminato de sodio (Al_2O_3 10,90%; proporción molar $\frac{\text{Na}_2\text{O}}{\text{Al}_2\text{O}_3} = 1,25$) durante 12 minutos, bajo agitación. Y se añadieron después al conjunto 75 g de una solución acuosa de sulfato de aluminio (20 Al_2O_3 7,4%). La temperatura de la solución mixta era en este momento de 32°C. La cantidad total de esta solución que contenía un gel se puso en un matraz de 2 l. y se disolvió por completo a 60°C durante 35 minutos para dar 1000 g de una solución de nitrato básico de aluminio.

25 Análisis:

425455



Al_2O_3 7,16%, SO_4 1,57%, Na_2O 1,53%, NO_3 14,67%,
basicidad 47,8%

Ejemplo 3:

5 620 g de ácido clorhídrico al 35%, 64 g de ácido sul-
fúrico al 75% y agua se añadieron a 190 g de un polvo fino de
bauxita (Al_2O_3 68,38%, Fe_2O_3 1,85%) y la mezcla se calentó pa-
ra descomponerla a 110°C durante 3 horas, y se filtró para dar
1048 g de una solución (proporción de equivalentes químicos,

10 $\frac{\text{Al}}{\text{Cl} + \text{SO}_4 - \text{Fe}} = 1,09$; proporción molar $\frac{\text{SO}_4}{\text{Al}}$, ó $\frac{k}{m} = 0,21$; Al_2O_3
11,50%).

294 g de esta solución se pusieron en un vaso de preci-
pitados de 1 l., y se enfriaron en un baño de agua a 20°C. Se aña-
dieron a la solución, durante el transcurso de 10 minutos, 230 g
de una solución de aluminato de sodio (relación molar, $\frac{\text{Na}_2\text{O}}{\text{Al}_2\text{O}_3} = 1,37$;
15 Al_2O_3 10,50%) obtenida por adición de 350 g de hidróxi-
do de sodio y agua a 500 g de un polvo fino de bauxita, descomposi-
ción de la mezcla por calentamiento de la misma durante 1,5 horas y
filtración, para dar una solución a 35°C en la que estaba dispersa-
do un gel.

20 Se puso después este vaso en un baño de agua caliente a
60°C y se disolvió el gel con agitación para dar 520 g de una solu-
ción de una sal básica de aluminio.

Análisis:

25 Al_2O_3 11,15%, Cl 10,74%, SO_4 2,53%, Na_2O 3,87%, Fe_2O_3
1,16%, basicidad 64,9%

4254550



Ejemplo 4:

400 g de una solución de cloruro básico de aluminio
(Al_2O_3 12,5%, proporción de equivalentes químicos, $\frac{Al}{Cl} = 1,35$)
se pusieron en un mezclador. Se añadió a esta solución, en el
5 transcurso de 15 minutos y con agitación, una solución mixta de
330 g de una solución de aluminato de sodio (Al_2O_3 8,50%; propor-
ción molar, $\frac{Na_2O}{Al_2O_3} = 1,25$) y 70 g de una solución de sulfato de
10 amonio (SO_4 29,09%). La temperatura de la solución mixta en es-
te momento era de 35°C.

Esta solución mixta que contenía un gel se transfirió
a un matraz de 1 l. y, cuando se mantuvo el gel a una temperatu-
ra de 60°C, se disolvió por completo en 0,5 horas aproximadamen-
te para dar 800 g de una solución de una sal básica de aluminio.
15 Análisis:

Al_2O_3 9,76%; Cl 9,66%; SO_4 2,55%; Na_2O 2,66%; N D,74%;
basicidad 67,4%.

Ejemplo 5:

300 g de una solución mixta de una solución de cloruro
20 de aluminio y una solución de sulfato férrico (Al_2O_3 9,80%; Fe_2O_3
1,25%; Cl 20,44%; SO_4 2,25%) se pusieron en un vaso de precipita-
dos de 1 l. Se añadieron a éste, en el transcurso de 15 minutos,
180 g de una solución de aluminato de sodio (Al_2O_3 10,50%; Na_2O
9,32%; SO_4 2,07%) obtenida por adición de ácido sulfúrico, hidró-
25 xido de sodio y agua a un polvo fino de hidróxido de aluminio. La

425455



temperatura de la solución mixta en este momento era de 32°C.

Se introdujo luego este vaso de precipitados en un baño de agua caliente a 60°C, y se disolvió el gel con agitación durante aproximadamente 1 hora para dar 478 g de una solución de una sal básica de aluminio.

5

Análisis:

Al_2O_3 10,10%, Fe_2O_3 0,78%, Cl 12,83%, SO_4 2,19%, Na_2O 3,51%; basicidad 55,4%.

Ejemplo 6:

10

200 g de una solución de sulfato de magnesio (MgO 3,53%) se pusieron en un vaso de precipitados de 1 l., y se enfriaron en un baño de agua a 18°C. Se añadieron a esta solución, en el transcurso de 15 minutos y con agitación, simultáneamente 400 g de una solución de cloruro básico de aluminio (Al_2O_3 10,35%; proporción de equivalentes químicos, $\frac{\text{Al}}{\text{Cl}} = 1,12$) y 150 g de una solución de aluminato de sodio (Al_2O_3 10,5%; proporción molar $\frac{\text{Na}_2\text{O}}{\text{Al}_2\text{O}_3} = 1,2$), para dar

15

una solución acuosa (a 32°C) en la que estaba dispersado un gel.

20

Se introdujo luego este vaso de precipitados en un baño caliente a 65°C y se disolvió el gel durante 40 minutos con agitación para dar 745 g de una solución de una sal básica de aluminio transparente.

Análisis:

25

Al_2O_3 7,67%; Cl 10,35%, SO_4 2,26%, Na_2O 1,54%, MgO 0,95%, basicidad 46,3%

425455



Ejemplo 7:

500 g de una solución de nitrato de aluminio (Al_2O_3 6,50%) se pusieron en un vaso de precipitados de 1 l., el cual se introdujo en un baño de agua a 15°C. Se añadieron a dicha solución, en el transcurso de 10 minutos y con agitación, 95 g de una solución de alumbre de sodio (SO_4 11,41%) y luego 140 g de una solución de aluminato de sodio (Al_2O_3 15,30%; proporción molar $\frac{\text{Na}_2\text{O}}{\text{Al}_2\text{O}_3} = 1,25$) para dar una solución acuosa a 28°C que contenía un gel. El gel se disolvió por agitación en el vaso mantenido en un baño de agua caliente a 65°C, para dar 732 g de una solución de una sal básica de aluminio.

Análisis:

Al_2O_3 7,76% NO_3 16,20%, SO_4 1,48%, Na_2O 2,46%, basicidad 53,4%.

Ejemplo 8:

232 g de una solución de sulfato de zinc (ZnO 6,16%) se utilizaron en lugar de la solución de sulfato de magnesio en el procedimiento del Ejemplo 6 para preparar 782 g de solución de sal básica de aluminio.

Análisis:

Al_2O_3 7,31%, Cl 9,86%, SO_4 2,15%, Na_2O 1,47%, ZnO 1,83%, basicidad 46,3%.

Ejemplo 9:

184 g de una solución de sulfato de potasio (K_2O 8,96%) se utilizaron en lugar de la solución de sulfato de magnesio en el proce-

425455



dimiento del Ejemplo 6 para preparar 734 g de una solución de sal básica de aluminio.

Análisis:

Al₂O₃ 7,79%, Cl 10,50%, SO₄ 2,29%, Na₂O 1,57%, K₂O 2,25%,
5 basicidad 46,3%

Ejemplo 10:

85 g de una solución de sulfato básico de aluminio proporción de equivalentes químicos, $\frac{Al}{SO_4} = 1,27$; Al₂O₃ 7,50%) se utilizaron en lugar de la solución de sulfato de aluminio en el procedimiento del Ejemplo 2 para preparar 1010 g de una solución de sal básica de aluminio.

Análisis:

Al₂O₃ 7,17%, NO₃ 14,53%, SO₄ 1,40%, Na₂O 1,52%, basicidad 49,1%.

15

Ejemplo 11:

19 g de un polvo de hidrogenosulfato de sodio se utilizaron en lugar de la solución de sulfato de aluminio en el procedimiento del Ejemplo 2 para preparar 944 g de una solución de una sal básica de aluminio.

20

Análisis:

Al₂O₃ 7,00%, NO₃ 15,54%, SO₄ 1,61%, Na₂O 2,14%, basicidad 45,3%.

Ejemplo 12:

586 g de ácido clorhídrico al 35%, y 32 g de un polvo de alumbre de amonio se añadieron con algo de agua a 60 g de un polvo

25



425455

de aluminio y la mezcla se calentó para que reaccionase a 110°C durante 4 horas para dar 1040 g de solución (proporción de equivalentes químicos, $\frac{Al}{Cl + SO_4 - NH_4} = 1,18$; proporción molar, $\frac{SO_4}{Al}$ ó $\frac{k}{m} = 0,06$; Al_2O_3 11,24%).

5

La cantidad total de esta solución se puso en un matraz de 2 l. y se enfrió en un baño de agua a 20°C. Se añadieron a esta solución, en el transcurso de 15 minutos y con agitación, 350 g de una solución de aluminato de sodio (proporción molar, $\frac{Na_2O}{Al_2O_3} = 1,20$; Al_2O_3 8,56%) Se obtuvo una solución que contenía un gel en dispersión (32°C).

10

Después de ello, con el matraz introducido en un baño de agua a 70°C, se disolvió el gel con agitación para dar 1390 g de una solución de sal básica de aluminio.

15

Análisis:

Al_2O_3 10,57%, Cl 14,32%, SO_4 0,98%, N 0,07%, Na_2O 1,57%, basicidad 40,7%.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Japon, el 19 de Abril de 1973, bajo el número 44475/73, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

425455



REIVINDICACIONES

5 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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª.- Un procedimiento para preparar una solución estable de la sal básica de aluminio representada por la fórmula general:



15 en la que X denota Cl ó NO₃, k, m y n son índices positivos individuales, $3m > n + 2k$, la basicidad ($\frac{n}{3m} \times 100$) es de 30 a 70% y $\frac{k}{m} = 0,01$ a 0,3, caracterizado por mezclar un sulfato soluble en agua o una solución que contiene SO₄, una solución que contiene Al y X y una solución de aluminato alcalino en condiciones de temperatura inferior a 40°C de tal modo que pueda producirse un gel, y mantener
20 después la mezcla total a una temperatura comprendida entre 50 y 80°C a fin de que pueda disolverse el gel para dar una solución de una sal básica de aluminio.

25 2ª.- Un procedimiento para preparar una solución estable de la sal básica de aluminio representada por la fórmula general de la reivindicación 1ª, caracterizado por mezclar una solución que contiene Al, X y SO₄ y una solución de aluminato alcalino en condiciones de

23.4.74

425455



temperatura inferior a 40°C de tal modo que pueda producirse un gel, y mantener después la mezcla total a una temperatura comprendida entre 50 y 80°C a fin de que pueda disolverse el gel para dar una solución de una sal básica de aluminio.

5

3ª.- Un procedimiento para preparar una solución estable de la sal básica de aluminio representada por la fórmula general de la reivindicación 1ª, caracterizado por mezclar una solución que contiene Al y X y una solución de aluminato alcalino que contiene SO_4 en condiciones de temperatura inferior a 40°C de tal modo que pueda producirse un gel, y mantener después la mezcla total a una temperatura comprendida entre 50 y 80°C a fin de que pueda disolverse el gel para dar una solución de una sal básica de aluminio.

10

15

4ª.- Un procedimiento para preparar una solución estable de la sal básica de aluminio de acuerdo con la reivindicación 2ª, en el que la concentración de Al_2O_3 de dicha solución que contiene Al, X y SO_4 es de 5 a 15% en peso.

20

5ª.- Un procedimiento para preparar una solución estable de la sal básica de aluminio de acuerdo con la reivindicación 3ª, en el que la concentración de Al_2O_3 de dicha solución que contiene Al y X es de 5 a 15% en peso.

25

6ª.- Un procedimiento para preparar una solución estable de la sal básica de aluminio de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 2ª y 4ª, en el que la proporción de equivalentes químicos, $\frac{Al}{X + SO_4}$ de dicha solución que contiene Al, X y SO_4 es



425455

de 0,5 a 1,4.

5 7ª.- Un procedimiento para preparar una solución estable de la sal básica de aluminio de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 3ª y 5ª, en el que la proporción de equivalentes químicos, $\frac{AL}{X}$ de dicha solución que contiene Al y X es de 0,6 a 1,5.

10 8ª.- Un procedimiento para preparar una solución estable de la sal básica de aluminio de acuerdo con la reivindicación 2ª, en el que la proporción molar de metal alcalino a aluminio de dicha solución de aluminato alcalino es de 1,1 a 2,0 y su concentración de Al_2O_3 es de 1 a 15% en peso.

15 9ª.- Un procedimiento para preparar una solución estable de la sal básica de aluminio de acuerdo con la reivindicación 3ª, en el que la proporción molar de metal alcalino a aluminio de dicha solución de aluminato alcalino que contiene SO_4 es de 1,1 a 2,0, su concentración de Al_2O_3 es de 1 a 15% en peso y su concentración de SO_4 es de 1 a 10% en peso.

10ª.- Un procedimiento para preparar una solución estable de una sal básica de aluminio.

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

Esta Memoria consta de treinta y dos hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 30 ABR. 1974

P. A.

Fernando de Alburquerque
Per Fod.

25

25-4-74/CMA.