

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



0.50107 OPC

19 ES	11 NUMERO	10 A2
	21 436.472	
	22 FECHA DE PRESENTACION	
	26-3-1975	

CERTIFICADO DE ADICION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
49835 A/74	28-3-1974	ITALIA

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	61 PATENTE A LA CUAL SE ADICIONA
	CO1F	

64 TITULO DE LA INVENCIÓN

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL Nº 412.423", DEPOSITADA EN 28 DE FEBRERO DE 1973, POR:
"PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE CLOROHIDROXIDOS DE ALUMINIO"

71 SOLICITANTE (S)

SNAMPROGETTI S.p.A., sociedad anónima italiana.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

MILAN (Italia), Corso Venezia, 16.

72 INVENTOR (ES)

Bruno Notari y Luigi Rivola

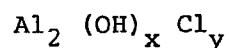
73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

Don JAIME GOMEZ-ACEBO Y MODET

La presente invención se refiere a mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal Nº 412.423, depositada en 28 de Febrero de 1973, por: "Procedimiento para la producción de clorohidróxidos de aluminio".

5 La Patente principal se refiere a un procedimiento para la producción de clorohidróxidos de aluminio del tipo de los que tienen por fórmula



10 en la que x e y oscilan entre 1 y 3,5 y entre 5 y 2,5, respectivamente.

Según se describe en la Patente principal, un óxido de aluminio o agua que contenga un tal óxido se hace reaccionar con ácido clorhídrico en presencia de un exceso de óxido de aluminio con respecto a la cantidad estequiométrica necesaria para obtener tricloruro de aluminio.

15 La reacción se efectúa a una temperatura comprendida entre 100°C y 160°C y el material de partida puede seleccionarse entre alúmina Bayer, bauxita, gibbsita, hidrargilita, boehmita; según se ha indicado más arriba, se emplea un exceso de tales compuestos con respecto a la cantidad estequiométrica necesaria para obtener un derivado tricloruro, particularmente un exceso de 2, 4 ó 5 veces la cantidad estequiométrica necesaria.

25 Ahora se ha descubierto, y ello constituye el objeto de la presente invención, que si se efectúa la reacción a temperaturas más elevadas, puede emplearse una cantidad de óxido de aluminio, o de agua que contenga un tal óxido, en la proporción estequiométrica o únicamente con un ligero exceso con respecto a la cantidad necesaria para obtener

cloruro, obteniéndose clorohidróxidos de aluminio de la fórmula arriba indicada en los que, sin embargo, x oscila entre 1 y 4 e y entre 5 y 2.

5 El material de partida puede seleccionarse también en este caso entre alúmina Bayer, bauxita, gibbsita, hidrargilita, diásporo, boehmita, pero debe destacarse que el empleo particular de alúmina Bayer (α - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$) permite efectuar la reacción en tiempos de reacción más cortos y obtener mayor cantidad de clorohidróxidos de alu-
10 minio básicos.

El procedimiento según la invención consiste en tratar el material de partida con una solución acuosa de ácido clorhídrico, en un contenido de entre 30 y 37 %, mediante el empleo de proporciones estequiométricas de los reactivos
15 o bien de un ligero exceso de alúmina, hasta un máximo de un 50 %.

La reacción se efectúa a una temperatura comprendida entre 160 y 270°C y a una presión comprendida entre 0,1 y 50 kg/cm².

20 Al término del ataque se obtiene un cuerpo sólido constituido esencialmente por alúmina que no ha reaccionado, el cual puede separarse y volverse a introducir en el recipiente de reacción; también ahora pueden subrayarse las ventajas derivadas del empleo de alúmina Bayer con respecto
25 a otros compuestos de Al. Por ejemplo, el empleo de bauxita en la reacción de ataque preliminar da lugar a la formación de un cuerpo sólido que contiene sílice y alúmina en una proporción dependiente de las condiciones de reacción parti-

culares y del tipo de bauxita. Las diferentes estructuras cristalográficas y la diferente granulometría dan lugar, con respecto a la bauxita y a los demás minerales mencionados, a una velocidad de reacción inferior, lo que se traduce, a igual temperatura, en tiempos de reacción más largos, del orden de magnitud de 2 a 5 veces superiores a los otros.

Las condiciones de funcionamiento y las posibles aplicaciones de los clorohidróxidos obtenidos son las mismas que en la patente principal, a la cual se remite para cualquier detalle adicional.

EJEMPLO 1

Se empleó alúmina Bayer con partículas de 40 - 70 μ de diámetro.

El ataque se efectuó de la manera siguiente:

50 kg de alúmina seca (α - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) se hicieron reaccionar con 110 kg de ácido clorhídrico en una solución acuosa al 33 % en peso.

La reacción se llevó a cabo en un reactor de acero esmaltado con una capacidad útil de 160 l provisto de un agitador de ancla, giratorio a 80 revoluciones por minuto, y suministrando al reactor nitrógeno hasta una presión de 0,5 kg/cm^2 . La temperatura se aumentó desde la temperatura ambiente hasta 180°C durante 30 minutos, y la reacción se continuó durante 4 horas a 180°C, siendo la presión final de 8 kg/cm^2 . Al término de la misma se obtuvo un precipitado constituido por alúmina (α - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) no reaccionada, correspondiente al 1 % de la alúmina alimentada. Por consiguiente, el producto final no requería filtrado alguno y

presentaba una cantidad de Al_2O_3 equivalente a un 19,5 % y una densidad, determinada a 20°C , equivalente a 1,40. El análisis químico confirmó que se trataba de un clorohidróxido de fórmula $\text{Al}_2(\text{OH})_3\text{Cl}_3$. Más particularmente, el análisis químico total del producto resultante después de la separación del precipitado fue el siguiente:

	Al_2O_3	19,5 % (en peso)
	Cl	21,0 % " "
	Fe	45 ppm
10	Na	0,12 %
	Ti	10 ppm
	Si	10 "
	pH	0,9

EJEMPLO 2

15 Se empleó igual material que en el ejemplo precedente y se efectuó la siguiente reacción:

800 g de alúmina seca ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) se hicieron reaccionar con 1000 g de ácido clorhídrico en una solución acuosa al 37 % en peso.

20 La reacción de ataque se llevó a cabo en un reactor de Hastalloy B dotado de un agitador de accionamiento magnético, giratorio a una velocidad de 200 revoluciones por minuto.

25 Antes de iniciarse la reacción se sustituyó el aire del reactor por nitrógeno hasta una presión residual de 0,5 kg/cm^2 .

La temperatura se aumentó entonces desde la temperatura ambiente hasta 230°C durante 30 minutos, y la reacción se

continuó durante 6 horas a 230°C, siendo la presión final de 25 kg/cm².

Al término de la misma se redujo la temperatura a 80°C y se añadieron 700 g de agua destilada.

5 El análisis químico mostró un precipitado constituido por alúmina (α -Al₂O₃ · 3H₂O) no reaccionada, correspondiente al 2 % de la alúmina alimentada.

Por consiguiente, el producto final no requirió filtrado alguno y presentaba un contenido de Al₂O₃ equivalente al 19,5 %, así como una densidad a 20°C equivalente a 1,41.

El análisis químico confirmó la presencia de un clorohidróxido de aluminio de fórmula Al₂(OH)₄Cl₂.

Más particularmente, el análisis químico total del producto resultante después de la separación del precipitado fue el siguiente:

	Al ₂ O ₃	19,5 %
	Cl	14,4 %
	Fe	45 ppm
20	Na	0,12 %
	Ti	10 ppm
	Si	10 "
	pH	1,7

EJEMPLO 3

25 El material de partida fue bauxita, molida a partículas con un tamaño de 120 a 180 mallas, con la siguiente composición (en peso):

Al_2O_3	65 %
Fe_2O_3	4 %
SiO_2	12 %
TiO_2	2 %

5 El ataque se efectuó haciendo reaccionar 145 kg de bauxita con 100 kg de HCl en solución acuosa a un 37 % en peso.

Con respecto a las condiciones de ataque y al reactor empleado, se hace referencia al ejemplo 1.

10 Después de la introducción de N_2 (a $0,5 \text{ kg/cm}^2$) en el reactor, se aumentó la temperatura hasta 180°C durante 30 minutos, y luego se continuó la reacción durante 45 horas a 180°C .

15 Al término del ataque del ácido se observó que únicamente el 25 % de la bauxita alimentada había sido disuelta y que el resto constituía el precipitado no reaccionado.

El análisis químico de la suspensión, después de la separación del precipitado, mostró la siguiente composición:

20	Al_2O_3	13,5 %
	Cl	20,7 %
	Fe	1,5 %

El análisis químico del precipitado mostró la siguiente composición:

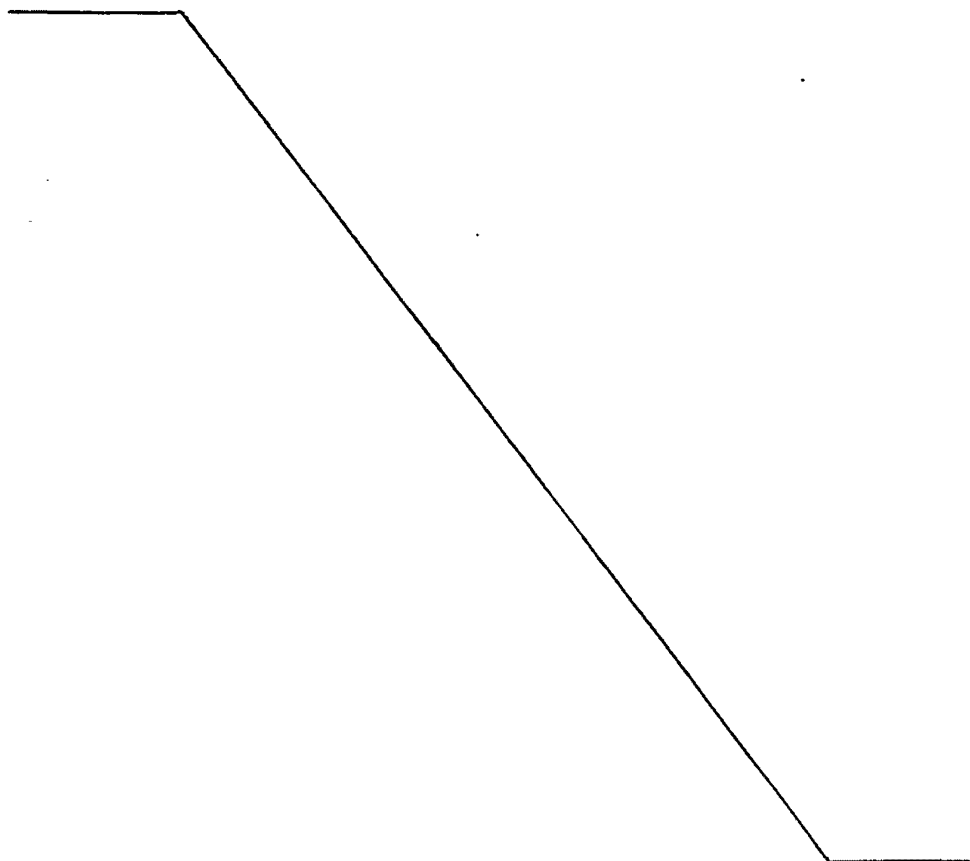
25	Al_2O_3	54 %
	SiO_2	10 %
	Fe	0,9 %

El clorohidróxido así obtenido presentaba la fórmula $\text{Al}_2(\text{OH})_{1,5}\text{Cl}_{4,5}$.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de ponerlo en práctica, se hace constar que todo cuanto no altere, cambie o modifique su principio fundamental, puede quedar sometido a variaciones de detalle.

5 También se hace constar que esta invención corresponde a la descrita en la Solicitud de Patente de Adición Nº 49835 A/74, depositada en Italia en 28 de Marzo de 1974, cuya prioridad se reivindica de acuerdo con los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo esencial y por lo que se solicita

10 Primer Certificado de Adición a la Patente principal Nº 412.423, lo que queda resumido en las siguientes reivindicaciones:



REIVINDICACIONES

1^a.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal N^o 412.423, depositada en 28 de Febrero de 1973, por: "Procedimiento para la producción de clorohidróxidos de aluminio", comprendiendo un ataque mediante ácido clorhídrico de óxidos de aluminio o agua que contenga tales óxidos, presentes en una cantidad igual o ligeramente mayor que la cantidad estequiométrica necesaria para obtener un derivado de cloruro, caracterizadas porque para la producción de clorohidróxidos de aluminio del tipo de los que tienen por fórmula $Al_2(OH)_xCl_y$, en la que x e y oscilan entre 1 y 4 y entre 5 y 2, respectivamente, la reacción se efectúa a una temperatura comprendida entre 160°C y 270°C.

2^a.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal N^o 412.423 según la reivindicación 1^a, caracterizadas porque la reacción se efectúa mediante empleo de una solución de ácido clorhídrico en una concentración de entre 30 y 37 %.

3^a.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal N^o 412.423 según las reivindicaciones precedentes, caracterizadas porque como compuesto de aluminio se emplea preferentemente alúmina de fórmula $\alpha-Al_2O_3 \cdot 3 H_2O$.

4^a.- MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL N^o 412.423, DEPOSITADA EN 28 DE FEBRERO DE 1973, POR: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE CLOROHIDROXIDOS DE ALUMINIO", tal y como queda descrito y reivindicado en la presente

memoria que consta de nueve hojas mecanografiadas por una sola cara.

BARCELONA, 26 de Marzo de 1975.

SNAMPROGETTI S.p.A.
P.P.

J. GOMEZ-ACEBO Y MODFT
P. B. Fdo. E. Ferrocarril Colón

