

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

10 ES	11 21	NUMERO 44 9587	19 AI
	22	FECHA DE PRESENTACION 6-7-1976	

PATENTE DE INVENCION

P.- 63.371
AJH/1541

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO 28603/75	7-7-75	Gran Bretaña

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C01F	48 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION "UN PROCEDIMIENTO PARA CONTROLAR LA PROPORCION DE OKALATO SODICO EN EL LIQUIDO EMPLEADO EN EL PROCESO BAYER PARA LA OBTENCION DE ALUMINA A PARTIR DE MENAS DE BAUXITA"

71 SOLICITANTE (S) ALCAN RESEARCH AND DEVELOPMENT LIMITED
--

DOMICILIO DEL SOLICITANTE 1, Place Ville Marie, Montreal, Quebec, Canadá.
--

72 INVENTOR (ES) Andrew Nicolson Carruthers, John Edward Deutschman y Michael George Willis
--

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ
--

TGG.

**POOR
QUALITY**

La presente invención se refiere a mejoras en el proceso Bayer para la producción de alúmina a partir de menas de bauxita.

5 En el proceso Bayer la mena de bauxita se digiere en un líquido de sosa cáustica, que después se clarifica para retirar el "lodo rojo" insoluble y luego se hace pasar a un precipitador, en el que se siembra con alúmina trihidratada pura y se enfría para precipitar un producto de alúmina trihidratada del líquido sobresaturado. El líquido agotado se hace recircular a la etapa de digestión, después de reponer las pérdidas de sosa cáustica y de concentrar apropiadamente el líquido agotado.

10 En el proceso, el líquido cáustico se va contaminando progresivamente con sustancias orgánicas, principalmente compuestos de sodio de diversos ácidos carboxílicos. El principal contaminante orgánico es oxalato sódico y es práctica habitual denominar a los contaminantes orgánicos colectivamente como "oxalato sódico". Esta contaminación tiene diversos orígenes, siendo debida en parte a la digestión de sustancias orgánicas que se introducen a la etapa de digestión en la mena de bauxita. En parte los contaminantes orgánicos existentes en el líquido agotado pueden deberse al uso de agentes de floculación, tales como harina de trigo, en la clarificación del líquido de digestión antes de la precipitación.

20 La presencia de estos contaminantes orgánicos en el líquido del proceso Bayer conduce a muchas desventajas en el proceso. En particular se encuentra que los contaminantes de oxalato de sodio coprecipitan con el hidróxido de aluminio, ocasionando pérdidas de producción median

te una mala sedimentación en los tanques de sedimentación, en que se recoge la alúmina trihidratada "semilla", pura.

En la operación comercial se encuentra necesario controlar la proporción de oxalato sódico. Tal control puede ejercerse de diversos modos. Un método de conseguir tal control es lavar la alúmina trihidratada "semilla" antes de recargarle al sistema con objeto de lixiviar el oxalato sódico que coprecipita con la alúmina trihidratada del líquido sembrado. Los lavados se tratan habitualmente después con cal para precipitar oxalato cálcico, que se filtra, devolviéndose el filtrado al sistema Bayer para conservar la sosa cáustica. Otros caminos seguidos incluyen retirar, de modo más o menos continuo, una corriente menor del líquido del proceso, evaporarla a sequedad y calcinar los sólidos que resultan para quemar el contenido orgánico total. En otro método el líquido del proceso retirado se evapora parcialmente hasta que precipitan simultáneamente carbonato sódico y oxalato sódico del líquido concentrado. Las sales de sodio se separan del líquido y o bien se tratan con cal o se calcinan. Puede añadirse material de aluminio, por ejemplo la bauxita, al proceso de calcinación, para producir aluminato sódico adicional para el circuito Bayer. Todos estos caminos son costosos para llevarles a cabo y complejos, aún cuando algunos proporcionan beneficios adicionales a la separación de oxalato. Las Patentes de Estados Unidos n^{os}. 2.935.376; 2.981.600; 3.372.985 y 3.649.185 describen diversos métodos para contrarrestar la presencia de oxalato sódico.

El objeto de la presente invención es propor---

5 cionar un método para controlar la proporción de oxalato
sódico en el líquido del proceso Bayer, que es más senci-
llo y más económico tanto en términos de los costos de -
operación como en términos de costo de equipo, que los -
métodos empleados habitualmente.

10 El método de la presente invención surge de la
observación de que el oxalato sódico precipita más fácil-
mente del líquido del proceso Bayer, sobresaturado con -
respecto a oxalato sódico, sobre aquellas partes de un -
evaporador que quedan por encima del nivel del líquido, -
en otras palabras, sobre aquellas partes del recipiente
sobre las que el líquido ha salpicado en forma de peque-
ñas gotitas.

15 Por consiguiente, se ha llegado a la conclusión
de que el oxalato sódico puede ser precipitado del líqui-
do del proceso Bayer, sobresaturado con oxalato sódico, -
cuando se someten a impacto gotitas de líquido. Esto pa-
rece ser debido a dos efectos conocidos: desestabiliza-
ción de soluciones sobresaturadas mediante shock mecáni-
co; y evaporación rápida de las gotitas diminutas debida
20 a la elevada superficie en relación con el peso.

25 Según la presente invención, una parte del lí-
quido agotado del proceso Bayer, recuperado de la etapa
de precipitación, se concentra por evaporación y se rocía
después una corriente del líquido del proceso Bayer con-
centrado sobre un relleno existente en un espacio cerra-
do, recogándose luego el líquido y devolviéndole al cir-
cuito del proceso. Además de concentrar por evaporación,
la sobresaturación del líquido del proceso con respecto-
30 a oxalato sódico se aumenta preferiblemente, enfriando -

5 el líquido concentrado antes de rociarlo y/o en el transcurso de la operación de rociado. El líquido agotado se sobresatura con oxalato sódico a medida que sale de la - sección de precipitación, pero se encuentra en un estado de equilibrio metaestable. El proceso de evaporación asociado con el enfriamiento facultativo sirve para aumentar la concentración de oxalato y de iones sodio bien por encima del nivel de equilibrio metaestable.

10 La sobresaturación de oxalato, que proporciona la fuerza motriz para la deposición del oxalato sódico a partir del líquido del proceso, depende de cierto número de factores. Así pues, además de la temperatura y de la concentración de oxalato, el grado de sobresaturación depende también de la concentración de iones sodio debida a la presencia de sosa cáustica (NaOH) y carbonato sódico. Como consecuencia de la disminución de la temperatura del líquido del proceso Bayer concentrado desde el evaporador, aumentará el grado de sobresaturación con respecto al oxalato sódico. La temperatura del líquido del proceso al término de la etapa de evaporación está comprendida típicamente entre 70-80°C. No obstante se prefiere enfriar el líquido a 65°C o más bajo antes de rociar. Con las cantidades relativamente grandes de líquido que es necesario enfriar, esto lleva consigo una operación importante de intercambio de calor. Por esta razón y debido a que el líquido del proceso se hace progresivamente más viscoso con el enfriamiento, se prefiere que el líquido del proceso al término de la operación de enfriamiento - tenga una temperatura comprendida entre 45-70°C consistente con el requisito de tener la sobresaturación crítica-

15

20

25

30

del oxalato sódico.

Del modo más conveniente, la etapa de separación del oxalato se lleva a cabo rociando el líquido del proceso concentrado, en sentido descendente, bajo una presión sustancial, desde la parte superior de una columna vertical, sobre un relleno suelto existente en el interior de la columna. Esto hace que el oxalato precipite sobre el relleno en forma de costras, que pueden ser separadas subsiguientemente mediante disolución en agua, aún cuando se prefiere dejar algo de oxalato sódico sobre el relleno para que actúe como material de semilla. Por consiguiente es preferible proporcionar dos o más columnas dispuestas en paralelo, de modo que por lo menos una columna pueda estar en servicio en la operación de precipitación mientras que el relleno de otra columna por lo menos esté sufriendo el lavado con una corriente de agua para reducir el oxalato sódico precipitado y proporcionar así un paso relativamente desprovisto de obstrucciones, para el líquido a través de la columna.

El relleno de la columna debe ser relativamente inerte tanto en lo que se refiere al líquido del proceso Bayer como al agua de lavado en la etapa de regeneración subsiguiente. En efecto, se ha encontrado que un lecho de virutas de chatarra de acero proporciona un relleno muy satisfactorio para la columna, con este fin. Presenta una superficie adecuada sobre la que las gotitas de líquido obtenidas al rociar colisionan y permite que el líquido fluya libremente a través del relleno después del impacto inicial. El líquido se retira después de la base de la columna y se devuelve al circuito de líquido-

principal directamente o después de un tratamiento adicional, según se explica más adelante.

5 El impacto de las gotitas obtenidas al rociar sobre la parte superior del relleno parece tener el efecto de desestabilizar el contenido de oxalato sódico sobresaturado del líquido, que después de esto se deposita sobre el relleno de la columna como el líquido que gotea a través de él. En un ejemplo el relleno tenía una profundidad de unos 4 metros y el tiempo de permanencia del líquido en su paso a través de la columna era aproximadamente de 1/2 a 1 minuto. Con objeto de aumentar el tiempo durante el cual puede tener lugar la deposición, el líquido retirado de la base de una columna puede hacerse pasar en sentido ascendente a través del relleno de una columna, en la que ya haya sido depositado sobre el relleno oxalato sódico. En un sistema tal deberían proporcionarse por lo menos tres columnas. En la primera etapa de su servicio, la columna podría emplearse para precipitar oxalato sódico del líquido concentrado del proceso Bayer que entra por la parte superior de la columna; en la segunda etapa, el relleno de la columna se emplea como lecho sumergido para la precipitación adicional de oxalato sódico y en la tercera etapa se somete a un lavado regenerativo.

25 El tamaño y velocidad de las gotitas que resultan al rociar, en el momento del impacto con el relleno de la columna, no parece ser especialmente crítico. Sin embargo, se prefiere que el tamaño de la gotita no sea superior a aproximadamente 0,6 mm y se prefiere que la velocidad de la gotita en el instante del impacto sea por

30

lo menos de aproximadamente 10 metros por segundo. Se ha encontrado que pueden conseguirse una velocidad adecuada y un tamaño adecuado de la gotita haciendo pasar el líquido a través de una boquilla de un aspersor de protección contra incendios, que proporciona un rociado en forma de cono hueco bajo las condiciones de operación normales - es decir, una presión de entrada de aproximadamente 3,5 Kg/cm². En general se ha encontrado que la velocidad de deposición aumenta cuanto más fino es el rociado. El número de boquillas de rociar puede hacerse disminuir empleando boquillas que proporcionen una forma de rociado totalmente cónica.

En muchas instalaciones de alúmina que emplean el proceso Bayer es práctica normal concentrar una fracción del líquido agotado procedente de la etapa de precipitación hasta una S.T.T. (sosa titulable total) de más de 285 g/litro (expresándose el contenido de sosa total en términos de Na₂CO₃). Tal líquido concentrado del proceso, típicamente a una temperatura comprendida entre 70-80°C, puede bombearse después directamente a la columna de precipitación de oxalato para rociarle sobre el relleno de la columna.

En otras instalaciones en que la evaporación del líquido se practica en menor escala, sería ventajoso concentrar una fracción del líquido del proceso en circulación hasta una S.T.T. de 290-450 g/litro, dependiendo de condiciones económicas óptimas, sacando ventaja de este procedimiento sencillo para controlar la proporción de oxalato en el líquido del proceso.

En un ejemplo de la invención el líquido del -

proceso agotado se concentró hasta 300 g/litro de S.T.T., se bombeó a través de un conjunto de boquillas de aspersores de protección contra incendios (es decir, boquillas de rociar para atomizado a presión, con formas de rociado cónicas huecas) a una columna de 1,70 metros de diámetro y que contenía una capa de relleno de virutas de acero suave hasta una profundidad de 4 metros. El líquido se suministró a una temperatura de 71°C a la velocidad de 225 litros/minuto y se retiró de la base de la columna a una temperatura de 64,5°C.

Se encontró posible, mediante el uso de esta sencilla disposición, separar oxalato sódico en cantidades hasta de 200 Kg por día. Este oxalato sódico se deposita en forma de costras fuertes sobre la superficie del relleno y, como consecuencia, quedan retenidas en la columna. La extracción efectiva de oxalato sódico por medio de esta columna se hizo aumentar en este ejemplo haciendo pasar una contracorriente de aire en sentido ascendente a través del relleno, para ocasionar un enfriamiento localizado y una concentración localizada además, por evaporación del líquido del proceso.

La regeneración de la columna se consigue con facilidad y para este fin se prefiere usar condensado caliente (95°C) procedente de la etapa de evaporación para disolver el oxalato sódico y retirarle del relleno. Si no hay uso para el oxalato sódico producido de este modo, la solución puede tratarse con cal para precipitar oxalato cálcico, que después puede ser vendido, desechado o calcinado para regenerar la cal. El filtrado después de retirar el oxalato cálcico, se devuelve habitualmente al proceso

Bayer para conservar su valor de sosa cáustica.

El sistema aquí descrito puede ser modificado de diversos modos sin apartarse de la invención. Así, -- puede añadirse a la carga solución de sosa cáustica. Tal adición aumenta el contenido de iones sodio e incrementa de este modo la sobresaturación del líquido del proceso en lo que respecta al oxalato sódico, con el resultado -- de que puede precipitar oxalato sódico a una concentra-- ción inferior de iones oxalato y tiene un efecto similar al de una evaporación o enfriamiento extra del líquido -- del proceso. Debe añadirse sosa cáustica a la corriente de líquido en la mayoría de las instalaciones que siguen el proceso Bayer, para que no se introduzca un gasto ex-- tra. En otra modificación, en lugar de introducir aire por la parte inferior de la columna, puede suministrarse de -- modo continuo aire frío por la parte superior de la colum-- na por encima del relleno y por debajo de las boquillas -- de rociar, para ocasionar un enfriamiento y una evapora-- ción de agua de las gotitas rociadas. El aire puede ser -- suministrado mediante efectos de ventilación naturales a través de entradas existentes en la pared de la columna, proporcionándose la ventilación mediante una chimenea exis-- tente en la parte superior de la columna. En una construc-- ción tal se prefiere incorporar un eliminador de nieblas situado por encima de las boquillas de rociar para separar del aire de escape las gotitas de tamaño de niebla. También puede ser admitido el aire a través de las boquillas de -- rociar, junto con el líquido concentrado, atomizando, eva-- porando y enfriando simultáneamente con ello la corriente de líquido.

Una forma de columna para llevar a cabo la in-- vención se muestra de modo semi-esquemático en la Figura

1 que se acompaña.

Un recipiente de forma de columna cilíndrica 1 se llena parcialmente con un cuerpo de relleno 2, formado con virutas de acero suave. Se proporciona un conjunto de boquillas de rociar en barras de rociar, radiales, 3, dispuestas a 45° unas de otras y a una altura de aproximadamente 1 metro por encima del relleno 2, para asegurar de este modo una distribución uniforme del rociado sobre la parte superior del relleno. Una masa adicional de malla de alambre fino se proporciona en 4, por encima de las barras de rociar 3, para eliminar las gotitas de niebla transportadas en la corriente de aire dirigida en sentido ascendente, que surge de la admisión de aire a través de las puertas 5 y 6 situadas en la parte inferior del recipiente. Se proporcionan conductos 7 y 8 controlados por válvulas, para el suministro, respectivamente, de líquido concentrado del proceso y agua de lavado (condensado) al distribuidor principal 9 que conduce a las barras de rociar 3. El líquido del proceso desoxalatado y la solución de lavado del oxalato se retiran respectivamente a través de las salidas reguladas por válvulas 11 y 12.

Además la columna puede proveerse de una entrada 15 y una salida 16 para permitir que el líquido del proceso, que ha sido sometido ya a la operación de rociado de la invención en una etapa anterior, pase a través del relleno en sentido ascendente, según se ha discutido anteriormente.

El enfriamiento del líquido del proceso en la columna puede conseguirse colocando serpentines de enfriamiento

miento en el interior de la columna o en relación de intercambio de calor con la corriente de líquido del proceso suministrada a través del conducto 7, por ejemplo mediante el uso de una camisa de agua. Estas formas de enfriamiento pueden usarse además de la evaporación por enfriamiento en la columna de rociado.

REIVINDICACIONES

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:

1ª.- Un procedimiento para controlar la proporción de oxalato sódico en el líquido empleado en el proceso Bayer para la obtención de alúmina a partir de menas de bauxita, que comprende concentrar por evaporación una parte del líquido agotado recuperado de la etapa de precipitación para hacerle sobresaturado con respecto a oxalato sódico, rociar tal líquido concentrado sobre un relleno existente en un espacio cerrado para que choque sobre tal relleno en forma de gotitas que se mueven rápidamente, continuándose la evaporación del líquido en la etapa de evaporación hasta que el oxalato sódico exceda de una sobresaturación crítica con referencia a la temperatura de las gotitas en el impacto con el relleno, recuperar el líquido rociado desde el espacio cerrado y recircular dicho líquido al circuito del proceso.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, que comprende además rociar el líquido agotado concentra-

do sobre la parte superior de un lecho abierto de material de relleno, dejar que el líquido efectúe una percolación a través de dicho lecho abierto y recuperar el líquido de la parte inferior de dicho lecho después de la percolación a su través.

5

3a.- Un procedimiento según la reivindicación 2a, en el que el relleno comprende una masa de virutas de acero.

10

4a.- Un procedimiento según la reivindicación 2a, en el que la profundidad del lecho es suficiente para conseguir un tiempo de permanencia del líquido de 1/2 minuto por lo menos durante la percolación a su través.

15

5a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que el líquido se reduce al tamaño de gotitas inferiores a 0,6 mm durante el rociado.

20

6a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, que comprende además rociar el líquido concentrado bajo condiciones que consiguen una velocidad de la gotita superior a 10 metros por segundo en el momento del impacto sobre dicho relleno.

25

7a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a que comprende además concentrar el líquido agotado antes de rociar, hasta un contenido de sosa titulable total superior a 285 g/litro, expresado como Na_2CO_3 .

8a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, que comprende además introducir aire frío en dicho espacio cerrado para enfriar las gotitas de líquido rociado antes de golpear sobre el relleno.

30

9a.- Un procedimiento según la reivindicación 2a, que comprende además hacer pasar una corriente de aire

en sentido ascendente a través del lecho de material de relleno en relación de contracorriente respecto al líquido agotado rociado.

5 10ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, que comprende además añadir sosa cáustica al líquido agotado después de recuperarle de la etapa de precipitación y antes de rociarle.

10 11ª.- Un procedimiento según la reivindicación 2ª, que comprende además hacer pasar el líquido, recuperado después de la percolación, a través del lecho de material de relleno, en sentido ascendente, a través de un lecho sumergido de material de relleno.

15 12ª.- Un procedimiento para controlar la proporción de oxalato sódico en el líquido empleado en el proceso Bayer para la obtención de alúmina a partir de menas de bauxita.

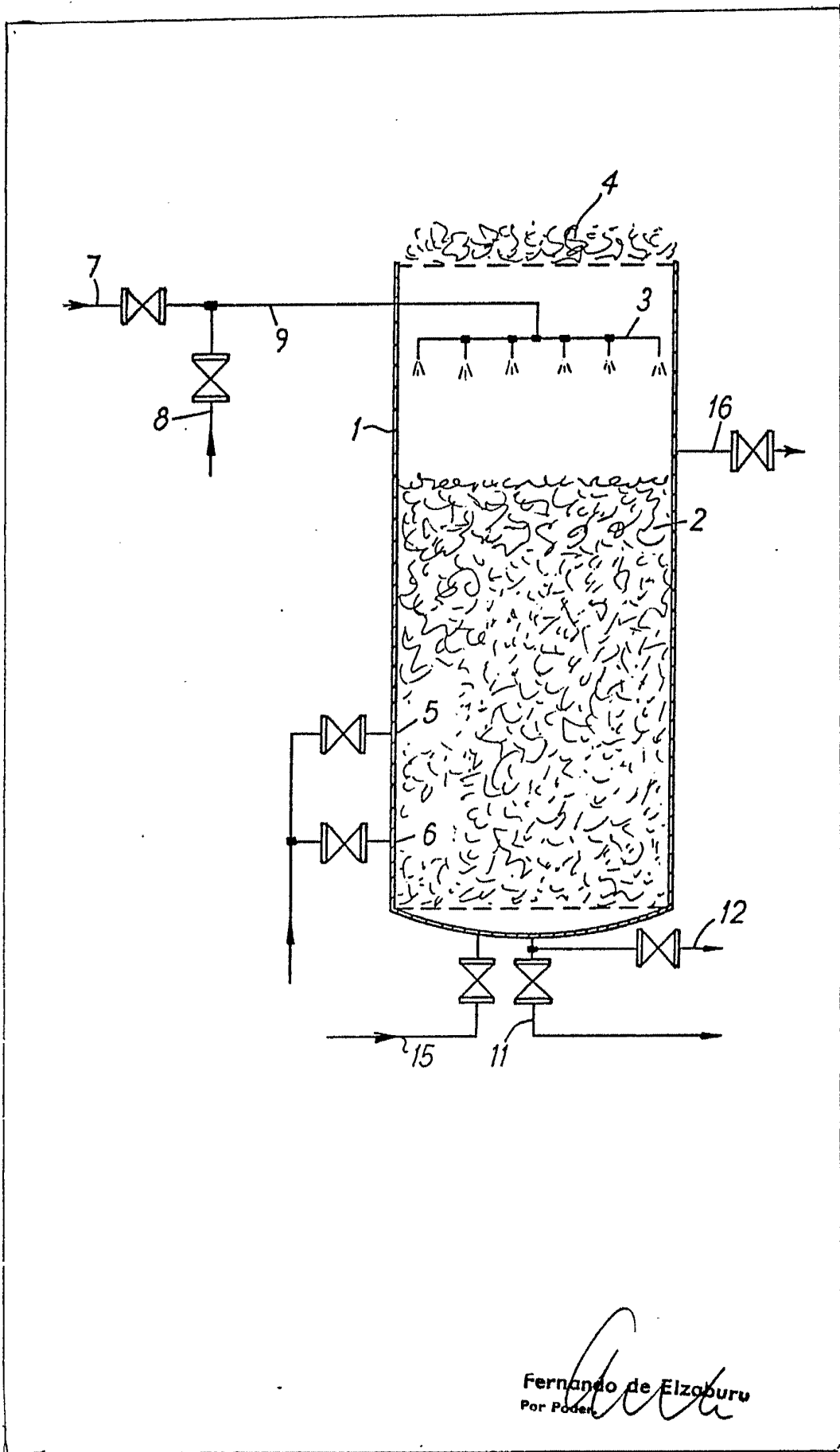
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y -- con los fines que se han especificado.

20 Esta Memoria consta de catorce hojas escritas -- a máquina por una sola cara.

Madrid, 15. JUL. 1976

P.A.

Fernando de Elizaburu
Por Poder.



Fernando de Elizaburu
Por Poder