

PATENTE No.:

0.2 6209

DIA DE EXPEDICION:

17-2-84

SOLICITUD No.: 101535 de reg. de cert. de inv.  
(Antes exp. 177184 de pat.)

FECHA LEGAL: 3 de abril de 1979

HORA: 10:19 A.M.

INVENTO: METODO MEJORADO PARA LA OBTENCION DE ALUMINA A PARTIR DE  
MINERALES QUE CONTIENEN FOSFATO DE ALUMINIO.

INVENTOR: LUIS ERNESTO MIRAMONTES CARDENAS, JAVIER LADRON DE  
GUEVARA RUIZ. y *Francisco* JAVIER ALBERTO RODRIGUEZ

NACIONALIDAD: MEXICANA, *todos.*

TITULAR: INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO

NACIONALIDAD: MEXICANA.

CIUDAD Y PAIS DE RESIDENCIA DEL  
TITULAR: *México,* DISTRITO FEDERAL, MEXICO.

PRIORIDAD:

CLASE: 08=3

(51) INT. CL<sup>3</sup> C 01 F 7/06, 7/30/

C.c.p. la G c ta. *ORS/mcce*

INSTITUTO MEXICANO DE  
LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

Dirección Divisioanal de Promoción y  
Servicios de Información Tecnológica

Concesión: 6209  
Folio: PA/I/1979/001345  
Documento Interno Bibliorato



PA/I/1979/001345

METODO MEJORADO PARA LA OBTENCION DE  
ALUMINA A PARTIR DE MINERALES QUE CONTIENEN  
FOSFATO DE ALUMINIO


NOMBRE Y NACIONALIDAD DE LOS INVENTORES: Ings. Luis Ernesto Miramontes Cárdenas, Javier Hebrero Rodríguez y Francisco - Javier Ladrón de Guevara Ruíz; todos de nacionalidad mexicana, con domicilio en Av. Eje Central Lázaro Cárdenas Norte No. 152, Delegación Gustavo A. Madero, México 07730, D.F.

NOMBRE DEL CAUSAHABIENTE: Instituto Mexicano del Petróleo

NACIONALIDAD: Mexicana

DOMICILIO: Av. Eje Central Lázaro Cárdenas Norte No. 152, Delegación Gustavo A. Madero, México 07730, D.F.

EXTRACTO DE LA INVENCION



La presente invención se refiere a un método mejorado para la obtención de alúmina a partir de minerales que contienen fosfato de aluminio; y más particularmente se refiere a un método para obtener alúmina, a partir de rocas fosfóricas del tipo Variscita, Wavelita, Seudowavelita Crandalita y otras. Dicho método consiste esencialmente en poner en contacto el mineral con una solución acuosa

sa de hidróxido de sodio en una etapa de digestión y a partir del producto de la digestión recuperar el fosfato -- trisódico formado. Una vez separado el fosfato trisódico, el producto de la digestión se hace reaccionar con -- lechada de cal, se filtra para recuperar el fosfato tricálcico a partir del sólido producto de dicha filtración, y el líquido filtrado se concentra por evaporación, se -- cristaliza, se filtra y finalmente se calcina para obtener la alúmina. Por otra parte, el fosfato trisódico -- que se obtiene de la etapa de digestión se hace reaccionar con ácido sulfúrico para obtener ácido fosfórico, -- que puede aprovecharse como tal ó puede hacerse reaccionar con más fosfato trisódico, para obtener tripolifosfato de sodio.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

La presente invención ha sido desarrollada con el objeto de aprovechar los valores de aluminio y fósforo de rocas fosfóricas del tipo Variscita, Wavelita, Seudowavelita, - Crandalita y otras que contengan fosfato de aluminio.

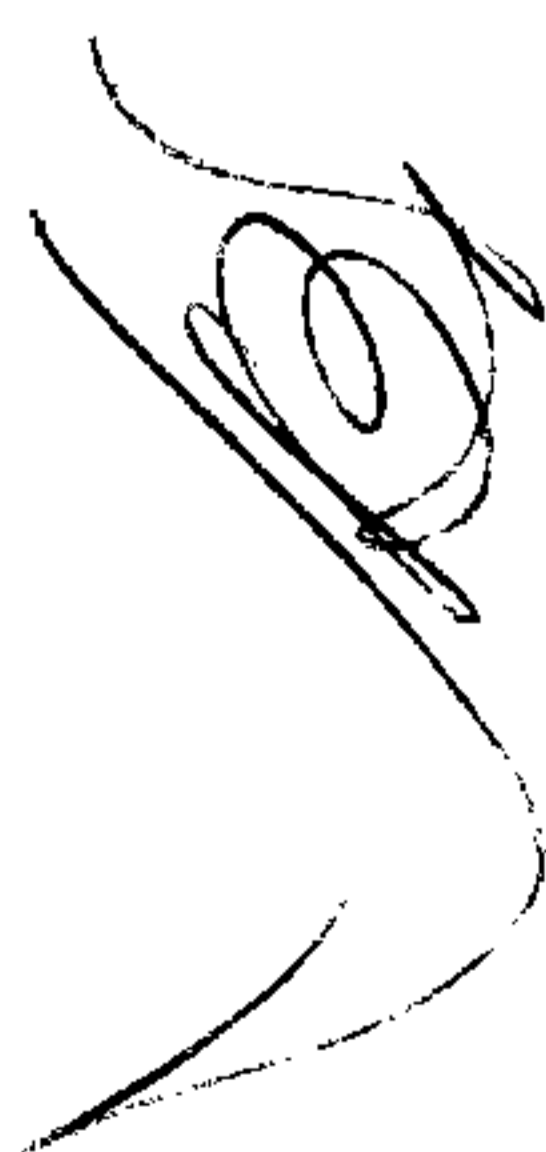


} 135  
✓

De acuerdo con la presente invención, los valores de aluminio se aprovechan para obtener alúmina que posteriormente puede ser empleada para la elaboración de aluminio metálico, y los valores de fósforo se aprovechan para obtener diversos compuestos de fósforo tales como fosfato trisódico, fosfato tricálcico, ácido fosfórico y tripolifosfato de sodio, de una calidad tal que haga posible su empleo industrialmente.

Como es conocido, la alúmina cuyo uso principal es su empleo como materia prima para la elaboración de aluminio metálico, se obtiene industrialmente por medio del proceso Bayer a partir de la bauxita, que es un mineral formado esencialmente de óxido de aluminio de diversas formas hidratado, que contiene impurezas tales como óxidos de fierro, silicato de aluminio, dióxido de titanio, cuarzo y compuestos de fósforo y vanadio.

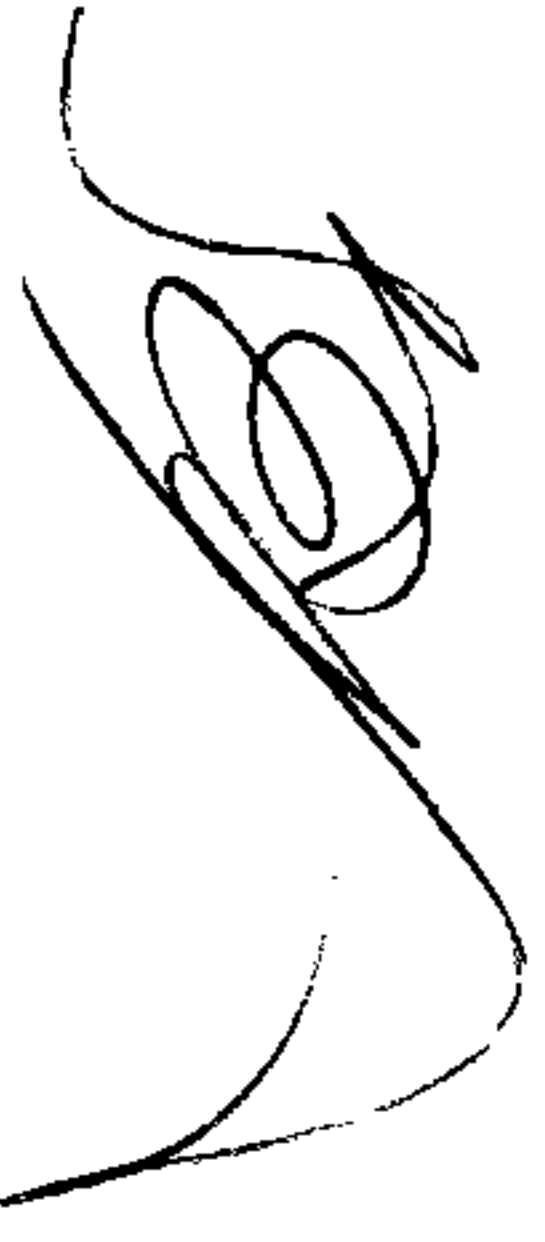
En la patente Norteamericana No. 2'843,456 se describe un proceso para la extracción de alúmina y fosfato trisódico a partir de minerales de fosfato de aluminio, incrementando la relación alúmina/hidróxido de sodio que comunmente



se emplea en el proceso Bayer en la etapa de digestión.

Otro proceso conocido para la recuperación de alúmina y fosfato trisódico a partir de minerales de fosfato de alu<sub>u</sub>minio, es el que se describe en la patente Norteamericana No. 4'016,238, que comprende la digestión alcalina del mi<sub>n</sub>eral previamente molido y calcinado, y una vez separado el fosfato trisódico, éste se hace reaccionar con óxido de calcio para obtener fosfato tricálcico, que a su vez se hace reaccionar con ácido sulfúrico para obtener ácido fosfórico.

La solicitante ha comprobado que el hecho de calcinar el mineral antes de someterlo a la etapa de digestión, hace que decrezca la cantidad de alúmina que se recupera en el proceso.



Por otra parte, con la práctica de la presente invención se logra incrementar la recuperación de los valores de --fósforo, al hacer reaccionar con lechada de cal el líquido que se obtiene al separar el fosfato trisódico, obteniendo así, fosfato tricálcico que puede ser empleado co-



mo suplemento alimenticio de alimento para ganado.

Otra de las ventajas que se obtienen con la práctica de la presente invención, es la de obtener ácido fosfórico directamente, al hacer reaccionar el fosfato trosídico - que se obtiene en el proceso, con ácido sulfúrico concentrado.

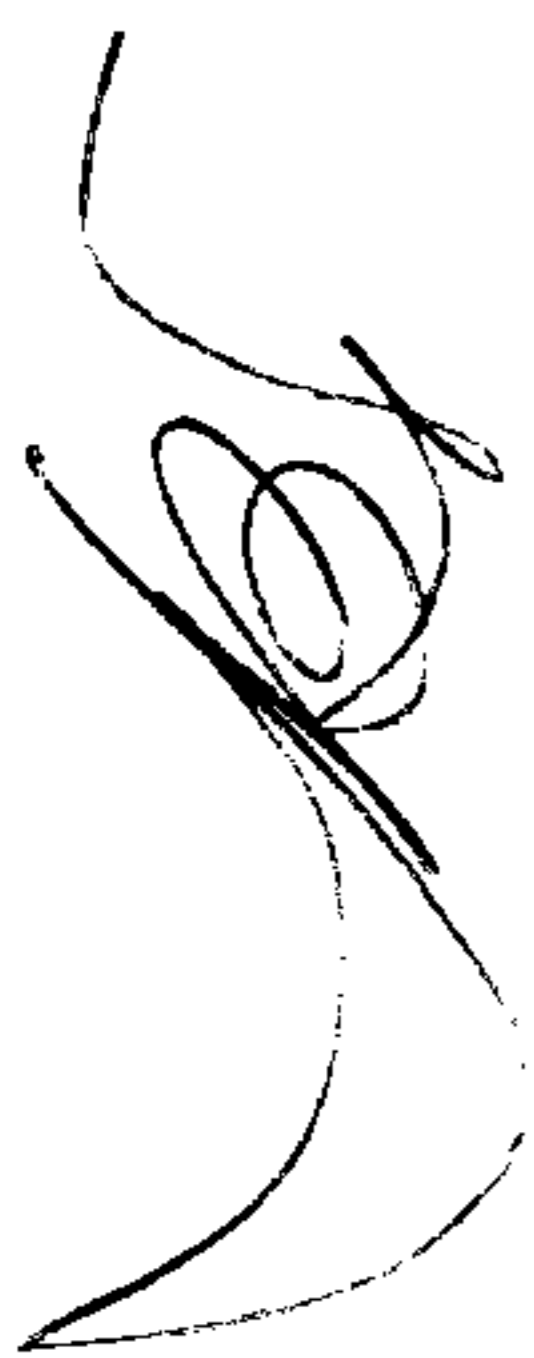
Una ventaja más de la presente invención, es la de aprovechar los valores de fósforo para la obtención de tripolifosfato de sodio, que tradicionalmente se obtiene por medio de la reacción de ácido fosfórico con carbonato de sodio o hidróxido de sodio a temperatura del orden de -- 450°C.



#### RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un procedimiento para obtener alúmina y compuestos de fósforo a partir de minerales que contengan fosfato de aluminio. Dicho procedimiento consiste esencialmente en someter el mineral pre-

viamente molido a una etapa de digestión, en la que se pone en contacto con una solución acuosa de hidróxido de sodio en una concentración de 10 a 20% en peso a una temperatura comprendida dentro del intervalo de 80 - 110°C, y por medio de una etapa de cristalización que se lleva a cabo a una temperatura dentro del intervalo de 5 - 15°C y una etapa de centrifugación ó cualquier otra técnica empleada para separar sólidos, se recupera a partir de producto de la digestión el fosfato trisódico formado. Una vez separado dicho fosfato trisódico, el producto de la digestión se hace reaccionar con lechada de cal manteniendo la temperatura dentro del intervalo de 50 - 70°C y se separa por filtración el fosfato tricálcico formado. Posteriormente, el líquido producto de la filtración anterior se evapora hasta alcanzar un índice caústico de 170-180 gramos de  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{lt}$  y se somete a una etapa de cristalización a una temperatura dentro del intervalo de 28-30°C, se filtra y el sólido producto de la filtración se calienta para recuperar la alúmina. Por otra parte, el fosfato trisódico que se obtiene de la etapa de digestión, una vez separado se hace reaccionar con ácido sulfúrico concentrado, a una temperatura dentro del intervalo de 70 -



80°C. El producto de la reacción se somete a una etapa de cristalización a una temperatura dentro del intervalo de 0 - 5°C, en la que se adiciona un solvente tal como acetona, metanol ó di-isobutil carbinol, se filtra para recuperar el sulfato de sodio a partir del sólido producto de la filtración, y el líquido filtrado se concentra por evaporación, se hace reaccionar con fosfato trisódico que se obtiene en el proceso y finalmente se calcina para obtener el tripolifosfato de sodio.

Es por lo tanto un objeto de la presente invención, proporcionar un proceso para la obtención de alúmina y compuestos de fósforo, a partir de minerales que contengan fosfato de aluminio.

Otro objeto de la presente invención, es el de aprovechar minerales que contengan fosfato de aluminio en la elaboración de alúmina y compuestos de fósforo.

Un objeto más de la presente invención, es el de proporcionar alúmina y compuestos de fósforo de una calidad tal, que haga posible su empleo industrialmente.






DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de alúmina y compuestos de fósforo, a partir de minerales que contengan fosfato de aluminio, y -- más particularmente se refiere a un procedimiento para -- obtener alúmina, fosfato tricálcico, fosfato trisódico , ácido fosfórico y tripolifosfato de sodio, a partir de -- rocas fosfóricas de tipo Variscita, wavelita, pseudowavelita, Crandalita y otras.

Dicho procedimiento consiste en someter el mineral previamente molido a una primera etapa de digestión, con -- una solución de hidróxido de sodio en una concentración de 10 a 20% en peso y a una temperatura comprendida dentro del intervalo de 80 - 110°C; filtrar el producto de la digestión para separar el mineral que no haya reaccionado y regresarlo a una etapa de agotamiento, y someter el líquido producto de la filtración anterior a una etapa de cristalización que se lleva a cabo a una temperatura comprendida dentro del intervalo de 5 - 15°C, y posteriormente a una etapa de centrifugación o cualquier otra



técnica empleada para separar sólidos; someter el sólido que se separa en la operación anterior y que consiste esencialmente en fosfato trisódico, a una segunda etapa de digestión con ácido sulfúrico concentrado a una temperatura comprendida dentro del intervalo de 70 - 80°C y posteriormente, el producto de la digestión se somete a una etapa de cristalización que se lleva a cabo a una temperatura comprendida dentro del intervalo de 0 - 5°C, en la que se adiciona un solvente tal como acetona o metanol; filtrar el producto de la cristalización y recuperar a partir del sólido producto de dicha filtración, el sulfato disódico formado; posteriormente, el líquido que se obtiene al separar el sulfato disódico y que consiste esencialmente en ácido fosfórico, se concentra por evaporación, se hace reaccionar con fosfato trisódico que se obtiene del proceso y el producto de reacción se seca, se muele y finalmente se calcina para obtener tripolifosfato de sodio. Por otra parte, el líquido que se obtiene al separar el fosfato trisódico se hace reaccionar con lechada de cal a una temperatura comprendida dentro del intervalo de 50 - 70°C y se filtra para recuperar a partir del sólido producto de dicha filtración el fosfa-



to tricálcico formado; posteriormente, el líquido filtrado se evapora hasta alcanzar un índice caústico de 170 - 180 gr de  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{lt}$  y se somete a una etapa de cristalización a una temperatura comprendida dentro del intervalo de 25 - 35°C; el producto de dicha cristalización se filtra, el líquido filtrado se recircula a la primera etapa de digestión y el sólido producto de la filtración se lava con agua y finalmente se calcina para recuperar la alúmina.

Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar la presente invención, pero no limitan el alcance de la misma.

EJEMPLO No. 1

1,000 partes en peso de un mineral previamente molido -- hasta un tamaño de partícula de -200 mallas y con la siguiente composición:

$\text{P}_2\text{O}_5$	30.79% en peso
$\text{Al}_2\text{O}_3$	19.7% en peso
$\text{SiO}_2$	25.68% en peso

H <sub>2</sub> O	13.49% en peso
(óxidos)	10.28% en peso

se alimentan en un reactor en una etapa de digestión donde son puestos en contacto con 3,461.57 partes en peso de una corriente de recicló con la siguiente composición:

NaAlO <sub>2</sub>	2.29% en peso
NaOH	11.06% en peso
H <sub>2</sub> O	86.65% en peso

y con 5,789.92 partes en peso de una solución que se obtiene al filtrar el producto de una etapa de agotamiento, en la que se ponen en contacto 1,666.66 partes en peso de agua de carga, 3,847.66 partes en peso de una solución de hidróxido de sodio al 13.36% en peso y 666.66 partes en peso de una ganga que se recicla de la etapa de digestión, a una temperatura de 80°C durante 10 minutos con agitación continua. La etapa de digestión inicia a una temperatura de 85°C y se eleva a 95°C como consecuencia en la exotermicidad de la reacción. Posteriormente el producto de la digestión se filtra a través de un filtro de placas, con lo que se obtienen 666.66 partes en peso de una ganga que se recicla a la etapa de agotamiento y 9,584.79





partes en peso de un líquido filtrado que se pasa a los -  
cristalizadores donde se mezclan con 3,461.53 partes en -  
peso de una solución de recicló con la siguiente composi-  
ción :

NaAlO <sub>2</sub>	2.29% en peso
NaOH	11.06% en peso
H <sub>2</sub> O	86.65% en peso

La cristalización se efectúa a temperatura ambiente por -  
24 horas, y una vez formados los cristales se separan por  
centrifugación, con lo que se obtienen 680.63 partes en -  
peso de fosfato trisódico y 24,731.4 partes en peso de --  
aguas madres que se dividen en dos corrientes iguales de  
12,365.7 partes en peso cada una. La primera se recicla  
a la etapa de cristalización y la segunda se somete a una  
etapa de caustificación, en la que se ponen en contacto -  
34.8 partes en peso de óxido de calcio, a una temperatura  
de 80 - 82°C durante 3 horas con agitación continua. Ter-  
minada la caustificación el producto se filtra a través -  
de un filtro de placas, con lo que se obtienen 53.33 par-  
tes en peso de fosfato tricálcico y 12,344.18 partes en -  
peso de una solución que se alimenta a los evaporadores -

donde se evaporan 5,157.30 partes en peso de agua. El licor evaporado (7,186.88 partes en peso) se para a los precipitadores con una relación  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$  de 1.65, donde se mantiene con agitación continua a una temperatura de 28 - 30°C y se siembran con cristales de trihidrato de alumi--nio del lote anterior hasta que la relación de  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$  alcanza el valor de 6.8 . Terminada la precipitación, el producto se filtra a través de un filtro de tambor rotatorio con vacío y se obtienen 263.86 partes en peso de alú--mina trihidratada y 6,923 partes en peso de un líquido --filtrado que se divide en 2 corrientes iguales que forman los ciclos de las etapas de digestión y cristalización. Los cristales de alúmina trihidratada se lavan y finalmente se calcinan a 1,100°C con lo que se obtienen 172.53 --partes en peso de alúmina.



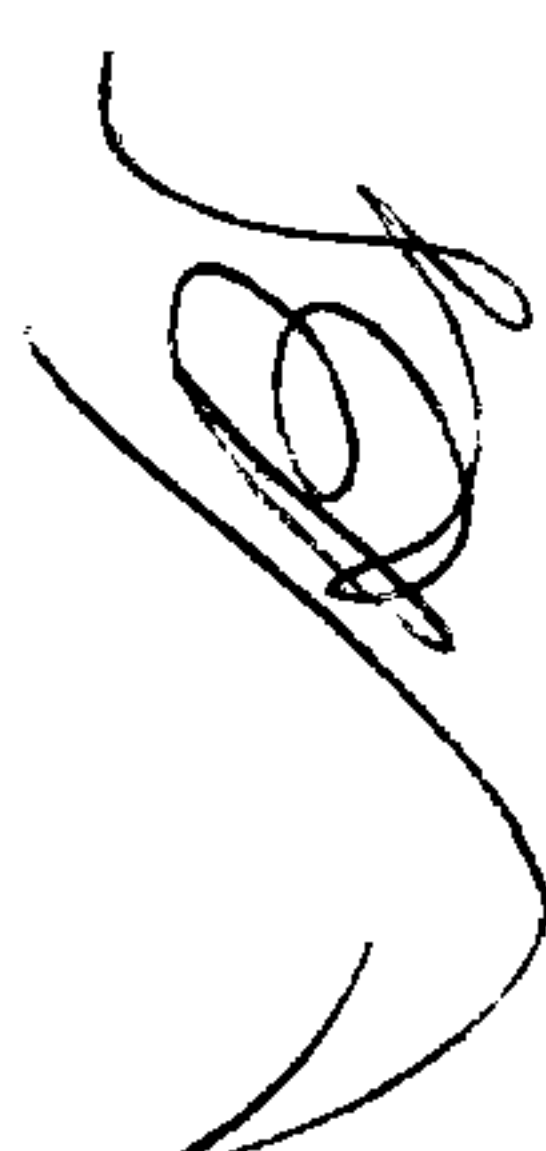
EJEMPLO No. 2

Siguiendo el procedimiento descrito en el Ejemplo No. 1 , se obtuvieron 150 partes en peso de fosfato trisódico do--decahidratado que se pusieron en contacto con 205.74 par-

tes en peso de agua y 59.26 partes en peso de ácido sulfúrico al 98%. Posteriormente la mezcla de reacción se enfrió hasta temperatura ambiente y se le adicionaron 180 partes en peso de metanol con lo que se logró la precipitación de la sal de Glauber (sulfato de sodio decahidratado). El sólido formado se separó por filtración, se lavó con 100 partes en peso de metanol y se secó a 110°C. Finalmente el líquido filtrado (ácido fosfórico) se evaporó hasta una concentración de 70% en peso.

EJEMPLO No. 3

Siguiendo el procedimiento descrito en el Ejemplo No. 1 - se obtuvieron 150 partes en peso de fosfato trisódico dodecahidratado, que se pusieron en contacto con 206.74 partes en peso de agua y 58.26 partes en peso de ácido sulfúrico al 98%. Posteriormente, la solución obtenida se enfrió hasta una temperatura de 10°C y se puso en contacto con 720 partes en peso de acetona en una columna de extracción a contracorriente en forma continua. El extracto obtenido se puso en contacto con 150 partes en peso de



agua desionizada y se calentó a ebullición hasta obtener una solución de ácido fosfórico al 70%.

EJEMPLO No. 4

Siguiendo el procedimiento descrito en el Ejemplo No. 1 - se obtuvieron 146.47 partes en peso de fosfato trisódico dodecahidratado que se pusieron en contacto con 43.16 partes en peso de una solución de ácido fosfórico al 70% . - La solución obtenida se calentó a ebullición hasta obtener un material de consistencia pastosa y se deshidrató - mediante una corriente de aire caliente. Posteriormente el sólido se enfrió y una vez molido se secó a 150°C durante dos horas y se calcinó a 450°C durante 45 minutos - para obtener tripolifosfato de sodio.

NOVEDAD DE LA INVENCION

Habiendo descrito la presente invención, se considera como una novedad y por lo tanto se reclama como de nuestra



propiedad, lo contenido en las siguientes cláusulas:

1.- Un método mejorado para la obtención de alúmina a partir de minerales que contienen fosfato de aluminio, caracterizado porque comprende someter mineral previamente molido a una digestión con una solución del 10 al 20% en peso de un hidróxido cáustico de metal alcalino, preferentemente hidróxido de sodio, a una temperatura entre 5 y 15°C; separación de los sólidos cristalizados de la solución en forma de fosfato trisódico, hacer reaccionar la solución obtenida de dicha separación con una lechada de cal, a una temperatura entre 50 y 70°C; separación de los sólidos en suspensión en forma de fosfato tricálcico; evaporación de la fase líquida obtenida hasta un índice cáustico de 170 a 180 gr.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ /lt; cristalización de dicha fase a una temperatura entre 20 y 30°C; filtración y calcinación del sólido para la obtención de alúmina, a temperaturas de 1000 y 1400°C, hasta la eliminación del agua.

2.- Un método mejorado para la obtención de alúmina a partir de minerales que contienen fosfato de aluminio, de conformidad con la cláusula 1, caracterizado porque los sólidos remanentes de la etapa de digestión del mineral, pueden ser reciclados a una sección de agotamiento, donde es adicionado el hidróxido de sodio.



3.- Un método mejorado para la obtención de alúmina a partir de minerales que contienen fosfato de aluminio, de conformidad con las cláusulas 1 y 2, caracterizado porque la solución que se obtiene después de la separación del fosfato tricálcico, es evaporada hasta un índice cáustico entre 170 y 180 gr.  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{lt}$ , para cristalizar posteriormente la alúmina trihidratada entre 25 y 35°C de temperatura, la cual al ser filtrada, el filtrado obtenido puede ser reciclado a la etapa de digestión del mineral.

4.- Un método mejorado para la obtención de alúmina a partir de minerales que contienen fosfato de aluminio, de conformidad con las cláusulas anteriores, caracterizado porque el mineral que se procesa es preferentemente variscita, a un tamaño de partícula preferido de 200 mallas.

En testimonio de lo cual, firmo la presente en la Ciudad de México, Distrito Federal, a 3 de abril de 1979.

POR INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO.



LIC. JULIO BRENA TORRES.  
APODERADO.