

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 630 116**

51 Int. Cl.:

C01F 7/02	(2006.01)
C01F 7/42	(2006.01)
C01F 7/44	(2006.01)
C04B 14/30	(2006.01)
C04B 18/14	(2006.01)
C04B 7/147	(2006.01)
C22B 21/00	(2006.01)
C22B 7/04	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.02.2009 PCT/EP2009/001438**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **24.09.2009 WO09115177**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.02.2009 E 09722063 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.12.2016 EP 2307315**

54 Título: **Materia prima con alto contenido en alúmina y procedimiento para su fabricación**

30 Prioridad:

20.03.2008 EP 08005328

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

18.08.2017

73 Titular/es:

**BEFESA SALZSCHLACKE GMBH (100.0%)
Am Brinker Hafen 6
30179 Hannover, DE**

72 Inventor/es:

**MERKER, GERHARD;
FEIGE, REINHARD y
STEYER, JÜRGEN**

74 Agente/Representante:

AZNÁREZ URBIETA, Pablo

ES 2 630 116 T3

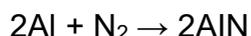
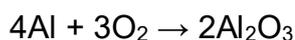
Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Materia prima con alto contenido en alúmina y procedimiento para su fabricación

5 La invención se refiere a una materia prima con un alto contenido en alúmina de gran capacidad de reacción, que se caracteriza por una alta superficie específica, principalmente por su uso en relación con materiales de construcción aglutinantes minerales (como cemento, vidrio soluble, medios aglutinantes activados por bases, geopolímeros) como materiales de carga y aglutinantes (en su caso en combinación
10 con materiales adicionales cementantes de solidificación y rigidez, tales como carbonato sódico o sulfato de aluminio), incluso para su empleo como soportes reactivos de Al_2O_3 para productos fundidos y sinterizados (como cemento clinker, materiales resistentes al fuego y cerámicos, lanas minerales, vidrios y fibras de vidrio), así como para la adsorción de líquidos y gases. La invención se refiere
15 también a un procedimiento para la fabricación de esta materia prima reactiva de alto contenido aluminio por tratamiento de escorias salinas de aluminio.

Las escorias salinas de aluminio se obtienen durante la recuperación del aluminio por la fusión de chatarras y cardas de aluminio. Puesto que al fundir el aluminio al aire la superficie de la masa fundida reacciona con el oxígeno del aire y, en pequeña
20 proporción, también con el nitrógeno del aire, se forma óxido de aluminio y nitruro de aluminio:



En las aleaciones de aluminio que contienen magnesio se forma además espinela:



Los productos de reacción no metálicos Al_2O_3 , $MgAl_2O_4$ y AlN forman en la superficie de la masa fundida metálica la llamada carda, a la que se puede unir hasta un 70% del metal. Debido a la elevada finura de las partículas metálicas, la carda se puede inflamar y, por tanto, se trata de un material peligroso.

30 Para la recuperación del aluminio del metal reciclado y para el tratamiento de las cardas se emplea generalmente un procedimiento de fusión, donde la chatarra y las cardas se funden bajo un recubrimiento de sal (por ejemplo, una mezcla de un

70% de NaCl, 28% de KCl y 2% de CaF₂). De las cardas se recupera una proporción considerable de aluminio. El recubrimiento con sal impide la formación de óxido de aluminio y de nitruro de aluminio. Además, la sal actúa humedeciendo las partículas oxidadas no metálicas. El material que se encuentra entre estas partículas es penetrado por la sal y se forma una escoria pobre en metal, la escoria salina. Puesto que la escoria salina tiene una densidad inferior a la del aluminio líquido y, por tanto, flota en la masa fundida metálica, se pueden verter y decantar por separado el aluminio y la escoria salina. A diferencia de una carda, una escoria salina contiene normalmente entre un 20 y un 60% de sales (principalmente NaCl y KCl), entre un 35 y un 75% de óxidos (principalmente Al₂O₃, MgO, SiO₂) y en su caso hasta un 15% de aluminio metálico y de nitruro de aluminio. Aproximadamente de 0,5 a 0,7T de escoria salina corresponden a aluminio secundario (dependiendo del grado de suciedad de la chatarra de aluminio empleada).

Dado que los depósitos de escoria salina son problemáticos para el medio ambiente y en algunos países están prohibido, las escorias salinas son sometidas a un proceso de tratamiento con el objetivo prioritario a nivel técnico de recuperar elevadas proporciones de aluminio y de sal fundida, así como de separar materiales de deposición que contienen óxidos sin problema. Esto se consigue triturando la escoria salina en varias etapas a un tamaño de grano inferior a 1 mm, después de lo cual gran parte del aluminio metálico se puede separar mecánicamente por tamizado. Por tratamiento de la escoria salina con agua durante o después de la trituración se disuelve la sal fundida (NaCl y KCl). Tras la separación de los componentes oxidados no disueltos de la solución por filtración, se obtiene una sal de salmuera, a partir de la cual por evaporación cristaliza la sal fundida, que se puede volver a emplear.

La torta de filtrado que contiene los componentes oxidados separados por filtración típicamente contiene (con respecto a la sustancia seca):

	Al ₂ O ₃	50-90% en peso
	MgO	1-20% en peso
30	SiO ₂	0,5-15% en peso
	AlN	0,1-15% en peso
	Fe ₂ O ₃	0,1-5% en peso
	CaO	0,1-7% en peso
	F	0,1-10% en peso
35	Na ₂ O	0,1-6% en peso

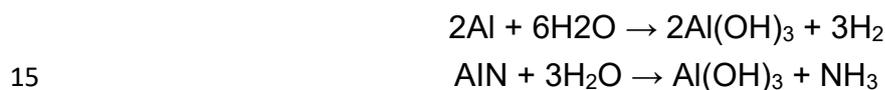
	K ₂ O	0,1-2% en peso
	Al metal	0,1-10% en peso
	Si metal	0,1-3% en peso
	Fe metal	0,1-3% en peso
5	Pérdida por calcinación	0,1-15% en peso
	Resto materiales	5% en peso

así como una humedad de un 50% en peso como máximo.

Ésta contiene los siguientes componentes minerales principales

- Bayerita (Al₂O₃·3H₂O)
- 10 – Corindón (Al₂O₃)
- Espinela (MgO·Al₂O₃)

El hidróxido de aluminio se forma por hidrólisis de aluminio metálico y nitruro de aluminio con el agua del proceso, liberando hidrógeno y amoníaco:



Puesto que la reacción depende de la finura del molido, del valor del pH y del tiempo, en las condiciones habituales el proceso transcurre de forma incompleta.

La US 5.198.200 describe un método para la recuperación de aluminio metálico, de las mezclas salinas y de un producto basado en óxido de aluminio-aluminio metálico de la carda de aluminio, donde dicha carda se lixivia con agua. El pH se ajusta en un intervalo de 7-8,5 por adición de cloruro de magnesio para reducir la liberación de amoníaco y estimular la recuperación de aluminio metálico.

La US 6.110.434 contiene un método de disolución con ácido para obtener hidróxido de aluminio, hidróxido de magnesio y espinela-aluminato de magnesio a partir de la carda de aluminio, transformándose la carda inicialmente por solución en agua en un producto no metálico (NMP) con un contenido en Al₂O₃ de entre un 40 y un 75% en peso, a un pH inferior a 8, para minimizar la formación no deseada de amoníaco e hidrógeno (columna 3, líneas 60-67). El NMP descrito contiene material amorfo, presumiblemente hidróxido de aluminio (columna 6, líneas 51-59) y se separa como tortada de filtrado con un contenido del hasta el 50% en peso de H₂O (columna 6, líneas 31-33).

Según la WO 95/21138 mediante el tratamiento de una carda de aluminio que contiene sales fundidas se obtiene un producto no metálico (NMP) con un contenido en Al_2O_3 del 25 al 75% en peso, que se suspende con adición de materiales alcalinos (hidróxido de sodio, hidróxido de calcio, bórax o cenizas de carbonato de sodio) empleándose para la fabricación de productos cerámicos.

De la DE 43 19 163 C2 y la DE 43 45 368 C2 se conoce un residuo con un alto contenido en aluminio derivado de la manipulación de escorias salinas de aluminio, con un contenido en Al_2O_3 del 55 al 70% respecto a la sustancia seca, corindón (Al_2O_3) y espinela ($\text{MgO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$) como componentes cristalinos. Como tamaño de partícula se indica: < 200 μm aproximadamente un 90% en peso, partículas primarias < 5 μm . Este residuo se emplea según la DE 43 19 163 C2 como material de carga en agregados de cemento y según la DE 43 45 368 C2 como materia prima de Al_2O_3 mezclada con materias primas que contienen CaO para cementos clinker de aluminato.

La EP 1 180 504 B1 describe un aditivo a base de aglutinante con un efecto acelerador de la solidificación compuesto por un 50-90% de Al_2O_3 , aluminio metálico (0,1-10%) y componentes minerales en forma de corindón y espinela, donde las partículas de aluminio metálico, debido a las modificaciones térmicas, pasan de hidróxido de aluminio a óxido de aluminio, el polvo tiene un tamaño de partícula al menos un 90% inferior a 500 μm y la superficie específica BET es de hasta 50 m^2/g . Para fabricar este aditivo basado en aglutinante se seca y se calcina el material residual de alto contenido en aluminio obtenido de la manipulación del aluminio a partir de escorias salinas. Tras el secado en una corriente de gases de humo a 400 hasta 500°C durante un periodo de tiempo no inferior a 10 segundos se obtiene una superficie BET específica de 27 m^2/g (página 4, ejemplo 2), obteniéndose un valor máximo de 45 m^2/g a 750°C en un margen de temperatura de 400 hasta 1.000°C (página 4, ejemplo 3).

De la EP 1 440 937 B1 se conoce una materia prima con un alto contenido en alúmina, con un contenido en óxido de aluminio entre un 50 y un 80%, y componentes minerales de hidróxido de aluminio, corindón y espinela, donde el hidróxido de aluminio está presente como monohidróxido de aluminio y trihidróxido de aluminio. La materia prima se emplea como soporte de alúmina activo en el sinterizado para la fabricación de productos cerámicos y resistentes al fuego, cemento, componentes aglutinantes porosos, formadores de escorias para la producción de hierro y acero, lanas minerales y fibras cerámicas, y se fabrica de

manera que un material residual de alto contenido en alúmina es compactado mecánicamente durante el tratamiento de las escorias salinas de aluminio y tratado en condiciones de calor húmedo a hidrotermales.

Así, el objetivo de la presente invención es en conseguir nuevas o mejoradas materias primas que tengan un alto contenido alúmina por tratamiento de escorias salinas de aluminio y, con ello, ampliar el margen de posibilidades de aplicación de estas materias primas, evitar la aparición de sustancias residuales y en particular respetar la reserva de materias primas naturales. Así, por ejemplo, son deseables materias primas de alta superficie específica (y por tanto elevada reactividad) para aplicaciones relacionadas con materiales de construcción aglutinantes minerales (como cemento, vidrio soluble, aglutinantes activados por bases, geopolímeros) como material de carga y aglutinantes que influyen en la solidificación y rigidez, incluso para su empleo como soportes reactivos de Al_2O_3 para productos fundidos y sinterizados (como cemento clinker, materiales resistentes al fuego y cerámicos, lanas minerales, vidrios y fibras de vidrio). Las materias primas de alta superficie específica se pueden utilizar también para la adsorción de líquidos y gases.

Este objetivo se resuelve según la invención de forma que, a diferencia del estado de la técnica actual, donde solamente se conocen materias primas que se obtienen de forma que el material oxidado o la sustancia residual que se obtiene de las escorias salinas de aluminio se trata por separado de diferentes maneras, aquí el propio proceso de obtención de las escorias salinas de aluminio se controla de manera que se configura una materia prima con un alto contenido alto en alúmina y de la mayor reactividad posible, donde

- a) una escoria salina de aluminio que contiene de un 20 a un 60% en peso de sales (principalmente NaCl , KCl , CaF_2), de un 35 a un 75% en peso de óxidos (principalmente Al_2O_3 , MgO , SiO_2) y hasta un 15% en peso de aluminio metálico y de nitruro de aluminio se tritura previamente con dispositivos de trituración adecuados (preferiblemente trituradora de mandíbula y molino de impacto) y a continuación se muele en un dispositivo de molienda adecuado (preferiblemente un molino tambor con bolas de hierro) añadiendo agua, con un contenido en materia sólida del 25 al 55% en peso, a un tamaño de partícula inferior a $500\ \mu\text{m}$ para al menos un 90% en peso, con un diámetro de partícula medio (d_{50}) inferior a $50\ \mu\text{m}$,
- b) la suspensión de molienda se acondiciona en un reactor de agitación hasta la disolución a ser posible completa de los componentes salinos y la

formación de hidróxido de aluminio (de la reacción de aluminio metálico y nitruro de aluminio con agua, mientras se libera hidrógeno en forma de gas y amoníaco y se forma una salmuera de sal amoniacal) a un pH entre 9 y 12, a una temperatura entre 30 y 90°C y con un tiempo de reacción entre 10 y 60 minutos,

5

c) se filtra la suspensión acondicionada para separar los componentes no disueltos de la sal de salmuera con un filtro apropiado (preferiblemente un filtro de banda de vacío), donde inicialmente la torta de filtrado se lava por enjuagado y pulverizado con agua y al final de la filtración se aspira aire a su

10

través para reducir el contenido en humedad de la torta al 30-50% en peso, y finalmente

d) la torta de filtrado se seca con un secador adecuado (preferiblemente un secador de tambor) a una temperatura de 70 a 110°C como máximo, hasta una humedad residual inferior al 10% en peso,

15

obteniéndose así una materia prima con elevado contenido en alúmina, con una superficie específica superior a 50 m²/g y un diámetro de poro medio inferior a 100 Å.

20

Se puede llevar a cabo un control determinado de las propiedades del producto (en particular de la superficie específica) de la materia prima con elevado contenido alúmina si, al lavar la torta de filtrado, se procura que el pH no supere 8 a 9, o bien sin añadir al filtro amoníaco, sosa cáustica o cal viva, el pH en todo el filtro se mantenga superior a 9.

25

La materia prima con alto contenido en alúmina según la invención contiene – desde el punto de vista químico como sustancia residual oxidada de la preparación de escorias salinas de aluminio – (respecto a la sustancia seca):

	Al ₂ O ₃	50-90% en peso
	MgO	1-20% en peso
	SiO ₂	0,5-15% en peso
30	AlN	0,1-15% en peso
	Fe ₂ O ₃	0,1-5% en peso
	CaO	0,1-7% en peso
	F	0,1-10% en peso
	Na ₂ O	0,1-6% en peso
35	K ₂ O	0,1-2% en peso

Al metal 0,1-10% en peso
Si metal 0,1-3% en peso
Fe metal 0,1-3% en peso
Pérdidas por calcinación 0,1-15% en peso

5 Resto máx. 5% en peso

con los siguientes componentes minerales principales

- Bayerita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)
- Corindón (Al_2O_3)
- Espinela ($\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$)

10

y con un tamaño de partícula inferior a 500 μm para al menos un 90% en peso.

Estableciendo una diferencia entre las materias primas de alto contenido en aluminio conocidas hasta el momento y de las materias primas oxidadas que se obtienen por la elaboración o tratamiento de escorias salinas de aluminio y cardas, la materia prima según la invención tiene una superficie específica superior a 50 m^2/g y un diámetro de poro medio inferior a 100 Å. Debido a estas propiedades, la materia prima según la invención es muy reactiva. Para caracterizar la reactividad, por ejemplo, para su uso en componentes aglutinantes minerales en contacto con agua (como cemento, vidrio soluble, aglutinantes activados por bases, geopolímeros), como material de varga y componentes aglutinantes que influyen en la solidificación y el endurecimiento (en su caso en combinación con materiales adicionales cementantes de solidificación y rigidez, tales como carbonato sódico o sulfato de aluminio) se puede medir la cantidad de fluencia, es decir la cantidad de materia prima que se humedece al fluir en 100 ml de agua, en base a la determinación del comportamiento del yeso con el agua.

25

Los ejemplos siguientes ilustran el objeto de la invención.

Ejemplo 1 (Estado de la técnica)

Según la EP 1 180 504 B1, página 4, ejemplos 1 a 3, se seca y se activa parcial y térmicamente una sustancia residual de la preparación de escorias salinas de aluminio con un contenido en óxido de aluminio del 64%, componentes minerales principales corindón, espinela e hidróxido de aluminio, un contenido en aluminio metálico del 3%, una pérdida por calcinación del 11%, una humedad del 25% y un tamaño de partícula inferior a 500 μm para el 90% con un secador calentado por

30

gas (temperatura del gas de escape de aproximadamente 450°C, temperatura del aire de salida de aprox. 150°C, tiempo de reacción inferior a 10 segundos). El polvo (de nombre SEROX T) tiene una humedad residual del 0,8%, una pérdida por calcinación del 10%, un contenido en aluminio metálico del 3%, modificaciones
5 térmicas de hidróxido de aluminio $\text{Al}(\text{OH})_3$ a α -óxido de aluminio (corindón) en forma de AlOOH (Bohmita) y una superficie específica BET de 27 m^2/g .

El polvo SEROX-T se calcina seguidamente en un ciclón de mezcla a alta temperatura calentado por gas, a temperatura del gas de escape de 600, 750, 900 y 1.200°C (denominado: SEROX-TK), consiguiéndose una superficie específica
10 máxima de 45 m^2/g :

Producto	Temperatura (°C)	Superficie-BET (m^2/g)	Tamaño de poro Al-metálico (nm)	(% en peso)
SEROX-T	150	27	Sin dato	3
SEROX-TK600	600	36	20-200	3
SEROX-TK750	750	45	20-200	3
SEROX-TK900	900	26	20-200	2,5
SEROX-TK1200	1200	5	-	1

La determinación de la fluencia da los resultados siguientes:

Producto	Fluencia (g/100 ml agua)
SEROX-T	240
SEROX-TK600	330
SEROX-TK750	300
SEROX-TK900	270
SEROX-TK1200	260

Ejemplo 2

Una escoria salina de aluminio que contiene un 40% en peso de sales, aproximadamente un 50% en peso de óxidos y aproximadamente un 10% en peso
15 de aluminio metálico y de nitruro de aluminio

a) se tritura previamente con una trituradora de mandíbula y un molino de impacto y seguidamente se muele en un molino de tambor con bolas de hierro y agua accionado de forma continuada, con un contenido en materia sólida del 37% en peso, a un tamaño de partícula inferior a 500 μm para el 99% en peso, a un
20 diámetro de partícula medio (d_{50}) de 15 μm ,

- b) la suspensión de molienda se acondiciona en un reactor de agitación a una temperatura de 70°C, un pH de 9,5 y un tiempo de reacción de 20 min,
- c) la suspensión acondicionada se filtra con un filtro de banda de vacío, donde inicialmente la torta de filtrado se lava por enjuagado y pulverizado con agua, el pH se reduce hasta un valor 8,5 y al final de la filtración se aspira aire a través de la torta de filtrado, formándose una torta de filtrado con un contenido en humedad del 42% en peso,
- d) y finalmente se seca la torta de filtrado así tratada en un tambor secador a una temperatura de 85°C y a una humedad residual del 7% en peso.

- 10 La superficie específica de la materia prima con alto contenido en alúmina es de 103 m²/g medida con el método BET (según el método Langmuir: 140 m²/g). El diámetro medio de poro según BET es de 70 Å. La frecuencia máxima es para un volumen de poro cuyo diámetro de poro está entre 30 y 50 Å (ver Fig. 1-2).

La fluencia en 100 ml de agua es de 149 g.

- 15 El análisis químico (respecto a la sustancia seca) indica:

	Al ₂ O ₃	66,5% en peso
	MgO	7,6% en peso
	SiO ₂	8,0% en peso
	AlN	0,9% en peso
20	Fe ₂ O ₃	1,9% en peso
	CaO	2,5% en peso
	F	1,1% en peso
	Na ₂ O	0,8% en peso
	K ₂ O	0,5% en peso
25	Al metal	1,1% en peso
	Si metal	0,6% en peso
	Fe metal	0,4% en peso
	Pérdidas por calcinación	7,5% en peso

Los componentes minerales principales son bayerita, corindón y espinela.

30 Ejemplo 3

Una escoria salina de aluminio que contiene un 40% en peso de sales, aproximadamente un 50% en peso de óxidos y aproximadamente un 10% en peso de aluminio metálico y de nitruro de aluminio

- a) se tritura previamente con una trituradora de mandíbulas y un molino de impacto y seguidamente se muele en un molino de tambor con bolas de hierro y agua, accionado de forma continuada, con un contenido en materia sólida del 40% en peso a un tamaño de partícula inferior a 500 μm para el 100% en peso, un diámetro de partícula medio (d_{50}) de 105 μm ,
- b) la suspensión de molienda se acondiciona en un reactor de agitación a una temperatura de 50°C, un pH de 10 y un tiempo de reacción de 30 min,
- c) la suspensión acondicionada se filtra con un filtro de banda de vacío, donde inicialmente la torta de filtrado se lava por enjuagado y pulverizado con agua, se mantiene a un pH de 9,5 por adición de NaOH y al final de la filtración se aspira aire a través de la torta de filtrado, formándose una torta de filtrado con un contenido en humedad del 40% en peso,
- d) y finalmente se seca la torta de filtrado así tratada en un tambor secador a una temperatura de 100°C y a una humedad residual del 2% en peso.

15 La superficie específica de la materia prima con alto contenido en alúmina es de 59 m^2/g según el método BET (según el método Langmuir: 81 m^2/g). El diámetro medio del poro según BET es de 80 Å. La frecuencia es máxima para un volumen de poros donde el diámetro de poro está entre 30 y 50 Å (ver Fig. 3-4). La fluencia en 100 ml de agua es de 208 g

20 El análisis químico (respecto a la sustancia seca) indica:

	Al_2O_3	69% en peso
	MgO	7,2% en peso
	SiO_2	7,6% en peso
	AlN	1,2% en peso
25	Fe_2O_3	1,6% en peso
	CaO	2,1% en peso
	F	0,6% en peso
	Na_2O	1,0% en peso
	K_2O	0,6% en peso
30	Al metal	1,7% en peso
	Si metal	1,0% en peso
	Fe metal	0,3% en peso
	Pérdidas por calcinación 800°C 5,7% en peso	

Los componentes minerales principales son bayerita, corindón y espinela.

Ejemplo 4

Para verificar la capacidad de uso en relación con los aglutinantes activados por bases, se preparan mezclas de mortero y se moldean prismas para los cuales se estima la resistencia a la presión al cabo de dos días. Las mezclas de mortero
5 tienen la composición siguiente:

- a) 15% en peso de materia prima con alto contenido en alúmina (según los ejemplos 1, 2 y 3)
- b) 15% en peso de cemento Portland
- c) 70% en peso de arena normalizada
- 10 d) Adición de 0,4% de carbonato sódico y
- e) Adición de la cantidad necesaria de agua para una consistencia fácil de manipular

Al cabo de 2 días se obtienen las resistencias a la presión siguientes:

Materia prima según E.	Superficie específica m ² /g	Resistencia a la presión MPa
1	27	4
2	103	16
3	59	9

15

Se observa que la superficie específica de la materia prima con alto contenido en alúmina obtenida según el método descrito permite una activación alcalina y, con ello, se incrementa notablemente la resistencia mecánica del mortero activado por bases.

20 **Ejemplo 5**

Para verificar la capacidad de uso en relación con hormigón ligado con cemento, se preparan piedras del tipo generalmente empleado en briquetas de productos básicos para la producción de fibra mineral y donde la materia prima con un alto contenido en alúmina tiene la función de soporte de Al₂O₃. La mezcla de briquetas
25 tiene la composición siguiente:

- a) 15% en peso de materia prima con un alto contenido en alúmina (según los ejemplos 2 y 3)
- b) 15% en peso de cemento Portland,

- 5
- c) 70% en peso de mezcla de materia prima (incluyendo escorias producidas en convertidores, escorias de hornos de cobre, cenizas volantes, polvo de fibra),
 - d) Sin y con adición de un 1,0% en peso de sulfato de aluminio con respecto a a),
 - e) Adición de la cantidad de agua necesaria para una consistencia fácil de manejar

10 Después de un tiempo de mezcla de 5 minutos, se moldean las briquetas de un diámetro de aproximadamente 10 cm y una altura de aproximadamente 10 cm en una prensa de adoquines y a continuación se almacenan a temperatura ambiente y humedad normal.

15 Dependiendo del tiempo de almacenamiento (2 días, 3 días, 5 días) se obtuvieron las resistencias a la presión siguientes:

Materia prima según Ejemplo	Resistencia a la presión específica m ² /g	Superficie de ejemplo [N/mm ²]			Sulfato de Al [% de material prima de alto contenido en alúmina]
		2d	3d	5d	
2	103	7,0	8,6	10,2	1
2	103	2,5	3,2	7,1	0
3	59	2,7	3,7	6,1	1
3	59	2,1	2,9	4,0	0

20 En general se observa que se produce una aceleración del endurecimiento debida al sulfato de aluminio y, en el caso de una superficie específica de la materia prima con un alto contenido en alúmina, esto ocurre mucho antes y con mayor intensidad.

Reivindicaciones

1. Materia prima con alto contenido en alúmina, que contiene (respecto a la sustancia seca):

5	Al ₂ O ₃	50-90% en peso
	MgO	1-20% en peso
	SiO ₂	0,5-15% en peso
	AlN	0,1-15% en peso
	Fe ₂ O ₃	0,1-5% en peso
10	CaO	0,1-7% en peso
	F	0,1-10% en peso
	Na ₂ O	0,1-6% en peso
	K ₂ O	0,1-2% en peso
	Al metal	0,1-10% en peso
15	Si metal	0,1-3% en peso
	Fe metal	0,1-3% en peso
	Pérdida por calcinación	0,1-15% en peso
	Resto materiales	max. 5% en peso

con los siguientes componentes minerales principales

- 20
- Bayerita (Al₂O₃·3H₂O) y bohemita (Al₂O₃·H₂O)
 - Corindón (Al₂O₃)
 - Espinela (MgO·Al₂O₃)

25 con un contenido en humedad de un 10% en peso como máximo y un tamaño de partícula para al menos un 90% en peso inferior a 500 µm, caracterizada porque la superficie específica es superior a 50 m²/g y porque el diámetro medio de poro es inferior a 100 Å.

2. Materia prima con alto contenido en alúmina según la reivindicación 1, caracterizada porque la superficie específica es de 50 a 150 m²/g, con un diámetro medio de poro en el rango de 50 a 100 Å.
- 30 3. Materia prima con alto contenido en alúmina según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada porque el volumen de poro tiene una frecuencia máxima para un diámetro de poro entre 30 y 50 Å.

4. Materia prima con alto contenido en alúmina según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada porque la cantidad de materia prima que se humedece al fluir dicha materia prima en 100 ml de agua es de 220 g como máximo.
- 5 5. Materia prima con alto contenido en alúmina según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada porque la superficie específica es de al menos 80 m²/g y porque la cantidad de materia prima que se humedece al fluir en 100 ml de agua es de 160 g como máximo.
6. Procedimiento para la producción de una materia prima con alto contenido en alúmina según la reivindicación 1, caracterizado porque
10
a) una escoria salina de aluminio que contiene de un 20 a un 60% en peso de sales del grupo consistente en NaCl, KCl, CaF₂, un 35 a un 75% en peso de óxidos del grupo Al₂O₃, MgO o SiO₂ y hasta un 15% en peso de aluminio metálico y de nitruro de aluminio se tritura previamente en seco y a
15 continuación se muele con adición de agua, a un contenido en materia sólida del 25 al 55% en peso, para obtener una suspensión de material molido con un tamaño de partícula < 500 µm para al menos un 90% en peso con un diámetro de partícula medio d₅₀ < 50 µm,
b) disolver los constituyentes salinos a ser posible completamente y formar
20 hidróxido de aluminio (de la reacción de aluminio metálico y nitruro de aluminio con agua, con liberación de hidrógeno gas y amoníaco y formación de una salmuera de sal amoniacal), la suspensión de material molido se acondiciona en un reactor con agitador a un pH entre 9 y 12, a una temperatura entre 30 y 90°C y con un tiempo de reacción entre 10 y 60
25 minutos.
c) para separar los componentes no disueltos de la sal de salmuera se filtra la suspensión acondicionada, donde inicialmente la torta de filtrado se lava por enjuagado y pulverizado con agua para liberarla de las sales lo más posible y al final de la filtración se aspira aire a su través para reducir el contenido
30 en humedad de la torta al 30-50% en peso,
d) y finalmente la torta de filtrado se seca a una temperatura de 70 a 110°C como máximo hasta una humedad residual inferior al 10% en peso.
7. Procedimiento para la fabricación de una materia prima con alto contenido en alúmina según la reivindicación 6, caracterizado porque

- 5 c) para separar los componentes no disueltos de la sal de salmuera, la suspensión acondicionada se filtra con un filtro adecuado, lavándose la torta de filtrado por enjuagado y pulverizado con agua para mantenerla lo más libre de sal posible, hasta que el pH de la torta se reduce de 8 a 9, y al final de la filtración aspirándose aire a través de la torta de filtrado, reduciéndose el contenido de humedad de la torta de filtrado a un 30 hasta un 50% en peso.
8. Procedimiento para la fabricación de una materia prima con alto contenido en alúmina según la reivindicación 6, caracterizado porque
- 10 c) para separar los componentes no disueltos de la sal de salmuera, la suspensión acondicionada se filtra con un filtro adecuado, lavándose inicialmente la torta de filtrado por enjuagado y pulverizado con agua para mantenerla lo más libre de sal posible, manteniéndose el pH de la torta aproximadamente 9 por adición de amoniaco, una solución de hidróxido
- 15 sódico o cal viva, y al final de la filtración aspirándose aire a través de la torta de filtrado, reduciéndose el contenido de humedad de la torta de filtrado a un 30 hasta un 50% en peso.
9. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la trituración previa se realiza con una trituradora de mandíbulas o con un molino de
- 20 impacto.
10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 9, caracterizado porque para la operación de molienda con adición de agua se emplea un molino de tambor con bolas de hierro.
11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 10, caracterizado
- 25 porque la separación de los componentes no disueltos de la suspensión acondicionada se lleva a cabo con un filtro de banda de vacío.
12. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 11, caracterizado porque el secado se lleva a cabo en un tambor secador.

FIG. 1

BJH Descripción acumulativa área de poro

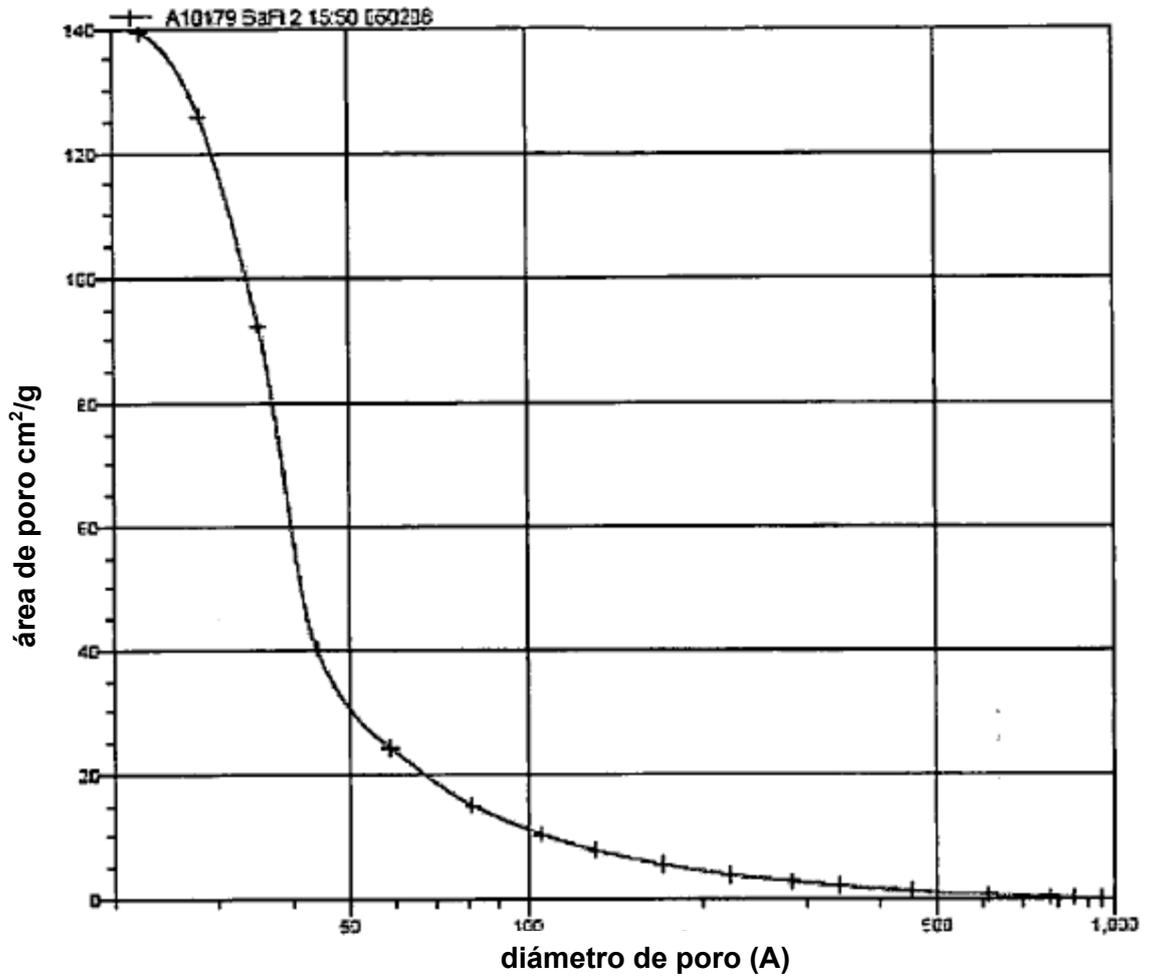


FIG. 2

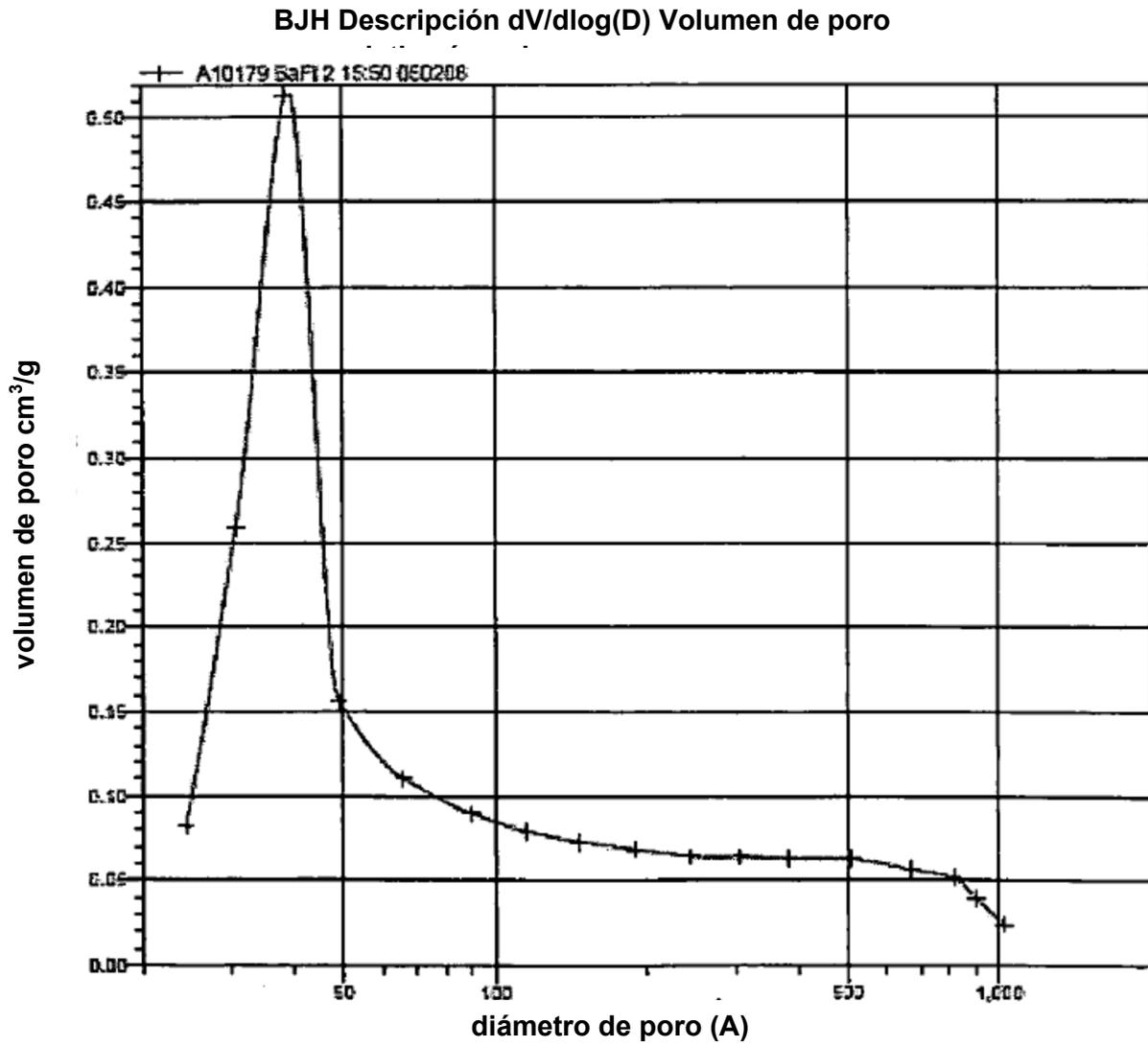


FIG. 3

BJH Descripción acumulativa área de poro

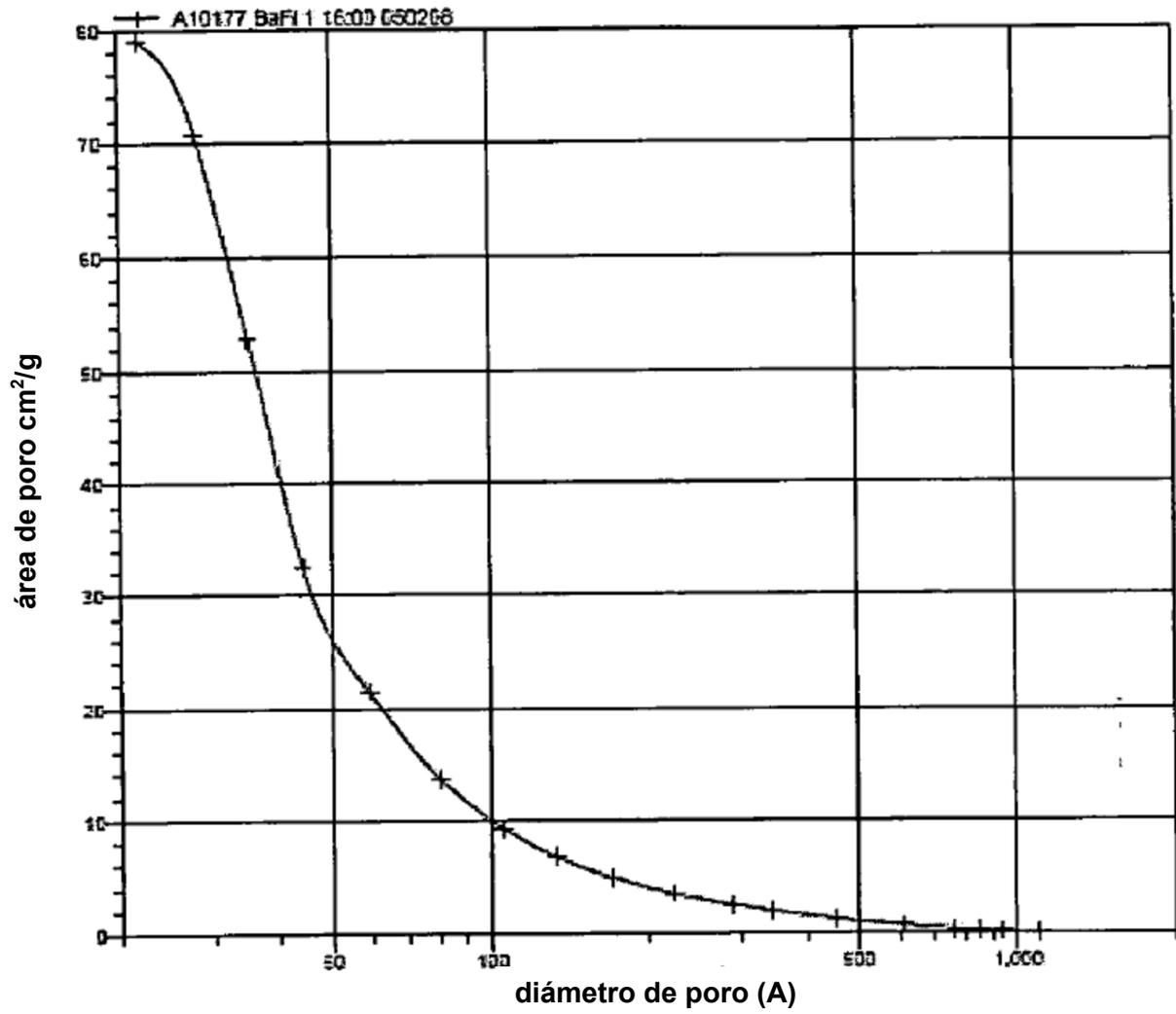


FIG. 4

BJH Descripción dV/dlog(D) Volumen de poro

