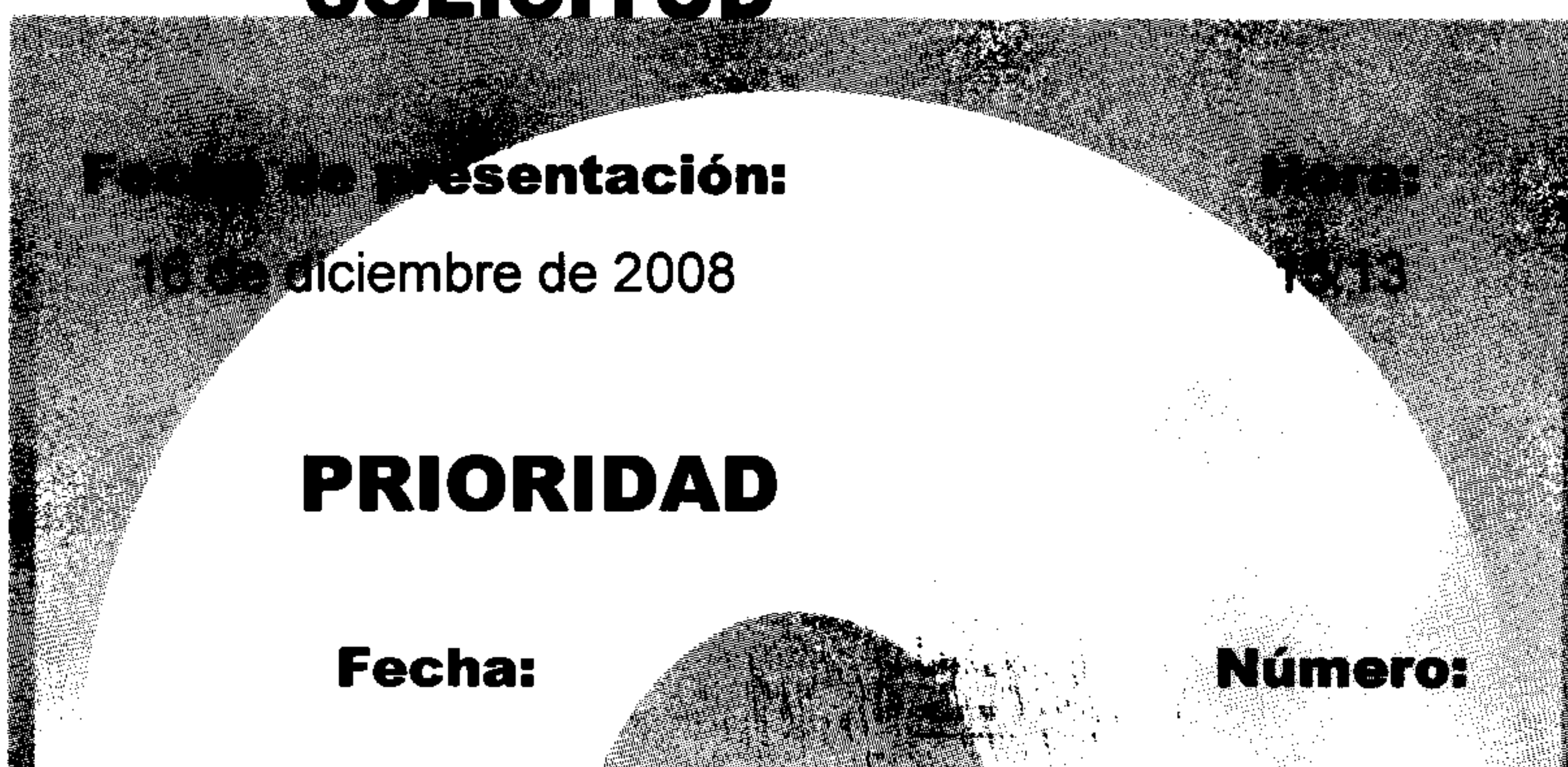
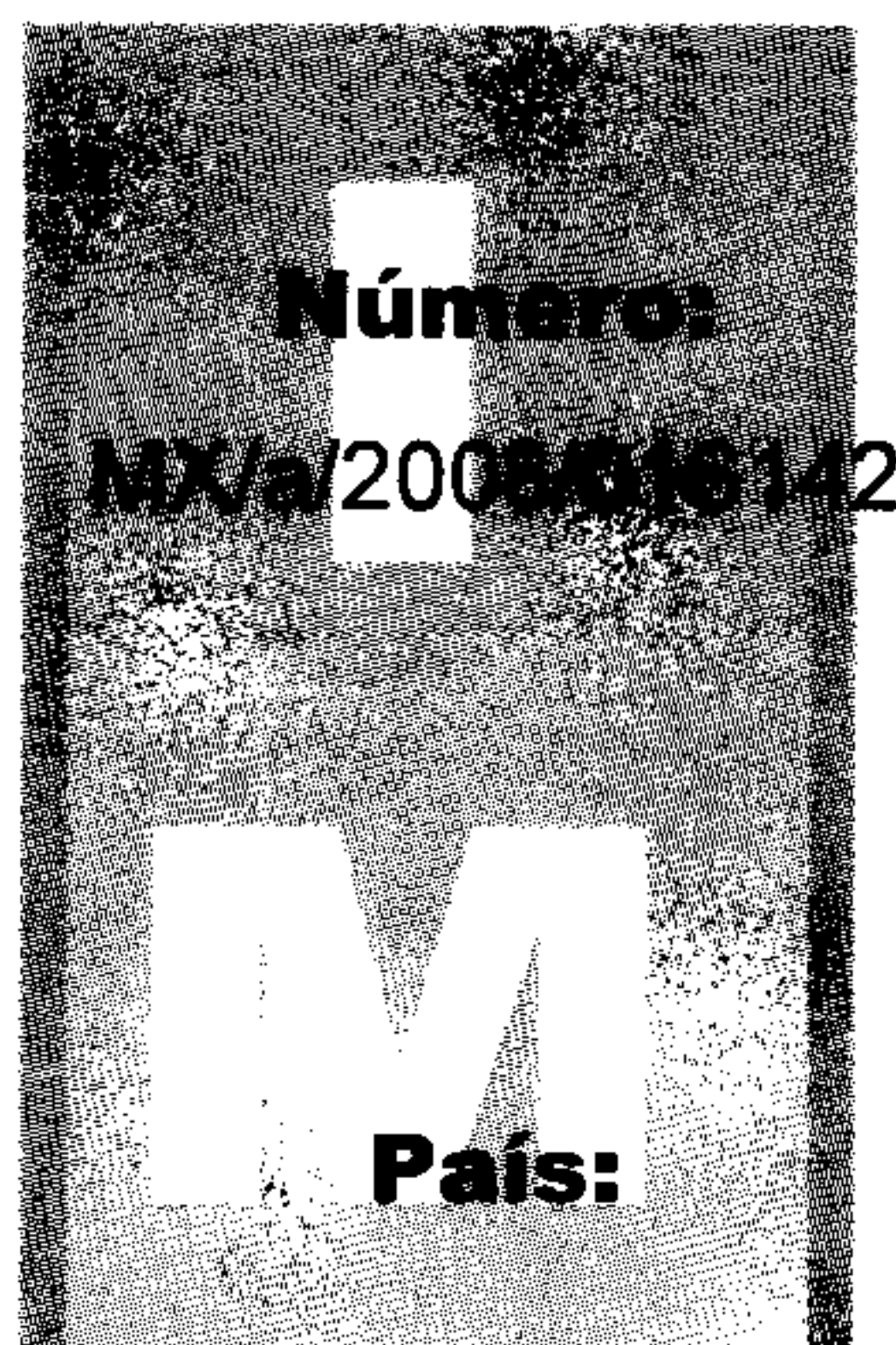




TÍTULO DE PATENTE NO. 337275

Titular(es): UNIVERSIDAD DE GUANAJUATO
Domicilio: Lascuráin de Retana No. 5, 36000, Guanajuato, Guanajuato, MÉXICO
Denominación: PROCESO PARA OBTENCIÓN DE ALÚMINA ACTIVADA AGLOMERADA
Clasificación: Int.Cl.8: B01J20/284; B01J37/00
Inventor(es): MERCED MARTÍNEZ ROSALES

SOLICITUD



PRIORIDAD

Fecha:

Número:

Vigencia: Veinte años

Fecha de Vencimiento: 16 de diciembre de 2028

La patente de referencia se otorga con fundamento en los artículos 1º, 2º fracción V, 6º fracción III, y 59 de la Ley de la Propiedad Industrial.

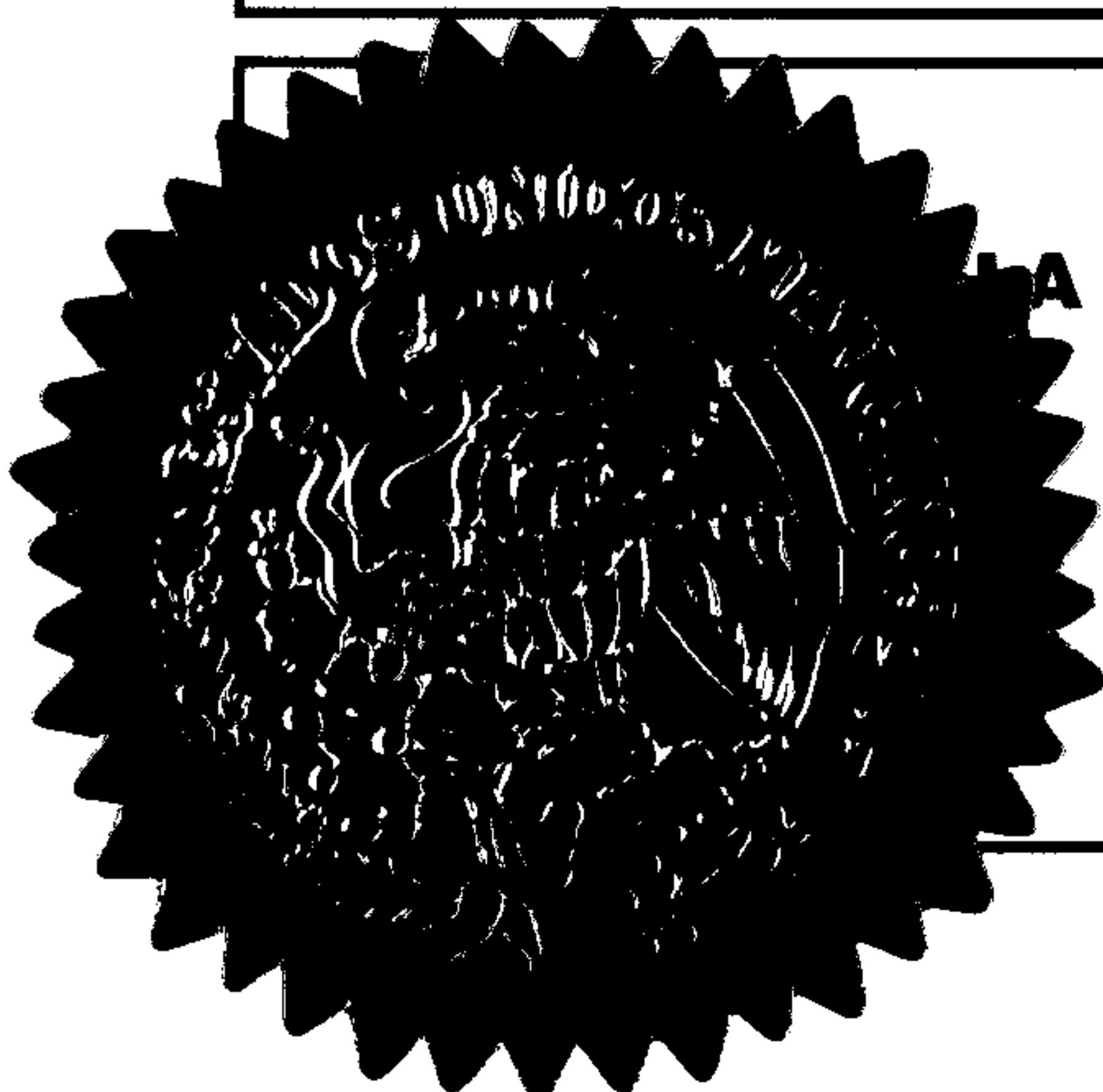
De conformidad con el artículo 23 de la Ley de la Propiedad Industrial, la presente patente tiene una vigencia de veinte años improrrogables, contada a partir de la fecha de presentación de la solicitud y está sujeta al pago de la tarifa para mantener vigentes los derechos.

Quien suscribe el presente título lo hace con fundamento en los artículos 6º fracciones III y 7º bis 2 de la Ley de la Propiedad Industrial (Diario Oficial de la Federación (D.O.F.) 27/12/1999, reformada el 02/06/1994, 25/10/1999, 26/12/1997, 17/05/1999, 26/01/2004, 16/06/2005, 25/01/2006, 06/05/2009, 06/01/2010, 18/06/2010, 26/06/2010, 27/01/2012 y 09/04/2012); artículos 1º, 3º fracción V inciso a), 4º y 12º fracciones I y III del Reglamento del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial (D.O.F. 14/12/1999, reformado el 01/07/2002, 15/07/2004, 28/07/2004 y 10/09/2007); artículos 1º, 3º, 4º y 5º fracciones I y III y 30 del Estatuto Orgánico del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial (D.O.F. 27/12/1999, reformado el 02/06/1994, 29/07/2004, 04/08/2004 y 13/09/2007); 1º, 3º y 4º inciso a) del Acuerdo que delega facultades en los Directores Generales Adjuntos, Coordinador, Directores Divisionales, Titulares de las Oficinas Regionales, Subdirectores Divisionales, Coordinadores Departamentales y otros subalternos del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial. (D.O.F. 15/12/1999, reformado el 04/02/2000, 29/07/2004, 04/08/2004 y 13/09/2007).

Fecha de expedición: 17 de febrero de 2016

LA DIRECTORA DIVISIONAL DE PATENTES

NAHANNY CANAL REYES



PROCESO PARA OBTENCIÓN DE ALÚMINA ACTIVADA AGLOMERADA**DESCRIPCIÓN****CAMPO TECNICO DE LA INVENCION**

5 La presente invención se desarrolla en el área de la industria química y petroquímica como medio para quelante de sustancias contaminantes en efluentes de proceso químicos. Se desarrolló un proceso para la obtención de alúmina activada aglomerada a través de su fase precursora denominada pseudoboheimita, utilizando sulfato de aluminio de bajo costo como materia prima.

10

ANTECEDENTES

En la patente número WO 01/73142 A1. Date 4 October 2001. **AGGLOMERATION OF ALUMINA. ROBSON, Barry, James.** En este caso particular se trata de una patente que comprende la microaglomeración, por medio de un proceso de spray dry, el cual requiere mayor equipo que en nuestro caso, de alúmina obteniendo partículas aglomeradas de aproximadamente 12 micras de diámetro, para ser usadas en la fusión de aluminio, a diferencia de 0.3 mm de diámetro en nuestro caso, para aplicarse como adsorbente o como soporte de catalizador, y con la adición de un agente ligante tipo polimérico de clorohidróxido de aluminio, compuesto más complejo que el utilizado en nuestro caso, ácido nítrico diluido, en una concentración aproximada de 5% en peso, y menos de 2% (1.9-0.9%) en nuestro caso, lo cuál solo es eliminado por medio de

calcinación a 500 °C. En resumen, no se especifica la materia prima donde se obtiene el precursor de alúmina y el proceso requiere más equipo que la ruta propuesta en nuestro caso, las dimensiones de los aglomerados son muy diferentes en ambos caso, luego la aplicación de la alúmina descrita en la patente de referencia es para fines muy diferentes al de nuestro caso.

US 2005/0118096 A1. AGGLOMERATION OF ALUMINA AND BINDER THEREFOR. Barry J. Robson. Esta patente comprende un proceso muy similar al anterior, por lo mismo las diferencias marcadas anteriormente son similares. Aquí se parte de partículas aglomeradas de alúmina de aproximadamente 12 micras de diámetro con un contenido de soda u óxido de sodio menor de 0.4% en peso, enseguida se adiciona una suspensión de pseudoboehmita la cual tiene un pH entre 2-6, formando una mezcla tal que la cantidad de pseudoboehmita esta entre 0.8 y 5% en peso, luego esta mezcla se seca con aire (spray dry) para formar los gránulos de aglomerados. Las ventajas de nuestro caso respecto a esta patente es que utilizamos pseudoboehmita pura para la formación una suspensión con ácido nítrico diluido como peptizante y posteriormente esta suspensión se gotea en una columna de características definidas descritas en el texto, para dar forma a los aglomerados de 0.3 mm de diámetro, muy útil en la potencial aplicación como empaque de columnas de adsorción de elementos tóxicos presentes en fuentes de agua.

La patente número WO 2007/024309 A1. Date 1 March 2007. PROCESS FOR PRODUCING HIGH POROSITY BOEHMITE ALUMINAS. BARCLAY, David, A.

Este trabajo se orienta a la preparación de alúmina en base de boehmita, adicionalmente adicionando cantidades que van desde 0.1 a 5 % en peso como modificadores con la finalidad de obtener un precursor de alúmina con alta área específica. Sin embargo aquí es importante hacer notar que en estas condiciones el área específica resultante no rebasa los 250 m²/g. En nuestro caso sin aditivos logramos áreas específicas igual o mayores de 350 m²/g, parámetro muy útil desde el punto de vista de la aplicación visualizada como material adsorbente o soporte de catalizadores.

La patente número WO 2005/123590 A1. Date 29 December 2005. PROCESS FOR PRODUCING LOW-SODA ALUMINA, APPARATUS THEREFOR, ALUMINA, KIMURA, Kiichi. El contenido de esta patente trata sobre la preparación de alúmina a partir de la calcinación del hidróxido de aluminio obtenido mediante el proceso Bayer, con un contenido relativamente alto de soda (Na₂O), desde 0.15 a 0.8% en masa. Este componente se considera nocivo cuando la alúmina así preparada es utilizada como aislante cerámico. En este caso, la soda causa defectos de aislamiento entre otros problemas. Como por ejemplo afecta las propiedades de películas semiconductoras de manera adversa. Por lo tanto el proceso descrito comprende a la vez, un agente removedor de soda, consistente de una solución ácida diluida en agua que permite disminuir el contenido de soda hasta menos de 0.01 % en masa o menos, de tal forma que se obtiene una alúmina con características de pureza suficiente para ser usada como material de cerámica fina, por ejemplo en equipos para la producción

de semiconductores. En nuestro caso, el contenido de soda ~~no está presente, es decir~~
no se detecta por medio de Espectroscopia de Absorción Atómica, además que el uso
de la alúmina preparada por nuestra ruta va encaminada a otros fines.

Diseño de un proceso para la aplicación de alúmina activada en la defluoración de
5 agua de bebida por adsorción selectiva en proceso continuo. Sistema de Investigación
Miguel Hidalgo. Dr. Rodolfo Trejo Vázquez. CONACYT 2000.^[r1] este trabajo se
describe ampliamente una aplicación de la obtención de alúmina siguiendo el proceso
descrita en nuestro proceso, esto es debido a que el Dr. Rodolfo Trejo pasó una
temporada en nuestro laboratorio y asimiló la metodología, por ello, nuestra secuencia
10 cobra mayor importancia, debido a que previamente ha sido probado el material
preparado siguiendo nuestro proceso.

Un hidrogel de hidróxido de aluminio para eliminar el arsénico del agua. Juan Carlos
Luján. Rev. Panam. Salud Pública/Pan Am J. Public Health 9(5), 2001. En esta
referencia, hay similitud en las materias primas y en la secuencia del proceso hasta la
15 obtención de una suspensión intermedia de hidróxido de aluminio, respecto a nuestro
proceso. Esta suspensión es modificada por la adición de hipoclorito de calcio, lo cuál
permite, además de la remoción de arsénico, la eliminación de bacterias tipo
“Pseudomonas aeruginosa” presente en fuentes de agua. Reportada por un
investigador argentino, ello ofrece la posibilidad de diversificar las aplicaciones de
20 nuestro proceso, con la idea siempre de ser aplicados estos materiales, tal como se
afirma en la referencia en análisis de utilizar los materiales en zonas de población

dispersa afectadas por la hidroarsenosis que carecen de agua potable e infraestructura sanitaria y eléctrica.

Arsenic Removal from Drinking Water by Ion Exchange and Activated Alumina Plants. Lili Wang, Abraham Chen, Keith Fields. Battelle Columbus, OH 43201-2693.

5 **EPA/600/R-00/088. October 2000. En esta referencia se hace notar que, utilizando**
alúmina activada similar a la preparada por nosotros, en plantas de tratamiento para
remover arsénico, donde se manejan flujos entre 800 a 3,000 galones de agua
conteniendo concentraciones de arsénico entre 45 y 65 $\mu\text{g/L}$, utilizando alúmina
activada como adsorbente, se remueve el arsénico con una eficiencia promedio del 97
10 **%, quedando solo entre 0.8 a 4.5 $\mu\text{g/L}$ de arsénico en el agua tratada, muy por debajo**
de lo que indica la Norma NMX Norma Mexicana (5 $\mu\text{g/L}$).

El agua es uno de los recursos naturales más abundantes del planeta y es indispensable para el desarrollo de la vida y la actividad industrial. Es un recurso renovable y es ampliamente utilizado en las actividades humanas. Sin embargo, si está
15 **contaminada es nociva ya que puede causar daños al ser humano y al medio ambiente.**
Por ejemplo, en muchas regiones del país, sobre todo en los estados del centro norte;
Guanajuato, San Luis Potosí, Aguascalientes, Durango, etc., se ha padecido de la
presencia de elementos tóxicos como flúor y arsénico entre otros. Sin embargo, los
esfuerzos realizados por los gobiernos estatales y municipales han sido insuficientes
20 **para atender esta necesidad de la sociedad, sobre todo de aquellos habitantes de**
regiones rurales con los niveles económicos más bajos, es decir aquellos que no tienen

acceso a tecnologías de tratamiento de aguas. En nuestra ~~invención adsorbe varios~~
materiales y está constituido a base de alúmina activada, con características propias
para remover los elementos tóxicos como los ya citados.

La alúmina activada aglomerada puede ser preparada por nosotros con
5 características suficientes para ser empacada en forma de filtros con las dimensiones
adecuadas al volumen de consumo de agua requerido.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

10 **Figura 1. Esquema del proceso para obtención de pseudoboehmita $\text{AlO}(\text{OH})$.**

De forma frontal, se muestra en la primera parte (1) la etapa de disolución de la
materia prima ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) sólida. En la etapa siguiente (2) se indica la dosificación del
sulfato de aluminio en fase líquida mediante una bomba peristáltica (3) al reactor
(etapa 4), en este se lleva a cabo la reacción del sulfato con amoníaco en condiciones
15 específicas. En la parte final (5) se indica la etapa de filtración del producto o material
sólido en forma de torta (AlOOH) de interés.

**Figura 2. Patrón de difracción de rayos-X característico de la fase denominada
pseudoboehmita (AlOOH).**

En la parte superior del patrón de difracción aparecen recuadros con los valores
20 promedio donde se pueden detectar las señales o picos y, complementariamente, el

valor correspondiente a la distancia interplanar de los arreglos atómicos detectados en el valor del ángulo de la escala 2θ .

Figura 3. Esquema de aglomeración por goteo del precursor de alúmina activada.

Frontalmente, en la etapa inicial (1) se ilustra la combinación de la pseudoboehmita con ácido nítrico (HNO_3) diluido, hasta la obtención de una suspensión. Luego en la etapa (2) siguiente se muestra la suspensión mantenida en agitación para su dosificación mediante una bomba peristáltica (3), a una columna (4) conformada por dos sustancias, una (Medio A), pudiendo ser benceno, aceite lubricante, hexano u otra sustancia con características similares y la otra sustancia (Medio B), pudiendo ser amoníaco líquido con una concentración de NH_3 mayor del 20 %. En la etapa siguiente se ilustra el material recuperado de la columna de aglomeración, sometido a una etapa de secado (5), y, finalmente el material aglomerado seco se somete a la etapa de calcinación (6) para obtener así el material denominado alúmina activada aglomerada.

Figura 4. Patrón de difracción de alúmina activada.

En esta figura se muestra el patrón de difracción de rayos-X característico de la alúmina activada, en el cuál se notan picos ensanchados, asociados con material mayormente amorfo, propio de materiales de con alta área específica, muy útil en aplicaciones como soporte de catalizadores o como adsorbente.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

“Proceso para obtención de alúmina activada aglomerada” el proceso es el siguiente

- a) El sulfato de aluminio sólido usado como materia prima se disuelve en agua destilada en una proporción aproximada de 3:1, líquido:sólido y se filtra para separar impurezas presentes con menos del 0.5 % (ver Figura 1-1).
- b) El sulfato de aluminio en solución acuosa (ver Figura 1-2), se adiciona por goteo en un reactor de tres bocas, utilizando una bomba peristáltica (Figura 1-3), manteniendo una velocidad de flujo controlada de aproximadamente 11.5 ml/min, c) esta solución se hace reaccionar con un corriente de amoniaco gas a flujo controlado (Figura 1-4).
- d) La reacción se lleva a cabo con agitación vigorosa a una temperatura entre temperatura ambiente y 70 °C y a un pH entre 9-11, así da lugar a un precipitado blanco que corresponde a un oxihidróxido de aluminio denominado Pseudoboehmita ($\text{AlO}(\text{OH})$).
- e) Una vez finalizada la reacción, el precipitado se recupera por filtración y se lava exhaustivamente con agua amoniacal caliente 35°-70 con la finalidad de favorecer la eliminación del ión sulfato en solución (Figura 1-5). Aquí es importante hacer notar que dentro de las bondades del proceso es que esta solución resultante corresponde a un sulfato de amonio de alta pureza y con aplicaciones potenciales como fertilizante.
- f) El material sólido resultante en forma de torta, se seca al ambiente unas 12 horas. De esta forma se obtiene un material sólido en polvo fino color blanco, con área específica mayor de 300 m^2/g y presenta un patrón de Difracción de Rayos-X (DRX) propio de la Pseudoboehmita (Figura 2), con señales análogas al patrón DRX de la

