

PETITORIO

FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
2000-3

① SOLICITUD DE:

X Patente de Invención Patente de Modelo de Utilidad

② **SOLICITANTE** (71) Nombre: **ALFREDO DEL VALLE LAZO** / IDENTIFICACIÓN
Dirección: **Comandante Chacón No. 6365** C.C. NIT
Teléfono: **3132408** Fax: **3131647** C.E. OTRO
E-mail: Número
Domicilio: **CERRO NAVIA, SANTIAGO, CHILE.**
Lugar de constitución: **SANTIAGO, CHILE**

③ **REPRESENTANTE** (74) Nombre: **HUMBERTO RUBIO CAMACHO** / IDENTIFICACIÓN
Dirección: **Carrera 7 No. 74 - 64, Of. 506** C.C. X NIT
Teléfono: **3132408** Fax: **3131647** C.E. OTRO
E-mail: No. 17'192.062 T.P. 50.007 CSJ

④ **INVENTOR(ES)** (72) Nombre: **ALFREDO DEL VALLE LAZO** / IDENTIFICACIÓN
Dirección: **Comandante Chacón No. 6365** C.C. NIT
Teléfono: **3132408** Fax: **3131647** C.E. OTRO
E-mail: Número
Domicilio: **CERRO NAVIA, SANTIAGO, CHILE.**

⑤ **TÍTULO (54) "PROCESO PARA LA PRODUCCIÓN DE POLISULFATO FERRICO EN SOLUCIÓN"**

⑥ Clasificación Internacional (51)

⑦ Prioridad	(33) País de origen	(32) Fecha	(31) Número de solicitud
SI <u>X</u> NO <u> </u>	CHILE	29 DE JULIO DE 2.003	1515 - 2003
<u> </u>	<u> </u>	<u> </u>	<u> </u>
<u> </u>	<u> </u>	<u> </u>	<u> </u>

⑧ Para publicar a partir de la fecha de la presente solicitud a los:

6 meses 12 meses X 18 meses Otro

⑨ Comprobante de pago No. **04 - 18,011** Fecha: **MARZO 4 DE 2.004**
03 - 41,465 **JUNIO 13 DE 2.003**
04 - 1,181 **ENERO 7 DE 2.004**

2

**EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN
SOLICITUD DE PATENTE DE PATENTE DE INVENCION
DELEGATURA PROPIEDAD INDUSTRIAL**

(21) No. SOLICITUD (51) INT. CL.:
(22) FECHA DE PRESENTACIÓN: (71) SOLICITANTE: **ALFREDO DEL VALLE LAZO**
(30) PRIORIDAD: **CHILENA** (72) INVENTORES: **ALFREDO DEL VALLE LAZO**
(31) No. DE SOLICITUD: **1515 - 2003**
(32) FECHA DE PRESENTACIÓN: **29 DE JULIO DE 2.003**
(33) PAÍS: **CHILE** (74) APODERADO: **Humberto RUBIO CAMACHO**

(54) TITULO: **"PROCESO PARA LA PRODUCCIÓN DE POLISULFATO FERRICO EN SOLUCION"**

RESUMEN:

Proceso para obtener polisulfato férrico en solución a partir de mineral de magnetita refinada y concentrada, útil como coagulante en los procesos de tratamiento de aguas domiciliarias y/o industriales, CARACTERIZADO porque comprende:

- a. Mezclar en un reactor sellado agua o un polisulfato férrico/ferroso de baja concentración diluido, un electrolito frío formado por ácido sulfúrico y agua y mineral de magnetita en exceso;
- b. Agitar la solución formada en el paso a) al interior del reactor durante todo el proceso;
- c. Cerrar el reactor y adicionar ácido sulfúrico industrial faltante;
- d. Obtener una solución con alrededor de 220 a 280 g de Hierro por litro de solución, acidez libre de 0%, basicidad entre 2% y un 12,5% y pH entre alrededor de 0,2 a 1,0;
- e. Filtrar la solución obtenida en paso d) en caliente a aproximadamente entre unos 80° y 100° C;
- f. Aplicar un oxidante a la solución filtrada por la parte inferior de un reactor abierto a presión atmosférica; y
- g. Obtener un polisulfato férrico en solución con concentraciones de ión férrico de al menos 12,5%, ión ferroso menor a 4 g/l, acidez libre igual a cero, basicidad entre 7% y 22 % y pH entre alrededor de 0,5 a 1,8.

Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque el pH del polisulfato férrico está preferentemente entre 0,8 a 1,6.

3
3

⑩

ANEXOS

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.
- ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.
- ☒ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad.
- ☐ Certificado de existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☒ Poderes, si fuere el caso.
- ☒ Copia certificada de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.
- ☐ Traducción simple de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☒ Descripción de la invención.
- ☒ Una o más reivindicaciones.
- ☐ Dibujos y/o planos necesarios.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser del caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☐ Arte final 12 x 12

(11) Figura característica:

(12)

HUMBERTO RUBIO CAMACHO

FIRMA



C.C.

17'192.062 de Bogotá

T.P.

50.007 Consejo Superior de
La Judicatura

PARA USO EXCLUSIVO DE
HUMBERTO RUBIO & CIA. LTDA

REGISTRO
Patente de invención: PROCESO PARA
LA PRODUCCIÓN DE POLISULFATO
FERRICO EN SOLUCION

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicación : 04068028 00000000 Folios: 41
Fecha (AMD): 2004-07-16 15:46:22
Trámite : 002 PATENTES D T REGISTRO/ 411 PRESENTA
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 04 - 18,011
FECHA : MARZO 4 DE 2004

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PBO	Vr. PAGO
HUMBERTO RUBIO CAMACHO	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	16826849	02/03/2004	54,000.00
HUMBERTO RUBIO CAMACHO	RECIBO DE CAJA			17975	04/03/2004	224,000.00
HUMBERTO RUBIO CAMACHO	RECIBO DE CAJA			17976	04/03/2004	224,000.00
HUMBERTO RUBIO CAMACHO	RECIBO DE CAJA			17995	04/03/2004	224,000.00
HUMBERTO RUBIO CAMACHO	RECIBO DE CAJA			17996	04/03/2004	224,000.00
...MAS INFORMACION NO IMP			TOTAL			2,954,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	422,000.00
	TOTAL :	\$ 422,000.00

SON: CUATROCIENTOS VEINTIDOS MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

PARA USO EXCLUSIVO DE
HUMBERTO RUBIO & CIA. LTDA

5

REGISTRO

**Patente de Invención: PROCESO PARA
LA PRODUCCIÓN DE POLISULFATO
FERRICO EN SOLUCION**

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 03 - 41,463
FECHA : JUNIO 13 DE 2003

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicación : 0406028 00000000 Folios: 41
Fecha (AMD) : 2004-07-16 15:46:22
Trámite : 002 PATENTES D 1 REGISTRADO/ 411 PRESENTE
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
HUMBERTO RUBIO CAMACHO	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	3121607	13/06/2003	6,240,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		82 INVOCACION DE UNA PRIORIDAD EN NU	112,000.00
		TOTAL :	\$ 112,000.00

SON: CIENTO DOCE MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

MEMORIA DESCRIPTIVA

CAMPO DE APLICACIÓN

La presente invención se relaciona con el campo de la depuración o tratamiento
5 de aguas, más específicamente a un proceso para la obtención de coagulantes útiles
en el tratamiento de aguas domiciliarias y/o industriales.

DESCRIPCIÓN DEL ARTE PREVIO

La creciente escasez mundial de agua hace que los actuales recursos hídricos
10 deban cuidarse y tratarse, para así poder reutilizarlos. De esta forma la posibilidad de
tener, a costos de producción razonable, nuevos coagulantes para la producción de
agua potable como para el tratamiento de residuos industriales, se hace cada vez más
necesario.

Los coagulantes más ampliamente utilizados son a base de hierro y de aluminio,
15 destacando el sulfato de aluminio, cloruro férrico y sulfato férrico.

El sulfato de aluminio es el coagulante más antiguamente conocido, el cual se
produce convenientemente en muchos países.

El cloruro férrico es un coagulante con buenas características de coagulación,
que se encuentra en todas partes, puesto que es producido por plantas productoras de
20 cloro-soda, necesarias para muchos tipos de industrias.

Las plantas de tratamiento de residuos, habitualmente tienen equipos de
precisión costosos (decanter, tricanter, piping, etc.) los que usualmente son de acero
inoxidable y estos tipos de coagulantes son altamente nocivos en la duración de estos
equipos. Sin embargo tanto el sulfato férrico como el polisulfato férrico (PFS) no dañan
25 el acero inoxidable.

Es así que en procesos para el tratamiento de agua potable, en términos

10 16

básicos, primero se procede a captar el agua cruda, para luego aplicar coagulante (para separar la turbiedad presente). El agua sin turbiedad se desinfecta, para luego ser distribuida a la población.

En procesos para la depuración de aguas industriales, primero se introduce el agua industrial a la planta depuradora para posteriormente aplicar el coagulante (sulfato de aluminio, cloruro férrico, polisulfato férrico, etc.). Luego se ajusta el pH a un valor (rango) que la normativa vigente permita. Una vez ajustado el pH se aplica un floculante (polielectrolito) para completar la floculación. Posteriormente se separan el agua tratada de los lodos generados para terminar por devolver el agua tratada al cause receptor.

En las aguas industriales, las habituales altas DQO (Demanda Química de Oxígeno), obligan a aplicar grandes cantidades de coagulantes, produciendo como efecto secundario, que se afecta en demasía el pH, por lo que luego se debe proporcionar o agregar algún álcalis (ej. soda cáustica) para restituir el pH a un valor que la normativa vigente permita.

El documento de patente US 5.194.241 titulada "Manufacture of hydroxylated ferric sulphate compound" presentada por el titular Eaglebrook Internacional Inc., cuyo inventor es Derka Jaroslav, describe un proceso para obtener sulfato férrico a partir de sulfato ferroso que utiliza oxígeno en estado gaseoso con presencia de catalizadores (óxidos de nitrógeno), en un reactor cerrado, bajo presión. Mientras que la presente solicitud de patente no utiliza catalizadores, la oxidación es con peróxido de hidrógeno y en un reactor abierto, es decir a presión atmosférica.

El documento de patente US 5.785.862, titulada "Preparation and uses of polyferric sulphate", cuyo titular es Imperial Collage of Science Technology and Medicine, de Graham et al., describe un proceso para preparar una forma polimérica de sulfato férrico en donde una solución acuosa acídica incluye sulfato ferroso que es oxidada para formar sulfato férrico en solución, en una etapa de oxidación a presión

atmosférica y en ausencia de catalizadores de oxidación. Luego el sulfato férrico es hidrolizado con una base como hidróxidos o bicarbonatos de un metal alcalino para la polimerización. La presente solicitud de patente no utiliza base alguna para polimerizar, sino simplemente exceso de hierro (magnetita).

5 Por otra parte, el mineral de magnetita (hierro) es producido por algunos países en el mundo y debido que es una materia prima para la producción de aceros es comercializada a compañías siderúrgicas en varios países; los grandes volúmenes transportados permiten muy bajos precios en los fletes, encontrándose este producto en los países importadores.

10 En los países que no producen óxido de titanio, sólo se dispone de sulfato de aluminio, cloruro férrico o ambos. Es interesante señalar como ejemplo que en Sudamérica solamente en Brasil existe una planta productora de óxido de titanio.

 Los polisulfatos férricos (PFS) son conocidos como coagulantes en procesos de tratamientos de aguas domiciliarias e industriales, los cuales son utilizados para ayudar
15 a remover, por coagulación, la suspensión de desechos de materias orgánicas y otros contaminantes presentes, que son obtenidos por otros procesos, diferentes al de la presente invención.

 Por lo tanto, la presente solicitud de patente de invención provee un proceso para la obtención de un producto más avanzado para la coagulación en plantas de
20 tratamiento de aguas domiciliarias y/o industriales, como son los polisulfatos férricos, los cuales presentan muchas ventajas respecto al sulfato de aluminio y al cloruro férrico mencionados anteriormente. En efecto, se requiere menor dosificación de coagulante, menor consumo de álcalis (en la posterior etapa de neutralización), eventualmente un menor consumo de floculante (polielectrolito) y adicionalmente, la generación de un
25 menor volumen de lodos.

 La alta concentración férrica, la basicidad y la polimerización obtenida, le

12
17/10

entregan a este coagulante características superiores respecto de los coagulantes más habituales como el cloruro férrico líquido comúnmente conocido, (solución 39 - 45% de FeCl_3), sulfato férrico (solución 9 -11% Fe^{+3}) y sulfato de aluminio (Solución 6% - 8% de Al_2O_3).

5 El polisulfato férrico de la presente invención tiene una significativa mayor capacidad de coagulación que el sulfato de aluminio, haciéndolo aún más ventajoso, lo cual también presenta significativos ahorros en los consumos de álcalis (soda cáustica, cal y otros). Una ventaja adicional del polisulfato férrico es que produce menores volúmenes de lodos que los tres coagulantes antes mencionados, como se muestra en

10 las siguientes tablas, en las cuales se realizó el análisis de DQO (Demanda Química de Oxígeno) y de neutralización con soda cáustica al 0,1 Normal, al vaso con menor valor de turbiedad:

Tabla 1: Polisulfato férrico

Vaso N°	Polisulfato férrico (mg/l)	Polielectrolito AR – 199 (mg/l)	Tipo de Flóculo (Indice de Wilcomb)	pH salida	Turbiedad (UNT)	Volumen de lodo (ml/l)
1	4,96	10	4	7,28	37	8
2	9,92	10	4	7,22	35	11
3	19,84	10	6	7,15	31	12
4	29,76	10	6	7,08	22	15
5	39,68	10	8	6,95	18	18
6	49,6	10	6	6,92	20	18

DQO: 148 mg/l

15 NaOH: 0,50 mg/l (requerida para neutralizar (pH) de la muestra tratada).

Tabla 2: Cloruro férrico (41,8 % de FeCl_3)

Vaso N°	Cloruro férrico (mg/l)	Polielectrolito AR – 199 (mg/l)	Tipo de Flóculo (Indice de Wilcomb)	pH salida	Turbiedad (UNT)	Volumen de lodo (ml/l)
1	17,2	10	2	7,22	66	10
2	21,5	10	2	7,06	48	18
3	34,4	10	4	6,86	37	24
4	43,0	10	4	6,63	34	32
5	51,6	10	6	6,47	26	36
6	64,5	10	8	6,12	29	38

13/11/13

DQO: 146 mg/l
NaOH: 2,7 mg/l (requerida para neutralizar (pH) de la muestra tratada).

Tabla 3: Sulfato de aluminio (7% de Al₂O₃)

Vaso N°	Sulfato de Aluminio (mg/l)	Polelectrolito AR - 199 (mg/l)	Tipo de Flóculo (Indice de Wilcomb)	pH salida	Turbiedad (UNT)	Volumen de lodo (ml/l)
1	8,86	10	4	7,19	52	15
2	22,16	10	4	7,03	34	21
3	44,32	10	6	6,82	26	28
4	53,18	10	8	6,75	20	37
5	66,48	10	6	6,65	21	33
6	70,88	10	6	6,28	21	28

5 DQO: 162 mg/l
NaOH: 2,2 mg/l (requerida para neutralizar (pH) de la muestra tratada).

Las tablas y datos anteriores se realizaron tomando una muestra de aguas servidas domésticas, la cual se sometió a ensayos con un equipo de agitador múltiple (pruebas de jarra con volumen de 2 litros c/u), con las siguientes características:

- pH = 7,53 (a 19° C);
- Turbiedad = 79 (UNT);
- DQO = 440 (mg/l).

La secuencia de tratamiento fue la siguiente:

- Mezcla rápida: 1 minuto a 100 rpm.
- Mezcla lenta: 15 minutos a 40 rpm.
- Decantación: 30 minutos a 0 rpm.

Durante la mezcla rápida se agregó el coagulante y el floculante (poliacrilamida aniónica (AR-199)).

De estos ensayos se observa que:

- a) Para el mejor resultado, la dosis de coagulante utilizada con el polisulfato férrico es inferior a las dosis del sulfato de aluminio y del cloruro férrico.
- b) En la neutralización, se aprecia que el polisulfato férrico consume una significativa

14 12

menor cantidad de álcalis (soda cáustica) que el sulfato de aluminio y el cloruro férrico.

- c) En el volumen de lodo se observa que el polisulfato férrico genera un menor volumen que los lodos producidos por el sulfato de aluminio y el cloruro férrico.

5

DESCRIPCION DE LA INVENCION

La presente solicitud de patente, permite obtener polisulfato férrico, el cual en su proceso de producción no usa catalizadores, se prepara a partir del mineral magnetita en exceso, no utiliza álcalis (bases), se efectúa con presión y a temperaturas desde aproximadamente los 150° C hasta los 70° C, siendo más recomendable entre 130° C y 80° C en la realización de una primera fase del proceso, mientras que en una segunda fase del proceso se trabaja a presión atmosférica y con temperaturas de hasta 60° C.

El polisulfato férrico de la invención presenta una concentración de ión férrico de un 12,5% o mayor, con cero acidez libre, basicidad de 7% hasta 22 % y un pH final de aproximadamente 0,5 - 1,8, más preferentemente entre 0,8 y 1,6. El proceso de polimerización requerirá de tiempo y temperaturas adecuadas.

El proceso de la presente invención utiliza magnetita refinada Fe_3O_4 , proveniente de mineral concentrado o ultra fino, producto utilizado como base para peletizarlo junto con otros compuestos, y de esta forma utilizarlo en los altos hornos para la producción de aceros.

La concentración habitual de este mineral varía entre un 67% - 70,0% de hierro. El tamaño de partícula es por lo menos en un 75% de 44 micrones; también existe otra magnetita que presenta un tamaño de partícula en un 90% de 44 micrones. Este mineral (para ambas materias primas) presenta aproximadamente un 66,6% de Fe^{+3} y un 33,3% de Fe^{+2} .

Este procedimiento también es apropiado para Fe_2O_3 , hidróxidos férricos, hidróxidos ferrosos o mezclas de los tres anteriores.

El proceso de la presente invención contempla una primera fase que consiste en proveer un reactor sellado al cual se le agrega agua o un polisulfato férrico/ferroso de baja concentración diluido proveniente de residuos sólidos de etapas de filtrado posteriores que se reutiliza en esta etapa. Luego se adiciona un electrolito, que por seguridad y optimización del proceso, se utiliza inicialmente un electrolito frío formado por ácido sulfúrico y agua (o polisulfato férrico/ferroso de baja concentración diluido). La función del electrolito es la de trabajar como un amortiguador de la reacción, haciéndola más segura.

El electrolito frío utilizado en el proceso posee un rango entre 15% a 45% de concentración peso/peso, siendo adecuado para un clima templado un electrolito entre 30% a 35% peso/peso (este electrolito requiere una preparación previa y luego su enfriamiento). Sin embargo, la concentración a utilizar del electrolito frío dependerá de la temperatura ambiente del medio, agua (o polisulfato férrico/ferroso de baja concentración diluido) y del ácido. Naturalmente en lugares muy cálidos se requerirán electrolitos más concentrados como al 45% peso/peso, y en lugares muy fríos se requerirán electrolitos menos concentrados como al 15% peso/peso. Estos valores pueden variar aún más.

Posteriormente se agrega la magnetita escogida (en exceso) iniciando la agitación que permite una buena homogenización de la solución, esta agitación se mantiene durante todo el proceso.

Luego se procede a cerrar el reactor y se adiciona todo el ácido sulfúrico industrial faltante, el cual posee una concentración habitual de 97% a 98% (esta fase puede ser rápida, puesto que el electrolito frío amortigua la reacción).

Es importante destacar que este procedimiento puede generar presión, la cual podrá llegar hasta unos 380 kPa (unas 55 psi); adicionalmente esta etapa no requiere energía adicional externa, es decir la producción de polisulfato férrico por esta vía

presenta importantes reducciones de costos y es más seguro.

La solución comienza, entonces, a subir de temperatura iniciándose así rápidamente la formación del sulfato férrico/ferroso el cual en su fase final comienza a polimerizarse formando el polisulfato férrico/ferroso. Cuando la temperatura alcanza los 100° C se considera iniciada la reacción propiamente tal. Durante las dos primeras horas la temperatura sube hasta aproximadamente entre los 120° C y 150° C, para luego estabilizarse y comenzar a disminuir nuevamente en forma lenta. Naturalmente estas temperaturas levantarán presión en torno a los 103 a 380 kPa (15 a 55 psi) lo que ayuda a una mejor y más rápida digestión.

Durante la primera parte de la digestión se solubiliza la magnetita, es decir se forma sulfato férrico/ferroso. En este proceso de transformación se consume el ácido sulfúrico presente al interior del reactor, hasta alcanzar un nivel de acidez libre = 0. En esta fase, la magnetita en exceso presente continuará retirando protones (H^+) para seguir con su disolución. Como consecuencia de ello se producen iones (OH^-), los cuales inician el proceso de polimerización del sulfato férrico/ferroso.

Luego de 4 a 20 horas se obtiene una solución de polisulfato férrico/ferroso con una basicidad entre 2% y 12,5%, pH entre 0,2 - 1,0.

Para conocer el estado y situación de la solución al interior del reactor, se toman muestras de solución para determinar los parámetros buscados óptimos de dicha solución y realizar correcciones al proceso si se requiere y para determinar el tiempo de finalización de la etapa completa al interior del reactor. Los parámetros que se miden dicen relación a la cantidad y concentración de hierro total, ión ferroso (Fe^{+2}); acidez libre; basicidad y pH.

Una vez concluida esta primera fase del proceso descrita anteriormente, se tiene una solución con alrededor de 220 a 280 g de Hierro por litro de solución con aproximadamente $2/3 Fe^{+3}$ y $1/3 Fe^{+2}$, acidez libre: 0%, basicidad entre 2% y un 12,5%

17/15

y pH entre 0,2 - 1,0.

Esta solución así obtenida se filtra en caliente (a aproximadamente entre unos 80° y 100° C) para evitar la cristalización de sales ferrosas que puedan tapar los filtros, cañerías (piping) o a lo menos evitar hacer su etapa ineficiente.

5 Los residuos sólidos de la filtración se lavan con gran cantidad de agua, de forma que se genere un residuo inocuo (compuesto básicamente de SiO_2 , CaSO_4 , MgSO_4 , Fe_3O_4) muy poco contaminante (levemente contaminado con hierro soluble y acidez), por tanto, ambientalmente más aceptable y además, se recupera un polisulfato férrico/ferroso de baja concentración diluido el cual se reutiliza, por ejemplo en la
10 primera etapa al incorporarlo al reactor sellado en vez de agua, mejorando los rendimientos del proceso.

Una vez concluida la primera fase, se da comienzo a una segunda fase o fase de oxidación, que consiste en proveer un reactor abierto, es decir, el proceso se realiza a presión atmosférica, en donde la solución filtrada se deja enfriar hasta
15 aproximadamente unos 25° C a 55° C, más preferentemente entre los 20° y 60° C.

Teniendo la solución entre los 25° C y 55° C se procede a aplicar un oxidante como ácido nítrico, persulfato de potasio, peróxido de hidrógeno u otro, preferentemente peróxido de hidrógeno al 50% ó 70% p/p, que permite mayor eficiencia debido a que produce un menor efecto de dilución. Así mismo, la aplicación de este
20 oxidante se realiza por la parte inferior del reactor, a través de la inyección por medios adecuados, para permitir mejores resultados debido a la alta reactividad que presenta el peróxido al encontrarse con iones Fe^{+2} y Fe^{+3} en un pH entre 0,2 y 1,0, el cual comienza inmediatamente a descomponerse en oxígeno (O_2) y agua (H_2O). El oxígeno producido, como cualquier gas, buscará salir del reactor, iniciando un recorrido
25 ascendente, lográndose un mayor tiempo de residencia al interior del reactor, en comparación si se aplicara el oxidante por la parte superior del reactor, lo que permite a

16 18
su vez mayor probabilidad de reaccionar, lográndose disminuir pérdidas de H_2O_2 .

El peróxido utilizado consume protones (H^+), por tanto como consecuencia deja hidróxilos disponibles (OH^-), los que continúan la polimerización del ión Férrico.

Una vez terminada esta etapa el polisulfato férrico presentara un pH mayor al pH de entrada, el cual quedará en torno a 0,5 - 1,8, más preferentemente entre 0,8 - 1,6.

La oxidación puede durar entre 5 a 8 horas, su aplicación debe ser lenta mientras la solución es permanentemente agitada. En caso de que se produzca mucha espuma por la reacción se utilizará un antiespumante para medio ácido.

Terminada esta segunda fase el polisulfato férrico tiene las siguientes características:

Hierro total: 200 - 250 gr/l;

Fe^{+2} : < 1 g/l;

Fe^{+3} : 200 - 249 g/l;

Acidez Libre: 0%;

Basicidad: 7% - 22%;

pH: 0,5 - 1,8.

Método de determinación del Fe^{+2} .

Se toman 10 ml de la muestra a analizar y se llevan a un matraz aforado de 250. ml enrazando con agua destilada.

De la solución anterior se toma una alícuota de 10 ml depositándola en un vaso de precipitado de 250 ml, agregándole 10 ml de H_2SO_4 al 5% y sobre esta solución se agregan 25 ml de la solución Zimmermann-Reinhardt para luego valorar con $KMnO_4$ al 0,1 N. Se deberá utilizar un blanco reemplazando la alícuota férrica por agua destilada.

$$\text{Cálculos: } \frac{N \times (V - V \text{ Blanco}) \times Pe \times 25}{M} = \text{g/l}$$

18 49
19

Donde,

N: Normalidad del KMnO_4

V: Volumen utilizado del KMnO_4

Pe: Peso molecular del hierro

5 M: Volumen de la muestra

V Blanco: Volumen de KMnO_4 utilizado en el blanco.

Método de determinación del hierro total:

10 De la muestra a analizar se toman 10 ml y se llevan a un matraz atorado de 250 ml enrazando con agua destilada (esta misma solución se utiliza en el análisis del Fe^{+2}).

De esta solución se toma una alícuota de 10 ml y se traspasa a un vaso de precipitado de 250 ml, el cual se calienta a ebullición y se agrega SnCl_2 al 30% gota a gota hasta el viraje de color, agregando 3 gotas como exceso, inmediatamente se adicionan 10 ml de Hg_2Cl_2 al 5% dejando enfriar a menos de 25°C , luego se agregan 15 25 ml de solución Zimmermann-Reinhardt para valorar con KMnO_4 , al 0,1 N. Se deberá utilizar un blanco reemplazando la alícuota férrica por agua destilada.

$$\text{Cálculos: } \frac{N \times (V - V \text{ Blanco}) \times \text{Pe} \times 25}{M} = \text{g/l}$$

20 Donde,

N : Normalidad del KMnO_4

V : Volumen utilizado del KMnO_4

Pe : Peso molecular del hierro

M : Volumen de la muestra

25 V Blanco: volumen de KMnO_4 utilizado en el blanco.

Método de determinación de la acidez libre:

20-28
12

Transfiera 20 g del producto (previa filtración) a un matraz aforado de 100 ml, enrazando con agua destilada. De esta solución preparada se toma una alícuota de 20 ml, la cual se deposita en un vaso de precipitado de 150 ml, agregue 60 ml de Fluoruro de potasio en solución (140 g de fluoruro en 800 ml de agua destilada caliente) y titule inmediatamente con agitación constante utilizando NaOH 0,05 N usando como indicador fenoftaleína (utilizar 10 ml en microbureta). Para compensar la acidez del fluoruro de potasio en solución realice un blanco, reemplazando la solución de sulfato férrico por agua destilada.

$$\% \text{ de acidez libre (como H}_2\text{SO}_4) = \frac{(\text{ml NaOH} - \text{blanco}) \times (\text{N NaOH}) \times 0,098 \times 25 \times 100}{\text{peso de la muestra (g)}}$$

Ref: Método AWWA, (American Water Works Association).

Método de determinación de la basicidad:

Transfiera 20 g del producto (previa filtración y a 20° C) a un matraz aforado de 100 ml, enrazando con agua destilada. De esta solución preparada se toma una alícuota de 20 ml la cual se deposita en un vaso de precipitado de 250 ml, agregue 60 ml de Fluoruro de potasio en solución; como indicador agregar gotas de fenoftaleína y comience a titular con ácido sulfúrico 1N, hasta que se presente el viraje de color.

$$\% \text{ basicidad (como NaOH)} = \frac{(\text{ml H}_2\text{SO}_4 - \text{blanco}) \times (\text{N H}_2\text{SO}_4) \times 0,04 \times 25 \times 100}{20}$$

Donde,

N: Normalidad del H₂SO₄

Ejemplos

Eiemplo N°1

En un reactor se adicionan primero 4.400 Kg de agua, luego 4.000 Kg de

21,9

electrolito al 25% p/p (a temperatura ambiente), iniciándose la agitación la cual se mantendrá durante todo el proceso; luego se agregan 3.740 Kg de mineral (Magnetita refinada con un 75% de 44 micrones) con una concentración de 68% - 70% de Hierro en peso, el reactor se cierra y se agrega el ácido sulfúrico restante 4.360 Kg a una
5 concentración de 97% - 98 %, el ácido se incorpora rápidamente, la temperatura comenzará a subir hasta llegar a 132° C, con una presión de unos 207 kPa (unos 30 psi).

Cuando la temperatura llegue a los 100° C se considerará iniciada la reacción y se dejará por 17 horas con agitación constante; en este período ocurre la mayor
10 extracción de hierro desde el mineral, iniciándose también la polimerización.

Una vez terminada la digestión, se deja enfriar la solución obtenida hasta los 80°C iniciándose la filtración respectiva, haciendo pasar la solución por un filtro y recibiendo la solución filtrada en otro equipo.

En este segundo equipo se deja enfriar nuevamente la solución hasta los 30° C, iniciándose allí la fase de oxidación, mientras se mantenga esta etapa agitaremos
15 constantemente y mantendremos la temperatura sin subir más allá de los 41° C.

La inyección del peróxido de hidrógeno al 50% p/p se efectúa por la parte inferior del reactor (especialmente acondicionado), de forma tal que el oxidante deba subir por la solución a oxidar, obteniéndose mejores rendimientos.

20 En la oxidación se consumieron 768 Kg de peróxido al 50% obteniéndose 10.560 l (25° C) de polisulfato férrico con 232 g Hierro/litro; Fe^{+2} : 0,7 g/l; Fe^{+3} (231 g/l o 14,57% p/p); densidad: 1,585 g/l a 20° C; acidez libre 0 %; material insoluble < 0,02 %; pH: 1,0; Basicidad: 12,5%; Residuos sólidos 513 Kg con humedad.

25 Ejemplo N° 2

En un reactor se adicionan primero 3.300 Kg de agua, luego 4.000 Kg de

22
20

electrolito al 25% p/p (a temperatura ambiente), iniciándose la agitación la cual se mantendrá durante todo el proceso; después se agregan 3.150 Kg de mineral (Magnetita refinada con un 90% en 44 micrones) con una concentración aproximada de 67% - 69,5 % de Hierro en peso; el reactor se cierra y se agrega el ácido sulfúrico
5 restante de 3.550 Kg con una concentración de 97% - 98 %, el ácido se incorpora rápidamente; la temperatura comienza a subir, hasta llegar a 128° C, con una presión de unos 207 kPa (unos 30 psi).

Cuando la temperatura llegue a los 100° C se considerará iniciada la reacción y se dejará por 15 horas con agitación constante; en este período ocurre la mayor
10 extracción de hierro desde el mineral, iniciándose también la polimerización.

Una vez terminada la digestión, se deja enfriar la solución obtenida hasta los 78° C, iniciándose la filtración respectiva, haciendo pasar la solución por un filtro y recibiendo la solución filtrada en otro equipo.

En este segundo equipo se deja enfriar nuevamente la solución hasta los 25° C, iniciándose allí la fase de oxidación; mientras se mantenga esta etapa agitaremos
15 constantemente y mantendremos la temperatura sin subir más allá de los 35° C.

La inyección del peróxido de hidrógeno al 50% p/p se efectúa por la parte inferior del reactor (especialmente acondicionado), de forma tal que el oxidante deba subir por la solución a oxidar, obteniéndose mejores rendimientos.

20 En la oxidación se consumieron 601 Kg de peróxido al 50%.

Finalmente se obtuvo: 9.072 l (29° C) de polisulfato férrico con 236 g. Hierro/litro; Fe⁺²: 0,8 g/l; Fe⁺³: (235 g/l o 14,78% p/p); densidad: 1,589 g/l; acidez libre: 0 %; pH: 1,1; basicidad: 13,75%; material insoluble < 0,02 %; residuos sólidos 383 Kg con humedad.

25 Ejemplo N° 3

En un reactor se adicionan primero 4.200 Kg de agua, luego 4.000 Kg de

232

electrolito al 25% p/p (a temperatura ambiente), iniciándose la agitación la cual se mantendrá durante todo el proceso; después se agregan 3.600 Kg de mineral (Magnetita refinada en un 75% de 44 micrones) con una concentración aproximada de 67% - 69,5 % de Hierro en peso; el reactor se cierra y se agrega el ácido sulfúrico
5 restante de 4.200 Kg con una concentración de 97% - 98 %, el ácido se Incorpora rápidamente, debido a que la temperatura comienza a subir, hasta llegar a 129° C, con una presión de 186 kPa (27 psi).

Cuando la temperatura llegue a los 100° C se considerará iniciada la reacción y se dejará por 18 horas con agitación constante; en este período ocurre la mayor
10 extracción de hierro desde el mineral, Iniciándose también la polimerización.

Una vez terminada la digestión, se deja enfriar la solución obtenida hasta los 79° C, iniciándose la filtración respectiva, haciendo pasar la solución por un filtro y recibiendo la solución filtrada en otro equipo.

En este segundo equipo se deja enfriar nuevamente la solución hasta los 32° C,
15 iniciándose allí la fase de oxidación; mientras se mantenga esta etapa agitaremos constantemente y mantendremos la temperatura sin subir más allá de los 42° C.

La inyección del peróxido de hidrógeno al 50% p/p se efectúa por la parte inferior del reactor (especialmente acondicionado), de forma tal que el oxidante deba subir por la solución a oxidar, obteniéndose mejores rendimientos.

20 En la oxidación se consumieron 692 Kg de peróxido al 50%.

Finalmente se obtuvo: 10.508 l (37° C) de polisulfato férrico con 210 g. hierro/litro; Fe^{+2} 0,7 g/l; Fe^{+3} : (209 g/l o 13,3% p/p); densidad: 1,572 g/l a 20° C; acidez libre: 0 %; pH: 1,7; basicidad: 22%; material insoluble < 0,02 %; residuos sólidos 417 Kg. con humedad.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para obtener polisulfato férrico en solución a partir de mineral de magnetita refinada y concentrada, útil como coagulante en los procesos de tratamiento de aguas domiciliarias y/o industriales, CARACTERIZADO porque comprende:

- a. Mezclar en un reactor sellado agua o un polisulfato férrico/ferroso de baja concentración diluido, un electrolito frío formado por ácido sulfúrico y agua y mineral de magnetita en exceso;
- b. Agitar la solución formada en el paso a) al interior del reactor durante todo el proceso;
- c. Cerrar el reactor y adicionar ácido sulfúrico industrial faltante;
- d. Obtener una solución con alrededor de 220 a 280 g de Hierro por litro de solución, acidez libre de 0%, basicidad entre 2% y un 12,5% y pH entre alrededor de 0,2 a 1,0;
- e. Filtrar la solución obtenida en paso d) en caliente a aproximadamente entre unos 80° y 100° C;
- f. Aplicar un oxidante a la solución filtrada por la parte inferior de un reactor abierto a presión atmosférica y
- g. Obtener un polisulfato férrico en solución con concentraciones de ión férrico de al menos 12,5%, ión ferroso menor a 4 g/l, acidez libre igual a cero, basicidad entre 7% y 22 % y pH entre alrededor de 0,5 a 1,8.

2. Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque el pH del polisulfato férrico está preferentemente entre 0,8 a 1,6.

25
2823

- 3. **Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque el valor de la basicidad no debe ser menor a 7%.**

- 5 4. **Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque el valor de la basicidad no debe ser mayor a 22%.**

- 5. **Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque el electrolito en frío posee un rango entre 15% a 45% de concentración peso/peso.**

- 10 6. **Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque la magnetita refinada proveniente de mineral concentrado o ultra fino posee un tamaño de partícula en un 75% de 44 micrones con una concentración de entre un 67% a 70% de hierro.**

- 15 7. **Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque la magnetita refinada proveniente de mineral concentrado o ultra fino posee un tamaño de partícula de aproximadamente en un 90% de 44 micrones con una concentración de entre un 67% a 70% de hierro.**

- 20 8. **Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque el oxidante es ácido nítrico.**

- 25 9. **Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque el oxidante es cloro gaseoso.**

26
24
26

10. Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 1, **CARACTERIZADO** porque el oxidante es persulfato de potasio.

5 11. Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 1, **CARACTERIZADO** porque el oxidante es peróxido de hidrógeno.

10 12. Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 11, **CARACTERIZADO** porque el oxidante es peróxido de hidrógeno al 50% ó 70% en concentración peso/peso.

15 13. Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según las reivindicaciones 8 a 11, **CARACTERIZADO** porque la aplicación del oxidante a la solución se realiza teniendo dicha solución entre los 25° C y 55° C.

20 14. Proceso para obtener polisulfato férrico en solución según la reivindicación 1, **CARACTERIZADO** porque además comprende lavar los residuos sólidos de la filtración con agua, de forma que se genere un residuo inocuo, compuesto básicamente de SiO_2 , CaSO_4 , MgSO_4 y Fe_3O_4 .

25 15. Coagulante para procesos de tratamiento de aguas domiciliarias y/o industriales que se obtiene a partir de mineral de magnetita refinada y concentrada, **CARACTERIZADO** porque dicho coagulante es polisulfato férrico en solución con concentraciones de ión férrico de al menos 12,5%, ión ferroso menor a 4 g/l, acidez libre igual a cero, basicidad entre 7% y 22 % y pH entre alrededor de 0,5

27/5

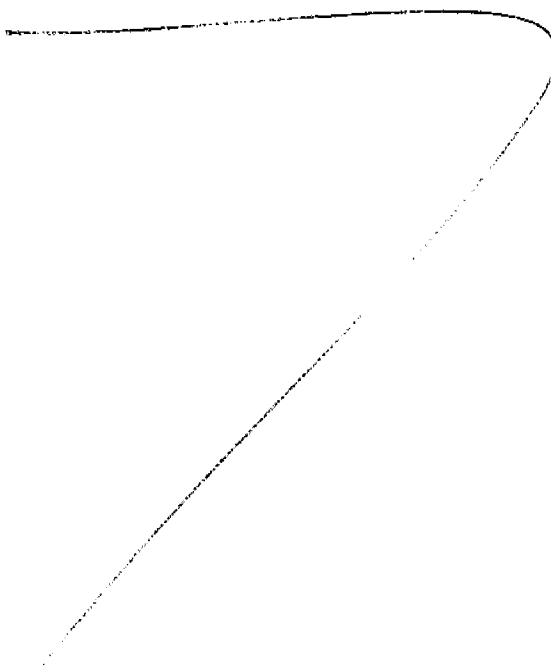
a 1,8, que se obtiene de un proceso que no requiere del uso de catalizadores, álcalis y energía externa.



5 16. Coagulante para procesos de tratamiento de aguas domiciliarias y/o industriales según la reivindicación 15, **CHARACTERIZADO** porque el valor de la basicidad no debe ser menor a 7%.

10 17. Coagulante para procesos de tratamiento de aguas domiciliarias y/o industriales según la reivindicación 15, **CHARACTERIZADO** porque el valor de la basicidad no debe ser mayor a 22%.

15 18. Coagulante para procesos de tratamiento de aguas domiciliarias y/o industriales según las reivindicaciones 15 a 17, **CHARACTERIZADO** porque se obtiene del proceso de la reivindicación 1.



28
26

Resumen:

La presente invención provee un coagulante y un proceso para la obtención de un polisulfato férrico en solución a partir de mineral de magnetita refinada y concentrada, útil para procesos de tratamiento de aguas domiciliarias y/o industriales, que

5 comprende a) mezclar en un reactor sellado agua o un polisulfato férrico/ferroso de baja concentración diluido, un electrolito frío formado por ácido sulfúrico y agua y mineral de magnetita en exceso; b) agitar la solución formada en el paso a) al interior del reactor durante todo el proceso para lograr una buena homogenización de la solución; c) cerrar el reactor y adicionar ácido sulfúrico industrial; d) obtener una

10 solución con alrededor de 220 a 280 g de Hierro por litro de solución, acidez libre de 0%, basicidad entre 2% y un 12,5% y pH entre alrededor de 0,2 a 1,0; e) filtrar la solución obtenida en paso d) en caliente a aproximadamente entre unos 80° y 100° C; f) aplicar un oxidante a la solución filtrada por la parte inferior de un reactor abierto a presión atmosférica; y g) obtener un polisulfato férrico en solución con concentraciones

15 de ión férrico de al menos 12,5%, ión ferroso menor a 4 g/l, acidez libre igual a cero, basicidad entre 7% y 22 % y pH entre alrededor de 0,5 a 1,8, más preferentemente entre 0,8 y 1,6.

**HUMBERTO RUBIO & CIA LTDA.
ABOGADOS**

Propiedad Industrial e Intelectual

PODER

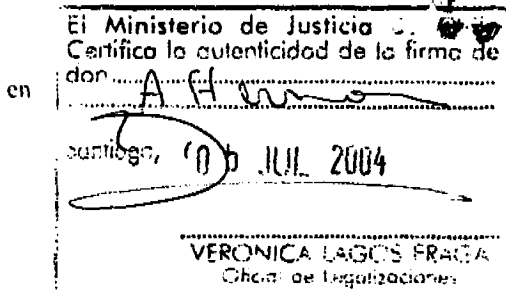
El abajo firmado

ALFREDO M. DEL VALLE LAZO

domiciliado en
Comandante Chacón N° 6365, Cerro Navia,
Santiago, Chile

por el presente conferimos poder amplio y suficiente a **HUMBERTO RUBIO CAMACHO y/o TINEKE STOL TERZANI y/o HUMBERTO RUBIO STOL** domiciliados en Bogotá, Colombia, para solicitar de las oficinas y autoridades correspondientes la obtención de registros, renovaciones, traspasos y en general todo lo relacionado con el mantenimiento, obtención y protección de sus marcas de fábrica, denominaciones comerciales, marcas de comercio y patentes, licencias sanitarias a cuyo efecto le faculta para dar ante dichas autoridades todos los pasos necesarios en cumplimiento del objeto indicado: elevar solicitudes, descripciones, protestas, declaraciones, apelaciones y reclamos; abonar todos los impuestos y cuotas de cualquier otros pagos determinados por la Ley; recibir todos los documentos presentados, solicitar testimonios, desistir y enmendar solicitudes, cobrar y percibir para oponerse y protestar contra cualquier solicitud, que a juicio del apoderado, pueda prestarse a confusión o infringir o de cualquier modo perjudicar las marcas, denominaciones, patentes del Mandante. A los mandatarios les otorga autorización amplia y bastante para contestar todos los reclamos y las demandas presentadas ante autoridades administrativas y judiciales, desistir de procedimientos, transar conflictos, pudiendo así mismo sustituir este Poder en todo o en parte y revocar dichas sustituciones.

Dado y firmado hoy



NOTARIZATION AND LEGALIZATION BY
APOSTILLE OR COLOMBIAN CONSULATE
IS REQUIRED.

BOGOTA - COLOMBIA

Para patentes, modelos, dibujos, marcas de fábrica de comercio y servicio, enseñas
y nombres comerciales. Licencias y registros sanitarios.

For patents, designs, trademarks, emblems, commercial names. License health
registrations

POWER OF ATTORNEY

The undersigned

from

hereby grant full and sufficient Power of Attorney to a **HUMBERTO RUBIO CAMACHO y/o TINEKE STOL TERZANI y/o HUMBERTO RUBIO STOL** from Bogotá, Colombia, to apply to the proper officers and authorities for the issue of registrations, renewals, assignments, proofs of renewals and in general all that is related to the maintenance, obtention and protection of its trademarks, tradenames, commercial marks, patents and sanitary licenses; to which end it empowers them to take all steps necessary before said authorities for the object stated; to file petitions, prepare descriptions; make protests, declarations, appeals and objections; pay taxes and other charges required by law; apply for certifications, receive documents and take testimony abandon and amend applications and

to oppose, ask for the cancellation of and protest any application or registration which in their judgment could lend to confusion or could be considered an infringement or could in any form prejudice the undersigned's trademarks, tradenames, patents and commercial marks. To the said mandatory sufficient Power is granted hereby to answer in the matter of all claims and demands, to appear before the administrative or judicial officers of any class, to likewise Power to abandon proceedings, settle conflicts, substitute those persons in whole or in part and revoke such substitutions.

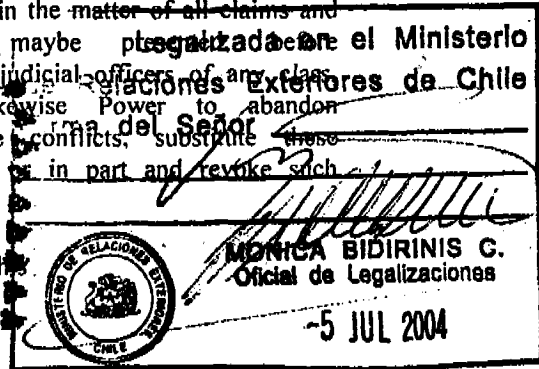
DIANA BEATRIZ LOPEZ

NOTARIA

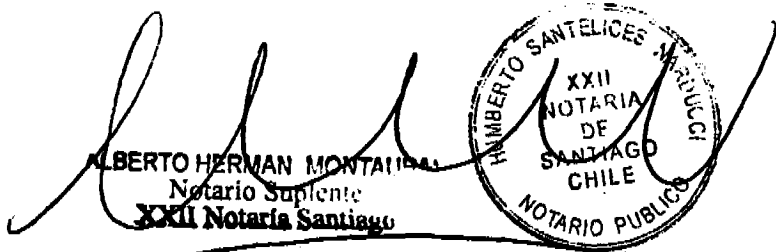
BOGOTA, D.C.

in

Signature



Autorizo la firma de don **ALFREDO MAURICIO DEL VALLE LAZO**, c.n.i.N°7.720.158-0.- Santiago, 02 de Julio de 2004.-



PA

IMPUESTO DE T
FONDO NOTARIAL

\$8-
\$15-

CONSULADO GENERAL DE COLOMBIA

Santiago de Chile

08 JUL 2004

Nº 1395

El suscrito Cónsul General de Colombia CERTIFICA:

Que el señor Monte A. Ospina que autoriza el presente documento ejercía legalmente, en la fecha allí expresada, las funciones de OFICIAL DE LEGALIZACIONES DEL MINISTERIO DE R.R.E.E. DE CHILE, y que la firma y sello que en el documento aparecen como suyos son los que usa y acostumbra en sus actos oficiales. El Cónsul no asume responsabilidad alguna por el contenido del documento.



MAURICIO AVILA RODRIGUEZ
Cónsul General

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

2004 JUL 16 A 10:10

WCS
JEFE DE LEGALIZACIONES
SANTAFE DE BOGOTÁ D.C.

MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES

María Elena Ospina

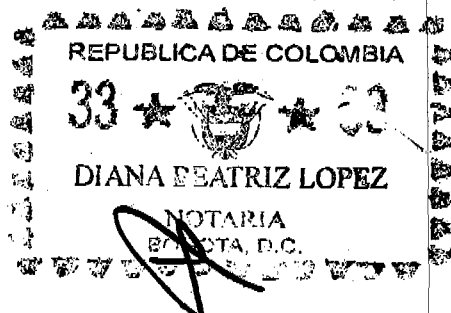
48283

CUYA FIRMA APARECE EN EL
DOCUMENTO DESEMPERA
LAS FUNCIONES INDICADAS

NOTARIA TREINTA Y TRES
Bogotá - Colombia

La suscrita Notaria 33
de Bogotá deja constan-
cia que este documento
coincide con su original
que ha sido presentado
Bogotá, D.C.

11-6 JUL 2004



REPÚBLICA DE CHILE



MINISTERIO DE ECONOMIA, FOMENTO Y RECONSTRUCCION DEPARTAMENTO DE PROPIEDAD INDUSTRIAL

CERTIFICADO OFICIAL

El Jefe del Departamento de Propiedad Industrial y el Conservador de Patentes de Invención que suscriben, certifican que las copias (11) adjuntas corresponden a una solicitud de Patente de Invención.

Nº 1515 - 2003

Presentada en Chile con fecha:

29 DE JUNIO DE 2003



[Signature]

Rogelio Campusano Sáez
Conservador de Patentes de Invención



[Signature]
Alcázar Bravo Manríquez
Jefe Departamento de Propiedad Industrial

Santiago, 15 de Junio de 2004



GOBIERNO DE CHILE
SUBSECRETARÍA DE ECONOMÍA
Departamento de Propiedad Industrial

ATRIUM S.A.

USO EXCLUSIVO D.P.I.

21	Nº Solicitud	11	Nº Registro
	1515 - 2003		
43	Fecha de Publicación		
22	Fecha de Solicitud	45	Fecha de Registro

SOLICITUD DE PATENTE

12	TIPO DE SOLICITUD	PRIORIDAD	DOCUMENTOS ACOMPAÑADOS																																				
	☒ PATENTE DE INVENCIÓN ☐ PATENTE PRECAUCIONAL ☐ MODELO DE UTILIDAD ☐ DISEÑO INDUSTRIAL	<table><tr><td>31</td><td>Nº</td><td></td></tr><tr><td>32</td><td>FECHA</td><td></td></tr><tr><td>33</td><td>PAIS</td><td></td></tr><tr><td>31</td><td>Nº</td><td></td></tr><tr><td>32</td><td>FECHA</td><td></td></tr><tr><td>33</td><td>PAIS</td><td></td></tr><tr><td>31</td><td>Nº</td><td></td></tr><tr><td>32</td><td>FECHA</td><td></td></tr><tr><td>33</td><td>PAIS</td><td></td></tr></table>	31	Nº		32	FECHA		33	PAIS		31	Nº		32	FECHA		33	PAIS		31	Nº		32	FECHA		33	PAIS		<table><tr><td>☒ RESUMEN</td><td rowspan="7"><</td><td rowspan="7">☐ CERTIFICADA ☐ TRADUCIDA AL ESPAÑOL</td></tr><tr><td>☒ MEMORIA DESCRIPTIVA</td></tr><tr><td>☒ PLIEGO DE REIVINDICACIONES</td></tr><tr><td>☒ DIBUJOS</td></tr><tr><td>☒ PODER CESIÓN</td></tr><tr><td>☐ COPIA PRIORIDAD</td></tr><tr><td>☐ PROTOTIPO</td></tr></table>	☒ RESUMEN	<	☐ CERTIFICADA ☐ TRADUCIDA AL ESPAÑOL	☒ MEMORIA DESCRIPTIVA	☒ PLIEGO DE REIVINDICACIONES	☒ DIBUJOS	☒ PODER CESIÓN	☐ COPIA PRIORIDAD	☐ PROTOTIPO
31	Nº																																						
32	FECHA																																						
33	PAIS																																						
31	Nº																																						
32	FECHA																																						
33	PAIS																																						
31	Nº																																						
32	FECHA																																						
33	PAIS																																						
☒ RESUMEN	<	☐ CERTIFICADA ☐ TRADUCIDA AL ESPAÑOL																																					
☒ MEMORIA DESCRIPTIVA																																							
☒ PLIEGO DE REIVINDICACIONES																																							
☒ DIBUJOS																																							
☒ PODER CESIÓN																																							
☐ COPIA PRIORIDAD																																							
☐ PROTOTIPO																																							
54	TITULO O MATERIA DE LA SOLICITUD PROCESO PARA LA PRODUCCION DE POLISULFATO FERRICO EN SOLUCION																																						
71	SOLICITANTE (Razón Social y/o Apellido Paterno, Apellido Materno, Nombres - Calle, Comuna, Ciudad, País - Teléfono, Correo Electrónico) DEL VALLE LAZO, ALFREDO MAURICIO - COMANDANTE CHACON 6365 - CERRO NAVIA - SANTIAGO -CHILE																																						
74	REPRESENTANTE (Apellido Paterno, Apellido Materno, Nombres - Calle, Comuna, Ciudad, País - Teléfono, Correo Electrónico) ~~CONZALEZ PUENTALIDA, ENRIQUETA GABRIELA~~ - ~~ATRIUM S.A. AGUSTINAS~~ ~~No. 1.442, OF. 206 - A -~~ ~~SANTIAGO - CHILE~~ SILVA & CIA Hendaya 60, piso 44, Las Condes, Santiago. 687 3245 - 687 3575.- Fono 3720440. ~~ATRIUM-ATRIUM.CL~~																																						
72	INVENTOR O CREADOR (Apellido Paterno, Apellido Materno, Nombres - Calle, Comuna, Ciudad, País - Teléfono, Correo Electrónico) ~~DEL VALLE LAZO, ALFREDO MAURICIO - COMANDANTE CHACON 6365 - CERRO~~ ~~NAVIA - SANTIAGO - CHILE~~ Del Valle Lazo, Alfredo Mauricio. ~~SILVA #8 CIA.~~ ~~Hendaya 60, piso 4, Las Condes, Santiago, Chile~~ ~~Fono 3720440.~~																																						
De conformidad con el Art. 44 de la Ley Nº 19.039 sobre Propiedad Industrial, declaro/declaramos que los datos consignados en este formulario son verdaderos.		USO EXCLUSIVO D.P.I. RECEPCIÓN																																					
ATRIUM S.A. Nombre / Firma Representante		Nombre y Firma Solicitante																																					

VISITENOS EN: www.dpi.cl
LLENAR POR COMPUTADOR O MÁQUINA DE ESCRIBIR

MEMORIA DESCRIPTIVA

Descripción de lo conocido en la materia

El campo en que habrá de ser utilizada la presente patente de invención es principalmente el de la producción de coagulantes para el tratamiento de residuos industriales líquidos y de la producción de agua potable, para el tratamiento de aguas servidas y para usos en la minería y en general para cualquier tratamiento donde se desee depurar aguas.

La creciente escasez mundial de agua hace que los actuales recursos hídricos deban cuidarse y tratarse, para así poder reutilizarlos; es así como la posibilidad de tener, a costos de producción razonables, nuevos coagulantes para la producción de agua potable, como para el tratamiento de residuos industriales se hace cada vez más necesario.

Los coagulantes más ampliamente utilizados son a base de Hierro y de Aluminio, destacando el sulfato de aluminio, cloruro férrico y sulfato férrico.

El sulfato de aluminio es el coagulante más antiguamente conocido, el cual se produce convenientemente en muchos países.

El cloruro férrico es un coagulante con buenas características de coagulación, que se encuentra en todas partes, puesto que es producido por plantas productoras de cloro-Soda, necesarias para muchos tipos de industrias.

El sulfato férrico ha sido tradicionalmente producido y además en mayores volúmenes, en países industrializados, que cuentan con plantas productoras de óxidos de titanio (pigmento blanco). La producción de este pigmento genera como desecho sulfato ferroso el cual es oxidado a sulfato férrico. Este tipo de proceso tiene como desventaja que sólo lo pueden utilizar aquellos países que cuenten con ese tipo de industrias, debido a que transportar el sulfato ferroso a otros países hace difícil su viabilidad comercial.

La presente patente genera un producto más avanzado para la coagulación como es el polisulfato férrico, el cual presenta muchas ventajas respecto de los tres coagulantes anteriores como son entre otros aspectos, menor dosificación de coagulante, menor consumo de álcalis (en la posterior neutralización), eventualmente un menor consumo de floculante (polielectrolito) y adicionalmente, la generación de un menor volumen de lodos.

La presente patente de invención, a diferencia de la anteriormente presentada por el solicitante, señor Alfredo Mauricio Del Valle Lazo, No. 2736-2002, logra superiores concentraciones de Ión férrico en solución, cero acidez libre, un porcentaje de basicidad, además de polimerización. Estas diferencias se traducen en enormes ventajas en el producto final, para el proceso de coagulación - floculación.

Respecto de la patente US 5,194,241 presentada por Derka Jaroslav, ella parte de sulfato ferroso en solución, que para oxidar el Fe^{+2} a Fe^{+3} , utiliza oxígeno en estado gaseoso con presencia de catalizadores (óxidos de nitrógeno), en un reactor cerrado. La presente solicitud de patente no utiliza catalizadores, la oxidación es con Peróxido de Hidrógeno y en un reactor abierto (presión atmosférica).

Respecto de la patente US 5,785,862 presentada por Graham y Jiang, ellos utilizan una base como hidróxidos o bicarbonatos de un metal alcalino para polimerizar. La presente solicitud de patente no utiliza base alguna para polimerizar, sino simplemente exceso de hierro (magnetita). Por otra parte, el mineral de magnetita es producido por algunos países en el mundo y debido que es una materia prima para la producción de aceros es comercializada a compañías siderúrgicas en varios países; los grandes volúmenes transportados permiten muy bajos precios en los fletes, encontrándose este producto en los países importadores.

En los países que no producen óxido de titanio, sólo se dispone de sulfato de aluminio, cloruro férrico o ambos.

Es interesante señalar como ejemplo que en Sudamérica solamente en Brasil existe una planta productora de óxido de titanio.

La presente solicitud de patente, permite producir polisulfato férrico, el cual en su proceso de producción no usa catalizadores, se prepara a partir del mineral magnetita en exceso, no utiliza álcalis (bases), se efectúa con o sin presión y a temperaturas desde aproximadamente los 150 °C hasta los 70°C, siendo más recomendable entre 130 y 80°C; este polisulfato férrico presenta una concentración de ión férrico de un 12,5% o mayor, con cero acidez libre, basicidad de 7% hasta 22 % y un pH final de aproximadamente 0,5 - 1,8. El proceso de polimerización requiere de tiempo y temperaturas adecuadas.



34
2

La alta concentración férrica, el Ph mencionado y la polimerización obtenida, le entregan a este coagulante características superiores respecto de los coagulantes más habituales como el cloruro férrico líquido comúnmente conocido, (39 - 45% de FeCl_3), sulfato férrico (9-11% Fe^{+3}) y sulfato de aluminio (Solución 6%-8% de Al_2O_3)

Las claras ventajas del producto propuesto radican en que el polisulfato férrico, respecto del cloruro ferrico, es más seguro de manipular, no daña el acero inoxidable 316 y tiene un mayor rendimiento como coagulante que el cloruro férrico, sulfato de aluminio y sulfato férrico pero, con la gran ventaja adicional de que, en las fases posteriores de neutralización, los consumos de álcalis pueden ser significativamente inferiores con magnitudes de 30% - 40% - 50% - 60% - 70% o aún mayores, genera menores volúmenes de lodos y además no se requiere de energía externa para su producción. El proceso puede generar presión interna.

Téngase presente que las plantas de tratamiento de residuos habitualmente tienen equipos de precisión costosos (decanter, tricanter, piping, bombas, etc.) los que usualmente son de acero inoxidable.

El polisulfato férrico de la presente invención tiene una significativa mayor capacidad de coagulación que el sulfato de aluminio, haciéndolo aún más ventajoso, lo cual también presenta significativos ahorros en los consumos de álcalis (soda cáustica, cal y otros).

Una ventaja adicional del polisulfato férrico es que produce menores volúmenes de lodos que los tres coagulantes antes mencionados (cloruro férrico, sulfato de aluminio y sulfato férrico).

Para verificar los mejores rendimientos del polisulfato férrico respecto del sulfato de aluminio y cloruro férrico se realizó la siguiente experiencia :

Se tomó una muestra de aguas servidas domésticas con las siguientes características:

Ph (19°C) 7,53 ; Turbiedad (UNT) 79 ; DQO (mg/Lt) 440.

Esta agua servida se sometió a ensayos con un equipo de agitador múltiple (Pruebas de jarra).

La secuencia de tratamiento fue la siguiente:

Mezcla rápida : 1 minuto a 100 rpm.

Mezcla lenta : 15 minutos a 40 rpm.

Decantación : 30 minutos a 0 rpm.

Durante la mezcla rápida se agregaron el coagulante y floculante respectivamente. Como floculante se utilizó una Poliacrilamida aniónica (AR-199)

Para el ensayo se utilizó jarras con volumen de 2 litros c/u de agua servida sobre el cual se aplicó las dosis respectivas.

Experiencia con Polisulfato férrico

Vaso N°	Polisulfato Férrico (mg/ Lt)	Poliectrolito AR - 199 (mg/Lt)	Tipo Flóculo (Índice de Wilcomb)	de Ph salida	Turbiedad (UNT)	Volumen de lodo (ml/Lt)
1	4,96	10	4	7,28	37	8
2	9,92	10	4	7,22	35	11
3	19,84	10	6	7,15	31	12
4	29,76	10	6	7,08	22	15
5	39,68	10	8	6,95	18	18
6	49,6	10	6	6,92	20	18

Los análisis de DQO y de neutralización con Soda cáustica (al 0,1 Normal), se realizaron al sobrenadante del vaso N° 5.

DQO : 148 mg/Lt.

Soda cáustica requerida para neutralizar el vaso N° 5 : 0,50 mg/Lt NaOH



Experiencia con Cloruro férrico (41,8 % de FeCl_3)

Vaso N°	Cloruro férrico (mg/ Lt)	Polielectrolito AR - 199 (mg/Lt)	Tipo Flóculo (Índice de Wilcomb)	de Ph salida	Turbiedad (UNT)	Volumen de lodo (ml/Lt)
1	17,2	10	2	7,22	66	10
2	21,5	10	2	7,06	48	18
3	34,4	10	4	6,86	37	24
4	43,0	10	4	6,63	34	32
5	51,6	10	6	6,47	26	36
6	64,5	10	8	6,12	29	38

Los análisis de DQO y de neutralización con Soda cáustica (al 0,1 Normal), se realizaron al sobrenadante del vaso N° 5.

DQO : 146mg/Lt.

Soda cáustica requerida para neutralizar el vaso N° 5 : 2,7 mg/Lt NaOH

Experiencia con Sulfato de aluminio (7% de Al_2O_3)

Vaso N°	Sulfato de Aluminio (mg/ Lt)	Polielectrolito AR - 199 (mg/Lt)	Tipo de Flóculo (Índice De Wilcomb)	Ph salida	Turbiedad (UNT)	Volumen de lodo (ml/Lt)
1	8,86	10	4	7,19	52	15
2	22,16	10	4	7,03	34	21
3	44,32	10	6	6,82	26	28
4	53,18	10	8	6,75	20	37
5	66,48	10	6	6,65	21	33
6	70,88	10	6	6,28	21	28

Los análisis de DQO y de neutralización con Soda cáustica (al 0,1 Normal), se realizaron al sobrenadante del vaso N° 4.

DQO : 162mg/Lt.

Soda cáustica requerida para neutralizar el vaso N° 4 : 2,2 mg/Lt NaOH

De estos ensayos se observa que :

- Para el mejor resultado, la dosis de coagulante utilizada con el polisulfato férrico es inferior a las dosis del sulfato de aluminio y del cloruro férrico.
- En la neutralización, se aprecia que el polisulfato férrico consume una significativa menor cantidad de álcalis (soda cáustica) que el sulfato de aluminio y el cloruro férrico.
- En el volumen de lodos, se observa que el polisulfato férrico genera un menor volumen que los lodos producidos por el sulfato de aluminio y el cloruro férrico.



DESCRIPCION DE LA INVENCION

Las claras ventajas para aquellos países productores e importadores de mineral de hierro (Magnetita) es que también pueden contar con polisulfato férrico como coagulante para su industria.

Esto motivó el desarrollo de este proceso, el cual utiliza magnetita Fe_3O_4 refinada, proveniente de mineral concentrado o ultrafino, producto utilizado como base para peletizarlo junto con otros compuestos, y de esta forma utilizarlo en los altos hornos para la producción de aceros.

La concentración habitual de este mineral varía entre un 67% - 70,0% de Hierro. El tamaño de partícula es por lo menos en un 75% de 44 micrones; también existe otra magnetita que presenta un tamaño de partícula en un 90% de 44 micrones. Este mineral (para ambas materias primas) presenta aproximadamente un 66,6% de Fe^{+3} y un 33,33% de Fe^{+2} .

Este procedimiento podría ser también apropiado para Fe_2O_3 , hidróxidos férricos, hidróxidos ferrosos o mezclas de los tres anteriores.

Los demás insumos que utilizaremos serán ácido sulfúrico industrial el cual posee una concentración habitual de 97-98% así como agua o LSF (Lavado del sólido del Férrico).

Por seguridad y optimización del proceso, se utilizará inicialmente un electrolito frío formado por ácido sulfúrico y agua o (LSF), la función del electrolito es la de trabajar como un amortiguador de la reacción, haciéndola más segura.

Se debe utilizar un electrolito frío en un rango entre 15% - 45% de concentración peso/peso, siendo adecuado para un clima templado un electrolito entre 30% - 35% peso/peso (este electrolito requiere una preparación previa y luego su enfriamiento). La concentración a utilizar de este electrolito frío dependerá de la temperatura ambiente del medio, Agua o LSF y del ácido), naturalmente en lugares muy cálidos se requerirán electrolitos más concentrados como al 45% peso/peso, y en lugares muy fríos se requerirán electrolitos menos concentrados como al 15% peso/peso. Estos valores pueden variar aún más.

El primer insumo agregado a nuestro equipo es el agua o LSF, luego el electrolito, posteriormente agregamos la magnetita escogida (en exceso) iniciando la agitación que nos permita una buena homogenización de la solución, esta agitación se mantendrá durante todo el proceso; cerramos el reactor y adicionamos todo el ácido sulfúrico faltante (esta fase puede ser rápida, puesto que el electrolito frío amortigua la reacción), la solución comenzará a subir de temperatura suavemente, permitiéndonos un adecuado control de la reacción, iniciándose así rápidamente la formación del sulfato férrico/ferroso el cual en su fase final comenzará a polimerizarse formando el polisulfato férrico/ferroso.

Es importante destacar que este procedimiento puede generar presión, la cual podrá llegar hasta unas 55 psi (pound-force per square inch); adicionalmente esta etapa no requiere energía adicional externa, es decir la producción de polisulfato férrico por esta vía presenta importantes reducciones de costos y es más seguro.

Esta ecuación explica la primera parte de la reacción:



Con todos los insumos dentro del reactor, la temperatura comenzará a subir, cuando llegue a los 80°C se considerará iniciada la reacción propiamente tal, la que se extenderá entre 12 y 20 horas. Durante las dos primeras horas la temperatura subirá hasta aproximadamente los 120°C-150°C, luego se estabilizará y comenzará a bajar lentamente. Naturalmente estas temperaturas levantarán presión en torno a los 15 - 55 psi lo que ayudará a una mejor y mas rápida digestión. Durante la primera parte de la digestión estaremos solubilizando la magnetita, es decir formando sulfato férrico/ferroso, en este proceso la magnetita irá lentamente consumiendo el ácido sulfúrico presente hasta llegar al nivel de acidez libre = 0, alcanzado este estado, la magnetita en exceso presente continuará retirando protones (H^+) para seguir (muy lentamente) con su disolución. Como consecuencia de ello se producirán iones (OH^-), los cuales iniciarán el proceso de polimerización del sulfato férrico/ferroso. Luego de 12 -20 horas se obtendrá una solución de polisulfato férrico/ferroso con una basicidad entre 2% y 12,5%, Ph entre 0,2 - 1,0.

La reacción se controlará con un muestreo al final de esta primera fase los cuales informarán:

Fe total

Fe^{+2}

Acidez libre

Basicidad

Ph



Adicionalmente, al bajar la presión, se podrá tomar muestras a intervalos según se estime (Ejemplo: cada 1 hora), de manera de conocer la tendencia del proceso y hacer correcciones si se requiere.

Los controles necesarios son la medición del ión ferroso, Hierro total, Acidez libre, basicidad y Ph; la concentración del Fe^{+3} se puede determinar indirectamente del hierro total y del Fe^{+2} o directamente utilizando el método propuesto por la AWWA. Los análisis finales incluirán la determinación del material insoluble de acuerdo a la American Water Works Association ANSI/ AWWA B-406 - 97.

Una vez concluida esta fase del proceso tendremos una solución con:
220 - 280 gr Hierro/Lt (Aproximadamente 2/3 Fe^{+3} y 1/3 Fe^{+2})

Acidez libre : 0 %

basicidad entre 2% y un 12,5%

Ph entre 0,2 - 1,0.

Esta solución se filtrará en caliente (aproximadamente 80 °C) para evitar así la cristalización de sales ferrosas que puedan tapar el filtros, piping o a lo menos hacer su etapa ineficiente.

El material filtrado se lavará con gran cantidad de agua, de forma que generemos un residuo insoluble (compuesto básicamente de SiO_2 , CaSO_4 , MgSO_4 , Fe_3O_4) muy poco contaminante, por tanto, ambientalmente más aceptable (levemente contaminado con hierro soluble y acidez) y además recuperaremos un Polisulfato férrico/ferroso de baja concentración (LSF) el cual se reutilizará, mejorando los rendimientos del proceso.

Para la Fase de oxidación la solución filtrada se dejará enfriar hasta aproximadamente 25 - 50°C , trabajaremos a presión atmosférica donde preferentemente oxidaremos entre 30 y 50°C.

Teniendo la solución entre los 25°C y 45°C procederemos a aplicar un oxidante como ácido nítrico, persulfato de potasio, peróxido de hidrógeno u otro.

Nosotros utilizaremos en este procedimiento peróxido de hidrógeno al 50%, el que se puede aplicar en otras concentraciones, sin embargo esta concentración permite mayor eficiencia debido a que produce un menor efecto de dilución.

El peróxido utilizado, consumirá protones (H^+) , los que retirará del agua, por tanto como consecuencia dejará Hidróxilos disponibles (OH^-), los que continuarán la polimerización del ión Férrico.

Adicionalmente aplicaremos el peróxido por la parte inferior del reactor lo que permite los mejores resultados debido a la alta reactividad que presenta el peróxido al encontrarse con iones Fe^{+2} y Fe^{+3} en un ph entre 0,2 y 1,0 comenzará inmediatamente a descomponerse en O_2 y H_2O .

Una vez terminada esta etapa el polisulfato férrico presentara un Ph mayor al Ph de entrada, el cual quedará en torno a 0,5 - 1,8, más preferentemente entre 0,6 - 1,0.

El oxígeno, producido como cualquier gas, buscará salir del reactor, iniciando un camino ascendente; luego se logrará un mayor tiempo de residencia del O_2 en el reactor lográndose disminuir pérdidas del H_2O_2 , pues tendrá mayor probabilidad de reaccionar .

Su aplicación por la parte superior del reactor produciría pérdida del producto puesto que se liberaría al medio gran parte sin reaccionar.

Para aplicar el oxidante usaremos un sistema en serie compuesto por :

- Una bomba de diafragma 1/2 " , Marca Aro , en Kaynar [f(x): impulsora del oxidante].
- Una válvula de aguja 1/4 " con hilo NPT, en acero inoxidable 316 L [f(x) : regular velocidad y dosificación del oxidante].
- Una válvula de bola 1/4 * 1/4 " con hilo NPT en acero Inoxidable 316 L, con un cuarto giro de corte, (H 40-SS43S 4000) serie 40 OD, marca Swagelok. [f(x): corte rápido].
- Válvula de alivio 1/4 * 1/4 " en acero Inoxidable 316 L, marca Swagelok (H 40 - SSRL 3M 4F4000) RLB 1/4 * 1/4 " de 10 - 225 psi. [f(x) válvula de seguridad].
- Válvula Check o retención en acero inoxidable 316 (H 40 SS - 4CP2 1) marca Swagelok [f(x) válvula de paso en un sentido o de corte].
- Filtro tipo Te 1/4 * 1/4 " con hilo NPT OD , marca Swagelok (H 40 SS4 2000) [f(x) retención de sólidos].
- 4 dispersores que estarán compuesto de un conjunto de 3 etapas.



38
6
3

-Aspersor de acero inoxidable 316 para 30 Litros por hora (0,54W – SS) marca Spraying systems Co.

-Filtro con válvula de paso en acero inoxidable 316 (H 193 A-5-SS) marca Spraying systems Co.

-Cuerpo de conexión a la línea (1/4 " II- SS) en acero inoxidable 316 marca Spraying systems Co.

La Oxidación puede durar entre 5 a 8 horas, su aplicación debe ser lenta y aplicada por la parte inferior del equipo mientras la solución es permanentemente agitada; en caso de que se produzca mucha espuma por la reacción se utilizará un antiespumante para medio ácido, como el Sellig antimousse S de Ceca (Totalfina Elf) (10-15 gramos por batch). Terminada esta fase de oxidación el polisulfato férrico tendrá las siguientes características:

Hierro total : 200 – 250 gr/Lt

Fe +2 : < 1 gr/Lt

Fe +3 : 200 – 249 gr/Lt

Acidez Libre : 0%

Basicidad : 7 – 22%

Ph : 0,5 – 1,8

Análisis finales: Se determinará Hierro total, Fe+2 , Ph, acidez libre, basicidad, material insoluble y densidad.

Método de determinación del Fe⁺²:

Se toman 10 ml de la muestra a analizar y se llevan a un matraz aforado de 250 ml enrazando con agua destilada.

De la solución anterior se toma una alícuota de 10 ml depositándola en un vaso de precipitado de 250 ml, agregándole 10 ml de H₂SO₄ al 5% y sobre esta solución se agregan 25 ml de la solución Zimmermann-Reinhardt para luego valorar con KMnO₄ al 0.1 N. Se deberá utilizar un blanco reemplazando la alícuota férrica por agua destilada.

Cálculos :
$$\frac{N \times (V - V \text{ Blanco}) \times P_e \times 25}{M} = \text{gr/Lt}$$

N: Normalidad del KMnO₄

V: Volumen utilizado del KMnO₄

Pe: Peso molecular del hierro

M: Volumen de la muestra

V Blanco : Volumen de KMnO₄ utilizado en el blanco

Método de determinación del hierro total :

De la muestra a analizar se toman 10 ml y se llevan a un matraz aforado de 250 ml enrazando con agua destilada (esta misma solución se utiliza en el análisis del Fe⁺²).

De esta solución se toma una alícuota de 10 ml, y se traspasa a un vaso de precipitado de 250 ml, el cual se calienta a ebullición y se agrega SnCl₂ al 30% gota a gota hasta el viraje de color, agregando 3 gotas como exceso, inmediatamente se adicionan 10 ml de Hg₂Cl₂ al 5% dejando enfriar a menos de 25°C, luego se agregan 25 ml de solución Zimmermann-Reinhardt para valorar con KMnO₄ al 0.1 N. Se deberá utilizar un blanco reemplazando la alícuota férrica por agua destilada.

Cálculos:
$$\frac{N \times (V - V \text{ Blanco}) \times P_e \times 25}{M} = \text{gr/Lt}$$

N : Normalidad del KMnO₄

V : Volumen utilizado del KMnO₄

Pe : Peso molecular del hierro

M : Volumen de la muestra

V Blanco : volumen de KMnO₄ utilizado en el blanco

Método de determinación de la acidez libre:

Transfiera 20 gr del producto (previa filtración) a un matraz aforado de 100 ml, enrazando con agua destilada. De esta solución preparada se toma una alícuota de 20 ml la cual se deposita en un vaso de precipitado de 150 ml, agregue 60 ml de Fluoruro de potasio en solución (20 gr de fluoruro en 800 ml de agua destilada caliente) y titule inmediatamente con NaOH 0.05 N usando como indicador fenofaleína (utilizar 10 ml de



microbureta). Para compensar la acidez del fluoruro de potasio en solución realice un blanco, reemplazando la solución de sulfato férrico por agua destilada

$$\% \text{ de acidez libre (como H}_2\text{SO}_4) = \frac{(\text{ml NaOH} - \text{blanco}) \times (\text{N NaOH}) \times 0.098 \times 25 \times 100}{\text{peso de la muestra (gramos)}}$$

Ref : Método AWWA

Método de determinación de la basicidad:

Transfiera 20 gr del producto (previa filtración y a 20°C) a un matraz aforado de 100 ml, enrazando con agua destilada. De esta solución preparada se toma una alícuota de 20 ml la cual se deposita en un vaso de precipitado de 250 ml, agregue 60 ml de Fluoruro de potasio en solución; como indicador agregar gotas de fenofaleína y comience a titular con Acido sulfúrico 1N, hasta que se presente el viraje de color.

$$\% \text{ basicidad (como NaOH)} = \frac{(\text{ml H}_2\text{SO}_4 - \text{blanco}) \times (\text{N H}_2\text{SO}_4) \times 0.04 \times 25 \times 100}{20}$$

N: Normalidad del H₂SO₄

A continuación se detallan tres ejemplos del proceso cuya patente se solicita:

Ejemplo No. 1

En un reactor se adicionan primero 4.400 Kg de agua, luego 4.000 Kg de electrolito al 25% p/p (a temperatura ambiente), iniciándose la agitación la cual se mantendrá durante todo el proceso; luego se agregan 3.740 Kg de mineral (Magnetita refinada con un 75% en 44 micrones) con una concentración de 68% - 70% de Hierro en peso, el reactor se cierra y se agrega el ácido sulfúrico restante 4.360 Kg a una concentración de 97% - 98 %, el ácido se incorpora rápidamente, la temperatura comenzará a subir hasta llegar a 132°C, con una presión de 30 psi.

Cuando la temperatura llegue a los 80 °C se considerará iniciada la reacción y se dejará por 17 horas con agitación constante; en este período ocurre la mayor extracción de hierro desde el mineral, iniciándose también la polimerización (se debe evitar bajar la temperatura de los 80°C).

Una vez terminada la digestión, se deja enfriar la solución obtenida hasta los 80°C iniciándose la filtración respectiva, haciendo pasar la solución por un filtro y recibiendo la solución filtrada en otro equipo.

En este segundo equipo se deja enfriar nuevamente la solución hasta los 30°C, iniciándose allí la fase de oxidación, mientras se mantenga esta etapa agitaremos constantemente y mantendremos la temperatura sin subir más allá de los 41°C.

La inyección del peróxido de hidrógeno al 50% p/p se efectúa por la parte inferior del reactor (especialmente acondicionado), de forma tal que el oxidante deba subir por la solución a oxidar, obteniéndose mejores rendimientos.

En la oxidación se consumieron 768 Kg de peróxido al 50% obteniéndose 10.560 Lt (25°C) de polisulfato férrico con 232 gr Hierro/Litro; Fe ⁺² : 0,7 gr/Lt; Fe ⁺³ (231 gr/Lt o 14,57% p/p); densidad: 1,585 gr/Lt A 20°C; acidez libre 0 %; material insoluble < 0,02 %; Ph: 1,0; Basicidad: 12,5%; Residuos sólidos 513 Kg con humedad.

Ejemplo N 2

En un reactor se adicionan primero 3.300 Kg de agua, luego 4.000 Kg de electrolito al 25% p/p (a temperatura ambiente), iniciándose la agitación la cual se mantendrá durante todo el proceso; después se agregan 3.150 Kg de mineral (Magnetita refinada con un 90% en 44 micrones) con una concentración aproximada de 67% - 69,5 % de Hierro en peso; el reactor se cierra y se agrega el ácido sulfúrico restante de 3.550 Kg con una concentración de 97% - 98 %, el ácido se incorpora rápidamente; la temperatura comienza a subir, hasta llegar a 128°C, con una presión de 30 psi.

Cuando la temperatura llegue a los 80 °C se considerará iniciada la reacción y se dejará por 15 horas con agitación constante; en este período ocurre la mayor extracción de hierro desde el mineral, iniciándose también la polimerización.



Una vez terminada la digestión, se deja enfriar la solución obtenida hasta los 78°C, iniciándose la filtración respectiva, haciendo pasar la solución por un filtro y recibiendo la solución filtrada en otro equipo.

En este segundo equipo se deja enfriar nuevamente la solución hasta los 25°C, iniciándose allí la fase de oxidación; mientras se mantenga esta etapa agitaremos constantemente y mantendremos la temperatura sin subir más allá de los 35°C.

La inyección del peróxido de hidrógeno al 50% p/p se efectúa por la parte inferior del reactor (especialmente acondicionado), de forma tal que el oxidante deba subir por la solución a oxidar, obteniéndose mejores rendimientos.

En la oxidación se consumieron 607 Kg de peróxido al 50%.

Finalmente se obtuvo: 9.072 Lt (29°C) de polisulfato férrico con 236 gr. Hierro/Litro; Fe^{+2} 0,8 gr/Lt ; Fe^{+3} : (235 gr/Lt o 14,78% p/p); densidad: 1,589 gr/Lt; acidez libre: 0 %; Ph: 1,1; basicidad: 13,75%; material insoluble < 0,02 %; residuos sólidos 383 Kg con humedad.

Ejemplo N 3

En un reactor se adicionan primero 4.200 Kg de agua, luego 4.000 Kg de electrolito al 25% p/p (a temperatura ambiente), iniciándose la agitación la cual se mantendrá durante todo el proceso; después se agregan 3.600 Kg de mineral (Magnetita refinada con un 75% en 44 micrones) con una concentración aproximada de 67% – 69,5 % de Hierro en peso; el reactor se cierra y se agrega el ácido sulfúrico restante de 4.200 Kg con una concentración de 97% - 98 %, el ácido se incorpora rápidamente, debido a que la temperatura comienza a subir, hasta llegar a 129°C, con una presión de 27 psi.

Cuando la temperatura llegue a los 80 °C se considerará iniciada la reacción y se dejará por 18 horas con agitación constante; en este período ocurre la mayor extracción de hierro desde el mineral, iniciándose también la polimerización (se debe evitar bajar la temperatura de los 80°C).

Una vez terminada la digestión, se deja enfriar la solución obtenida hasta los 79°C, iniciándose la filtración respectiva, haciendo pasar la solución por un filtro y recibiendo la solución filtrada en otro equipo.

En este segundo equipo se deja enfriar nuevamente la solución hasta los 32°C, iniciándose allí la fase de oxidación; mientras se mantenga esta etapa agitaremos constantemente y mantendremos la temperatura sin subir más allá de los 42°C.

La inyección del peróxido de hidrógeno al 50% p/p se efectúa por la parte inferior del reactor (especialmente acondicionado), de forma tal que el oxidante deba subir por la solución a oxidar, obteniéndose mejores rendimientos.

En la oxidación se consumieron 692 Kg de peróxido al 50%.

Finalmente se obtuvo: 10.508 Lt (37°C) de polisulfato férrico con 210 gr. Hierro/Litro; Fe^{+2} 0,7 gr/Lt ; Fe^{+3} : (209 gr/Lt o 13,3% p/p); densidad: 1,572 gr/Lt a 20°C; acidez libre: 0 %; Ph: 1,7; basicidad: 22%; material insoluble < 0,02 %; residuos sólidos 417 Kg con humedad.



AT
39

REIVINDICACIONES

1.- Proceso para producir polisulfato férrico en solución, con altas concentraciones de ión férrico (12,5% ,13%, 14% o superiores), ión ferroso < a 1 gr/Lt, acidez libre cero, basicidad entre 7 – 22 % y Ph cercanos a 1 (entre 0, 5 – 1,8); a partir de mineral de magnetita refinada y concentrada (la que se encuentra en exceso) con un tamaño de partícula de un 75% en 44 micrones con una concentración de entre un 67% – 70% de hierro o también a partir de magnetita refinada y concentrada con un tamaño de partícula de aproximadamente un 90% en 44 micrones con una concentración de entre un 67% – 70% de hierro.

Este proceso no requiere el uso de catalizadores.

El proceso tampoco requiere el uso de álcalis (como soda cáustica, carbonatos, etc.). Se logra este polisulfato férrico en un reactor con presión o también se podría lograr sin presión. El proceso será sin requerimiento de energía externa.

El polisulfato férrico obtenido tiene una gran capacidad de coagulación, igual o mayor que la observada para el cloruro férrico, sulfato férrico o sulfato de aluminio, capacidad que se utilizará como coagulante en la producción y tratamiento de aguas potables o servidas (domiciliarias, industriales y mineras).

Este procedimiento podría ser también apropiado para Fe_2O_3 , hidróxidos férricos, hidróxidos ferrosos o mezclas de los tres anteriores.

Se utilizará un electrolito frío para actuar como amortiguador de la reacción, lo que permitirá agregar las materias primas sin intervalos y en forma segura.

2.- Un proceso para producir polisulfato férrico en solución CARACTERIZADO, de acuerdo a la reivindicación No.1, por la generación de un polisulfato férrico en solución, con altas concentraciones de ión férrico (12,5%, 13%, 14% o superiores), ión ferroso < a 1 gr/Lt, acidez libre cero, basicidad entre 7%– 22 % y Ph cercanos a 1(entre 0,5 y 1,8); a partir de mineral de magnetita refinada y concentrada (la que se encuentra en exceso) con un tamaño de partícula de un 75% en 44 micrones con una concentración de entre un 67% – 70% de hierro o también a partir de magnetita refinada y concentrada con un tamaño de partícula de aproximadamente un 90% en 44 micrones con una concentración de entre un 67% – 70% de hierro.

3.- Un proceso para producir polisulfato férrico en solución CARACTERIZADO, de acuerdo a la reivindicación No.1, porque no requiere el uso de catalizadores.

4.- Un proceso para producir polisulfato férrico en solución CARACTERIZADO, de acuerdo a la reivindicación No.1, porque tampoco requiere el uso de álcalis (como soda cáustica, carbonatos, etc.).

5.- Un proceso para producir polisulfato férrico en solución CARACTERIZADO, de acuerdo a la reivindicación No.1, por la obtención de un coagulante de gran capacidad, igual o mayor que la observada para el cloruro férrico, sulfato férrico o sulfato de aluminio, capacidad que se utilizará como coagulante en la producción y tratamiento de aguas potables o servidas (domiciliarias, industriales y mineras).



4240

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION DEL TRAMITE

	USUARIO	RADICADOR
PATENTE DE INVENCION	()	()
MODELO DE UTILIDAD	()	()
- Indicación de que se solicita la concesión de una patente.	()	()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud.	()	()
- Descripción de la invención.	()	()
- Dibujos de ser estos pertinentes.	()	()
- Comprobante de Pago de las tasas establecidas.	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()
DISEÑO INDUSTRIAL ()		
- Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial	()	()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud.	()	()
- Representación gráfica o fotográfica del Diseño Industrial o muestra del Material que incorpora el diseño.	()	()
- Comprobante de pago de las tasas establecidas	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()
ESQUEMA DE TRAZADO ()		
- Indicación de que solicita el registro de un Esquema de trazado.	()	()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta La solicitud.	()	()
- Representación gráfica del esquema de trazado	()	()
- Comprobante de pago de las tasas establecidas.	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()

Firma Responsable:



Fecha:

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO

Radicación : 04066026 00000000

Folios: 41

Fecha (AMD): 2004-07-16 15:46:22

Trámite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTA

Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

Smith



4341

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Folio 43

2020
Bogotá D.C.,

Doctor(a)
HUMBERTO RUBIO CAMACHO
Apoderado(a)

REFERENCIA:	Radicación No.	04 68028
	Trámite	002
	Evento	001
	Actuación	416
	Oficio No.	1388
	Folios	001

Teniendo en cuenta que la solicitud de privilegio de patente que se tramita bajo el expediente indicado en la referencia, reúne los requisitos de forma establecidos en los artículos 26 y 27 de la Decisión 488 de la Comisión de la Comunidad Andina, y en las demás disposiciones vigentes sobre la materia, se envía el extracto de la solicitud a la Oficina de Comunicaciones para efecto de su publicación en la Gaceta de Propiedad Industrial, conforme lo establece el artículo 40 de la misma Decisión.

Siendo manifestación expresa del interesado, la solicitud no será publicada antes de los doce (12) meses contados a partir de la fecha de presentación, por lo tanto la publicación en este caso no se hará antes del día 16 de julio de 2005.

Cúmplase
Dado en Bogotá D.C., a los

31 ABR 2005

ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Jefe de la División de Nuevas Creaciones

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5, 7 y 10
Conmutador: 382 0840
Fax: 350 5220
E-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia