CAVELIER

ABO

EDIFI
CARRERA
BOGOTA

47 3611
11 8650
00 4814
81 9660

www.cavelier.com
cavelier@cavelier.com

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
No 06-120219- -00005-0000
Fecha: 2010-01-28 16:40:49 Dep: 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEINVI Eve: 378 FASENACIONALI
Act 444 RESPUESTAREQUE Folios: 59

Señora Directora
DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
Superintendencia de Industria y Comercio
E. S. D.

Trámite : 011
Evento : 379
Actuación : 444

Referencia	:	Expediente No. 06.120.219
Asunto	:	SOLICITUD DE PATENTE PARA: **"PRECIPITACIÓN DE ÓXIDO DE HIERRO A PARTIR DE SOLUCIONES DE SALES DE HIERRO ACÍDICAS"**
Solicitante	:	METALOX INTERNATIONAL
Clase	:	C01G049/006, C22B003/006, C22B003/022, C22B003/044, C22B007/002
Fecha de solicitud	:	Noviembre 28 de 2006

1. Yo, Luz Clemencia DE PÁEZ, en mi condición de apoderada de la sociedad solicitante de la patente de la referencia, de acuerdo con la sustitución del poder a mí otorgada por el doctor Emilio Ferrero, me refiero al Oficio No. 12204 notificado por fijación en lista del Octubre 30 de 2009.

2. Mediante el Oficio No. 12204 se puso en conocimiento del solicitante el informe del examen de fondo que contiene las observaciones hechas por su Despacho sobre la presente solicitud de patente de invención. Atiendo a las observaciones de la manera siguiente:

3. <u>Claridad del capítulo reivindicatorio y descriptivo:</u>

3.1 Con el fin de atender las observaciones realizadas en cuanto a la claridad del capítulo descriptivo y reivindicatorio y de conformidad con lo establecido en el artículo 34 de la Decisión 486, se presentan nuevos capítulos reivindicatorio y descriptivo como sustitutos de los anteriormente presentados, en los cuales se corrigieron los errores de traducción y se tuvieron en cuenta las objeciones realizadas por su Despacho, realizando los siguientes cambios:

3.1.1 Se redacta una única reivindicación independiente, modificando las anteriores reivindicaciones 1, 4, 6, 8-10, 12 y 14 a 27. Con lo anterior, se borraron las anteriores reivindicaciones 2, 3, 5, 7, 11 y 13.

173 173

3.1.2 El contenido de la nueva reivindicación independiente 1 describe de forma clara las condiciones de operación que se deben utilizar en el proceso reivindicado y se encuentra soportado de la siguiente forma:

- La frase *"obteniendo una solución acuosa de alimentación"*, se encuentra soportada en el último párrafo de la página 2, en la pág. 3 líneas 179 a 25 y en la pág. 8, líneas 15 a 20.

- La frase *"que comprende hierro solubilizado seleccionado entre el grupo que comprende: ácido nítrico, ácido sulfúrico y ácido clorhídrico, en donde la solución de alimentación tiene un rango de pH de 0.25 a 2.5"*, se encuentra soportada en el último párrafo de la pág. 9 y en la reivindicación original 13.

- *"temperatura entre 100°C a 300°C"*, esta soportada en el primer párrafo de la pág. 20 y en la reivindicación original 3.

- *"una relación de siembra entre 20% a 2000%, en donde la relación de siembra es una relación entre el peso de un sólido semilla y el peso del producto precipitado esperado no sembrado, en donde el tamaño de partícula del óxido férrico precipitado es más pequeño que el tamaño de partícula del óxido férrico precipitado obtenido con una relación de siembra del 0%"*, se encuentra soportada en la pág. 4 en las líneas 4 a 21, en el primer párrafo de la pág. 25, en la pág. 36 líneas 29 a 38, pág. 41 líneas 9 a 21 y en la reivindicación original 2.

- *"presiones en un rango de 275.79 KPa a 8963.18 KPa"*, está soportada en el segundo párrafo de la pág. 20 y en la reivindicación original 11.

- "tamaño de partícula entre 0.1 a 10 micrones", esta soportada en el último párrafo de la pág. 23 y en la reivindicación original 7.

3.1.3 Con respecto a su objeción sobre los caracteres utilizados en el capitulo reivindicatorio L*, a* y b*. Respetuosamente mi representada manifiesta su desacuerdo al respecto porque existen varias publicaciones que explican claramente que los parámetros CIELAB del espacio del color se conocen como L*, a* ó b*. Por ejemplo:

Las diferentes formulas de color que se utilizan comúnmente en la ciencia del color se implementan como parte del espectrofotómetro portátil y se explican brevemente a continuación. Las abreviaciones utilizadas en el hardware y software del espectrofotómetro portátil siguen unas convenciones estándares: CIELAB—También L*a*b*m CIELAB (Commission International de l'Eclairage) es la ecuación diferencial de color más utilizada en el mundo. Fue emitida en 1976 como una ecuación cúbica "mejorada". En dicho sistema de

coordenadas, L* es una medida de luminosidad de la muestra que está en el rango de 0 (negro) a 100 (blanco). Las cantidades a* y b*, se conocen como las coordenadas opuestas y definen el grado de amarillez (b* positivo), rojez (a* positivo) o verdosidad (a* negativo) y azulez (b* negativo). Estas coordenadas se acercan a cero para colores neutrales (blanco, grises, negro). A medida que los valores de a* y b* suben, el color se vuelve más cromático o saturado (por favor vea la col. 16, líneas 14 a 26 de la solicitud US5319437).

Además de lo anterior, es importante resaltar que al buscar en una base de datos de patentes CIELAB o L*a*b* se encuentran numerosas patentes que se refieren a este modelo estándar del espacio del color.

La compañía DataColor que manufactura el DataColor SpectraGraph(TM) SF450 para medir el color con respecto a la presente solicitud, tiene una explicación sobre los espacios de color en la siguiente página web: http://spyder.datacolor.com/learn_color_lesson04.php.

La página de Wikipedia también proporciona formulas para calcular los parámetros L*, a* y b* del modelo del espacio de color CIE XYZ en: http://en.wikipedia.org/wiki/Lab_color_space.

La razón para utilizar un asterisco (*) como parte del parámetro es para distinguir los parámetros "L*a*b*" de los parámetros (L, a, b) utilizados en el modelo menos popular "Hunter LAB colorspace". Como el modelo CIELAB es más popular que el modelo Hunter LAB, el término "LAB" se refiere usualmente al formador, para claridad, el espacio de color CIELAB también es conocido como L*a*b* o CIEL*a*b*.

En el capitulo descriptivo de la presente solicitud se entiende de forma clara que el inventor utilizo una máquina DataColor SF450 para realizar las mediciones de color de acuerdo al modelo del espacio de color CIELAB, a partir del siguiente contenido:

• "Adicionalmente, **se analizaron las propiedades de color** de los sólidos **usando un sistema CIELAB**. Los datos de color, resumidos en la Tabla 12 y también mostrados en la Figura 8, fueron obtenidos usando un espectrógrafo **Datacolor SpectragraphTM SF450**" (ver pág. 35, líneas 14 a 17).

• "Para **medir los parámetros L* a* b*** de los precipitados de las pruebas, se emplearon molinos de bolas pequeños US Stoneware con aproximadamente 550 g de medio de zirconio. Se dejó rotar una mezcla de 2.5 g de pigmento y 25 g de pintura blanca "base 2" durante 1 hora. La mezcla fue colocada con pipeta sobre una tabla de opacidad Leneta, en donde la mezcla de pigmento fue extendida con una varilla de acero inoxidable #52. Una vez se secó la mezcla de pigmento extendida, esta fue analizada con una **máquina DatacolorTM 450**. Los

resultados de la máquina DatacolorTM que aparecen en la Tabla 12 **son los parámetros L*a*b* reales para el color precipitado**" (ver último párrafo de la pág. 35).

- "Los **análisis cromáticos CIELAB** también demuestran que **la intensidad de color (parámetro "L")** es similar a la de los estándares Bayferrox™ 105M/130M"

De acuerdo con las anteriores citaciones, es claro que el modelo CIELAB es ampliamente conocido así como la máquina DataColor y los parámetros L*a*b*. Por lo tanto, mi representada respetuosamente quiere poner de presente que de acuerdo con la anterior información es claro y entendible, para una persona versada en la materia, el contenido de la presente solicitud.

4. Conclusión:

Teniendo en cuenta las modificaciones efectuadas en el pliego reivindicatorio y en la descripción, se puede concluir que la presente invención sí cumple con el requisito de claridad establecido en los artículos 28 y 30 de la Decisión 486.

Puesto que se han atendido a cabalidad las observaciones hechas por su Despacho sobre la presente solicitud de patente, respetuosamente solicito se continúe con su tramitación.

5. Anexos:

- Nuevo capítulo descriptivo
- Nuevo pliego reivindicatorio, conformado por veintiuna (21) reivindicaciones.
- Formulario para modificaciones.
- Comprobante de pago por 11 reivindicaciones adicionales después de la décima reivindicación por $ 286.000.
- Copia auténtica de la sustitución de poder efectuada a mi favor por el Doctor Emilio FERRERO.

Señora Directora,

Luz Clemencia Páez

LUZ CLEMENCIA DE PÁEZ
T.P.A. No. 23.555

COLO-15666-841-001-2
LMA\LMA\ID-164650\WPC15666
No. M-2010-164650\LMA

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Espacio reservado para el adhesivo de radicación

FORMULARIO UNICO DE CORRECCIONES Y MODIFICACIONES

1 SOLICITUD DE:

☐ Corrección de Error Material ☒ Modificación a una solicitud

2 SOLICITANTE

Nombre: METALOX INTERNATIONAL
Sociedad constituida y existente bajo las leyes del Estado de Colorado, Estados Unidos de América

Dirección: Breckenridge
Colorado 80424,
Estados Unidos de América

Domicilio: Breckenridge,
Colorado,
Estados Unidos de America

Teléfono: 546 09 70 **Fax:** 249 40 70
E-mail: clientes@cavelier.com

IDENTIFICACION

C.C. ☐ NIT ☐
C.E. ☐ Otro ☐
Número: _____

3 REPRESENTANTE O APODERADO

Nombre: Luz Clemencia de PAEZ
Dirección: Carrera 4ª No. 72-35
Teléfono: 347 36 11 **Fax:** 217 92 11
E-mail: cavelier@cavelier.com

IDENTIFICACION

C.C. ☒ NIT ☐
C.E. ☐ Otro ☐
Número: 35.456.344 TP 23.555

4 Número de expediente: 06.120.219

5 Descripción de la corrección o modificación solicitada:

Presento nuevos capítulos descriptivo y reivindicatorio compuesto por 21 reivindicaciones con el fin de superar las objeciones hechas por Su Despacho a la presente solicitud de patente y pido respetuosamente que el examen de patentabilidad sea realizado sobre estas nuevas reivindicaciones presentadas.

6 Comprobante de pago No. 09-54.947 **Fecha:** 27 de julio de 2009

7 Anexos

- ☐ Comprobante de pago de la tasa por $114.000, por concepto de modificaciones.
- ☒ Comprobante de pago por 11 reivindicaciones adicionales después de la décima reivindicación por $286.000.oo.
- ☐ Poderes, si fuere el caso
- ☐ Documento que acredita la existencia y representación legal de las partes, cuando sean personas jurídicas.
- ☒ Copia auténtica de la Sustitución de poder efectuada a mi favor por el Doctor EMILIO FERRERO.

CAVELIER
ABOGADOS

EDIFICIO SISKI
CARRERA 4 No. 72 - 35
BOGOTA 8, COLOMBIA

WEB SITE: www.cavelier.com
E-MAIL: cavelier@cavelier.com

TELEFONO: (57) (1) 347-3611
TELEFAX: (57) (1) 217-9211 (57) (1) 310-4995

Señores

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

E. S. D.

Poderdante : METALOX INTERNATIONAL

Poder conferido el : 04/12/2006

Yo, EMILIO FERRERO, obrando como apoderado principal del poderdante arriba mencionado, mediante el presente escrito sustituyo el poder a mi otorgado a la doctora LUZ CLEMENCIA DE PAEZ, identificada con cédula de ciudadanía No. 35.456.344 y Tarjeta Profesional N°23.555, con todas las facultades que me fueron conferidas.

Hago la anterior sustitución conforme al artículo 66 del Código de Procedimiento Civil.

EMILIO FERRERO
T.P.A. N° 31.929
C.C. N° 438.019 de Usaquén

Acepto:

LUZ CLEMENCIA DE PAEZ
T.P.A. N° 23.555
C.C. No. 35.456.344 de Usaquén

COMO NOTARIA SEXTA DEL CIRCULO DE BOGOTA D.C. HAGO CONSTAR QUE LA FOTOCOPIA COINCIDE CON EL ORIGINAL QUE HE TENIDO A LA VISTA
BOGOTA D.C. REPUBLICA DE COLOMBIA
26 ENE. 2010
AMPARO QUINTERO ARTURO
NOTARIA

15666

2

NOTARIA SEXTA DE BOGOTA
RECONOCIMIENTO Y PRESENTACION PERSONAL
Bogotá, D.C.
Ante Mi MARÍA FERNANDA CAICEDO COLL 2009
NOTARIA SEXTA (E) DEL CIRCULO DE
BOGOTÁ D.C
Compareció (eron)

Quien(es) exhibió(eron) la(s) C.C.

Y declaró(eron) que la(s) firma(s) que aparece(n) en el presente documento es(son) la(s) suya(s) y que el contenido del mismo es cierto.
En constancia se firma esta diligencia

María Fernanda Caicedo Coll
NOTARIA (E)
NOTARIA SEXTA DE BOGOTA

COMO NOTARIA SEXTA DEL CIRCULO DE BOGOTA D.C. HAGO CONSTAR QUE LA FOTOCOPIA COINCIDE CON EL ORIGINAL QUE ME FUE PRESENTADO A LA VISTA
BOGOTA D.C. REPUBLICA DE COLOMBIA

26 ENE. 2010

AMPARO QUINTERO ARTURO
NOTARIA

199

PRECIPITACIÓN DE ÓXIDO DE HIERRO A PARTIR DE SOLUCIONES DE SALES DE HIERRO ACÍDICAS

Esta solicitud es una continuación en parte de la solicitud No 10/834,522 de los Estados Unidos presentada en el 29 de abril de 2004 y reivindica los beneficios de la misma.

CAMPO DE LA INVENCIÓN

La presente invención se relaciona con la química hidrometalúrgica. Más particularmente, la invención se relaciona con el lixiviado ácido de sales ferrosas y la precipitación de hematitas seleccionadas de una solución de sales ferrosas.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

Es posible reciclar la chatarra en acero de calidad usando un horno de arco eléctrico (EAF). En un horno de arco eléctrico, la chatarra se funde con arcos eléctricos formados con el metal de desecho. La chatarra puede incluir pequeñas cantidades de metales no ferrosos y similares. El proceso de horno de arco eléctrico opera como un proceso de fundición por lotes, produciendo lotes de acero fundido. El horno de arco eléctrico es un aparato de fundición altamente efectivo. Una cantidad importante del acero producido en los Estados Unidos se produce con hornos de arco eléctrico.

Sin embargo, una desventaja en la manufactura por horno de arco eléctrico del acero es la producción de subproductos de desecho de polvo metalúrgico de horno de arco eléctrico. El polvo de horno de arco eléctrico se genera durante el proceso de producción del acero por diferentes mecanismos, incluyendo la expulsión de gotas por la fundición y vaporización turbulentas. El mecanismo de vaporización es el principal responsable de la proporción relativamente alta de metales no ferrosos en el polvo tales como zinc, plomo, estaño, cromo, cobre y cadmio. Los metales vaporizados se condensan como óxidos y ferritas y generalmente son recolectados corriente abajo en un filtro de sacos y/o un precipitador electrostático. Debido a la presencia de metales no ferrosos en el polvo, no es posible reciclar directamente el polvo del horno. La producción de una (1) tonelada de acero puede generar aproximadamente 34 libras (15,4 kg) de polvo metalúrgico de desecho de horno de arco eléctrico.

El rápido crecimiento del procesamiento de acero por hornos de arco eléctrico ha convertido al polvo metalúrgico de horno de arco eléctrico en uno de los problemas de mayor crecimiento y de mayor impacto ecológico a escala mundial. En la actualidad, se generan aproximadamente 600.000 toneladas métricas de desechos de horno de arco eléctrico anualmente en los Estados Unidos y se generan otras 600,000 toneladas métricas cada año en el resto del mundo. También hay cantidades similares de polvo metalúrgico con un nivel de contaminación inferior que se derivan de otro proceso principal de fabricación de acero, el Horno Básico de Oxigeno (BOF). Debido a que los niveles de metales tóxicos, tales como

cadmio, plomo, zinc son más bajos en el polvo metalúrgico del horno básico de oxígeno, actualmente el polvo del horno básico de oxígeno BOF no está clasificado por la EPA como peligroso. Sin embargo, el polvo metalúrgico de horno básico de oxígeno tiene contaminantes no ferrosos que hacen difícil utilizarlo en la actual manufactura del acero. Por consiguiente, el polvo metalúrgico del horno básico de oxígeno puede terminar como un desecho inutilizado.

El polvo metalúrgico de los hornos básicos de oxígeno puede contener altas concentraciones de hierro (aproximadamente 25%), zinc (aproximadamente 25%), plomo (aproximadamente 5%) y cantidades más pequeñas de estaño, cadmio, cromo y cobre. El resto del polvo es sílice, cal y alúmina. Los valores no ferrosos representan fuentes potencialmente ricas de valores metálicos. Debido a la presencia de metales potencialmente peligrosos, tales como plomo, cromo y cadmio, los polvos de los hornos básicos de oxígeno no puede ser arrojados en los rellenos, dado que los metales peligrosos pueden ser lixiviados por la lluvia o agua subsuperficial y contaminar cuencas de agua vecinas. Por consiguiente, el procesamiento del polvo es un importante asunto ambiental y comercial. La Tabla presenta algunos ejemplos específicos de los contenidos metálicos de tres muestras de polvo de horno básico de oxígeno.

TABLA 1 COMPONENTES DE POLVO DE PLANTA DE HORNO BÁSICO DE OXÍGENO DE MUESTRA PARA TRES MUESTRAS DIFERENTES

	%Zn	%Al	%Pb	%Fe	%Cd	%Cu	%Mn	%Na	%Ba
1	20.3	0.27	1.27	36.0	0.02	016	3.54	0.59	0.01
2	22.7	0.30	1.04	34.8	0.01	0.13	3.60	0.70	0.01
3	27.0	-	1.4	26.0	0.081	-	3.4	-	-
	%CaO	%Cr	%Mg	%Ni	%V	%As	%SiO2	%Cl	
1	5.51	0.20	2.06	0.02	0.01	.0036	2.52	0.96	
2	5.48	0.20	2.48	0.13	0.02	.0029	4.74	0.78	
3	-	0.25	-	-	-	-	-	-	-

RESUMEN DE LA INVENCIÓN

La invención proporciona un método y un aparato para convertir polvos metalúrgicos peligrosos en productos químicamente manejables, tal como desechos no tóxico y/o productos químicos comercializables. Los métodos descritos en la presente pueden estar basados en la lixiviación del polvo metalúrgico a presión y temperatura elevadas con ácido nítrico y la recuperación de óxido férrico. El paso de lixiviación puede ser repetido para purificar aún más los sólidos de óxido férrico resultantes. También, se pueden realizar uno o más pasos de purificación preliminar. El zinc puede ser removido de las soluciones de metales mezclados obtenidas del polvo del horno mediante la adición de base para precipitar hidróxido de zinc.

En un primer aspecto, la invención se relaciona con un método para hacer reaccionar un compuesto metalúrgico con una solución acuosa de ácido nítrico. La reacción se realiza a una presión de al menos 1.1516,846 KPa (220 psig) y a una temperatura de al menos 100°C. La composición metalúrgica comprende hierro y uno o más metales no ferrosos. La reacción

disuelve al menos una porción de las composiciones de metales no ferrosos dentro de la solución que está en contacto con el óxido férrico sólido.

En otro aspecto, la invención se relaciona con un método para precipitar óxido férrico que comprende someter una solución acuosa de nitrato férrico a una temperatura de al menos 100°C a una presión de al menos 1.1516,846 KPa (220 psig).

En un aspecto adicional, la invención se relaciona con un aparato para tratar polvo metalúrgico que comprende un tanque a presión sellado a una presión de al menos 1,1516,846 KPa (220 psig) que contiene una mezcla de una composición metalúrgica que comprende al menos hierro y una solución de ácido nítrico.

En un aspecto adicional, la invención se relaciona con un método para aislar zinc de una solución de metales mezclados obtenida de polvo de horno, el método comprende la adición de base para precipitar hidróxido de zinc.

Como se indicó anteriormente, el hierro en solución a temperaturas y presión elevadas se hidroliza y se precipita como óxido de hierro. El polvo de horno de arco eléctrico es lixiviado en ácido nítrico a temperaturas y presiones elevadas y posteriormente se reprecipita como óxido férrico sólido. Los metales no ferrosos del polvo de desecho del horno de arco eléctrico son disueltos en solución dejando un precipitado sólido, el cual contiene hierro como óxido férrico. Se demostró que este proceso es efectivo para separar el hierro de los metales "no ferrosos". Sin embargo, los compuestos insolubles en el polvo (por ejemplo, silicatos) permanecen con el óxido férrico y pueden alterar las propiedades de color de los sólidos de óxido férrico obtenidos por este proceso.

Alternativamente, se encontró de manera inesperada que las modificaciones de los procesos descritos anteriormente resultaban en la producción de óxidos férricos con calidad de pigmento. El proceso esbozado anteriormente fue modificado para solubilizar completamente el hierro y otros metales de tal forma que los componentes insolubles pudieran ser removidos del sistema. La solución se somete a temperatura y presión elevadas para precipitar óxidos férricos con calidad de pigmento.

En una modalidad del proceso modificado, los sólidos de óxido férrico se precipitan de una solución de nitrato que contiene hierro sometida a temperatura y presión elevadas. Los precipitados que se obtienen de este proceso modificado son sólidos negros con un diámetro de 20 a 30 micrones. El análisis por difracción de rayos X identifica estos sólidos como hematitas (óxido férrico) el cual es el mismo compuesto que contienen los pigmentos de óxido de hierro rojos sintéticos. Al examinarlas por microscopio electrónico de barrido, las partículas del precipitado negro no parecen esféricas (como ocurre en los pigmentos de óxido de hierro rojos) y en cambio parecen como racimos de uvas compuestos por muchas partículas más pequeñas conectadas entre sí. La diferente estructura cristalina de las partículas en racimo hace que la luz

182

se refleje de manera diferente haciéndolos aparecer negros e impidiendo su uso como pigmentos de óxido de hierro rojos.

De manera alternativa, una modificación adicional de los procesos ya modificados puede ser utilizada. En otra modalidad, un sólido simiente se adiciona a la solución de sales de hierro y sometida a temperatura y presión elevadas para producir la hidrólisis del hierro en sólidos de óxido de hierro de calidad de pigmento. La hematita de calidad de pigmento está generalmente constituida de partículas finas que tienen un tamaño promedio de menos de 2 micrones y son de color rojo. La siembra es comúnmente usada en los campos metalúrgicos para permitir que los productos precipitados crezcan y aumenten de tamaño. De manera inesperada se encontró que después de la adición de la semilla de óxido férrico (hematita) a una solución de sal de hierro, las partículas precipitadas son más finas que los precipitados negros obtenidos de las reacciones no sembradas. Así mismo se encontró de forma inesperada que entre más material de semilla se usaba, más finas eran las partículas. Los precipitados obtenidos por los procesos de siembra tienen en general un tamaño inferior a 2 micrones, aunque también es posible obtener productos más gruesos. Las micrografías electrónicas de barrido de los precipitados obtenidos de los procesos de siembra muestran que estos son esféricos en general, lo cual contrasta con los precipitados que comprenden partículas de hematita obtenidos de procesos modificados pero no sembrados. De manera sorprendente, el proceso sembrado resultó en la producción de precipitados de sólidos de hierro, óxidos de hierro, que tienen características de tamaño y color que los hacen deseables para uso como pigmentos de óxido de hierro sintéticos.

En varias modalidades, se proporciona un proceso para la producción de precipitados de óxido férrico que tienen un tamaño de partícula seleccionado, el cual comprende la selección de una combinación de temperatura y una relación de siembra y la realización de dicho proceso a presiones superiores a la atmosférica para obtener precipitados de óxido férrico del tamaño de partícula seleccionado.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La figura 1 es un diagrama de flujo del proceso de tratamiento de una composición metalúrgica, tal como el polvo del horno de arco eléctrico, para producir una solución filtrada y un sólido que incluye óxido férrico.

La figura 2 es un diagrama de flujo expandido de la Figura 1, el cual adiciona un segundo paso de lixiviación al proceso de obtención del óxido férrico.

La figura 3 es un diagrama esquemático que ilustra un aparato para realizar una lixiviación con ácido nítrico de una composición metalúrgica bajo presión.

La figura 4 es un difractograma de rayos X de una muestra luego de un tratamiento de lixiviación presurizada.

La figura 5 es un difractograma de rayos X de otra muestra luego de un tratamiento de lixiviación presurizada.

La figura 6 es un difractograma de una muestra de polvo del horno de arco eléctrico antes del tratamiento de ácido nítrico.

La figura 7 es un diagrama de flujo para el proceso de precipitación sembrado.

La Fig 8. ilustra el tamaño y color de los precipitados obtenidos bajo diferentes condiciones de reacción de los procesos sembrados.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

Como se describe en la presente, un proceso mejorado para el tratamiento de polvo metalúrgico involucra la lixiviación del polvo metalúrgico con ácido nítrico en condiciones de presión elevada y generalmente en condiciones de temperatura elevada, para disolver uno o más de los componentes metálicos del polvo mientras que deja un residuo de óxido férrico. Este proceso está basado en el principio que bajo condiciones de presión y temperatura apropiadas, el hierro forma óxido de hierro sólido, específicamente óxido férrico, en una solución de ácido nítrico/nitrato. Dado que muchos de los otros metales contaminantes son solubilizados en ácido nítrico bajo las condiciones en las cuales el óxido férrico es un precipitado, el óxido férrico puede ser separado de los otros constituyentes metálicos. El proceso de lixiviación a alta presión puede ser repetido sobre el residuo/precipitado de una etapa de lixiviación para obtener un nivel de pureza mejorado del óxido férrico. También se ha descubierto que una lixiviación a baja presión inicial puede ser realizada opcionalmente para procesar de manera inicial el polvo con el fin de remover cantidades significativas de los metales no ferrosos en condiciones de pH en las cuales el hierro permanece en forma sólida. Los métodos de lixiviación a alta presión pueden ser usados para recuperar casi todo el hierro del polvo original en formas muy puras.

El polvo metalúrgico, tal como se emplea en la presente, es cualquier composición metálica impura que comprende una proporción significativa de composiciones férricas. Los polvos metálicos adecuados incluyen, por ejemplo, polvos metalúrgicos de procesos de manufactura de acero, tales como polvos de hornos de arco eléctrico, así como chatarra de hierro, sarro de hierro recuperado de las líneas de limpieza de acero, cascarilla de laminación, minerales que contienen hierro y pigmentos a base de hierro de baja calidad. Puesto que es impuro, el polvo metalúrgico generalmente incluye al menos cerca del 10 por ciento en moles de metales no ferrosos antes del procesamiento.

En el proceso mejorado de la presente, la formación de sólidos de óxido férrico libera el correspondiente ácido nítrico, el cual en condiciones de presión ambientales formaría una solución de nitrato férrico. Se logra una mejor separación de los metales no ferrosos del óxido

férrico con un exceso de ácido nítrico presente durante la lixiviación a alta presión. En algunas modalidades, el exceso de ácido nítrico puede ser recuperado directamente para reutilización sin evaporar el agua dado que el ácido nítrico en la solución filtrada puede ser desviado de regreso al proceso de lixiviación, posiblemente con la adición de mas ácido. Alternativamente, el filtrado puede ser desviado para recuperar otros constituyentes metálicos en la solución. Los procesos de lixiviación a alta presión descritos en la presente pueden ser usados para obtener óxidos férricos de purezas muy altas en un proceso eficiente con materiales que pueden ser fácilmente manipulados.

Una alta proporción del zinc en el polvo metalúrgico del horno de arco eléctrico está presente en forma de ferritas ($ZnO \bullet Fe_2O_3$), las cuales han demostrado ser resistentes a los procesos de lixiviación. En algunas técnicas de lixiviación se emplea una lixiviación de dos etapas a presión y temperatura ambiente para obtener productos precipitados razonablemente puros y un proceso de regeneración del ácido nítrico a partir de nitratos, tales como los procesos descritos en las patentes Nos. 5,912,402 y 6,424,909 de los Estados Unidos, las cuales son incorporados a la presente por referencia. Cuando se realiza el procesamiento a presión atmosférica, se adiciona una composición básica para precipitar el hidróxido férrico.

Por el contrario, tal como se describe en la presente, las técnicas para recuperar metales de valor a partir de polvos metalúrgicos efectúan la reacción del polvo metalúrgico con ácido nítrico bajo condiciones presurizadas, para formar óxido férrico a partir de una solución de nitrato metálico. Un proceso de lixiviación a presión produce un precipitado de óxido férrico purificado en el cual se han removido suficientes cantidades de otros metales como para que el material resultante no sea un desecho tóxico. En general, todos los materiales a lo largo del procesamiento pueden ser manipulados sin complicaciones.

El proceso mejorado descrito en la presente puede incluir un lavado inicial con agua del polvo metalúrgico, removiendo de esta forma algunos de los compuestos cloruro y tal vez otros contaminantes que contenga el polvo. Es posible realizar una lixiviación opcional y preliminar del polvo con ácido nítrico bajo condiciones atmosféricas, generalmente antes de efectuar una lixiviación presurizada. La lixiviación preliminar con ácido nítrico se realiza a un pH en el cual el hierro es insoluble pero muchos de los metales no ferrosos son algo solubles. La remoción del filtrado produce un residuo sólido en un primer nivel de purificación.

Los materiales del proceso para la lixiviación presurizada son sólidos, los cuales pueden ser sólidos o polvos metalúrgicos no procesados que se obtienen de uno o más etapas iniciales de purificación, tales como lavado o lixiviación con ácido bajo condiciones atmosféricas. Los sólidos del proceso se hacen reaccionar con ácido nítrico en condiciones de presión aumentadas y generalmente en condiciones de temperatura aumentadas. Se puede adicionar el ácido a los sólidos bajo condiciones presurizadas o bajo condiciones ambientales, aunque generalmente se puede incrementar la presión luego de la adición del ácido. El óxido férrico es formado en el ácido nítrico bajo condiciones de presión y temperatura elevadas. Por

consiguiente, es posible recolectar una cantidad significativa del hierro en los sólidos como óxido férrico. De otra parte una proporción significativa de los otros metales es disuelta por el ácido nítrico dentro de la solución en condiciones de presión elevada. Dado que muchos de los metales no ferrosos son disueltos, el óxido férrico recuperado está significativamente purificado con respecto al desecho metalúrgico de inicio. Por consiguiente, los procesos descritos en la presente generalmente producen un óxido férrico sólido con niveles de contaminación muy por debajo de los límites actuales de desechos tóxicos de la EPA. Cualquier gas NO_x que se genere durante esta etapa puede ser recogido y posteriormente reciclado en ácido nítrico. La etapa de lixiviación presurizada puede ser repetida una o más veces para mejorar la pureza del óxido férrico. Específicamente, al usar los sólidos de un lixiviación presurizada en una segunda lixiviación presurizada, el metal no ferroso remanente es disuelto en la solución durante la siguiente etapa de procesamiento. En algunas modalidades, el óxido férrico que se genera puede ser lo suficientemente puro como para una variedad de usos, incluyendo aplicaciones de alto valor, tales como un pigmento, en cintas magnéticas, en un compuesto para pulir y en una variedad de otros usos.

Dado que el hierro no se disuelve en la etapa de lixiviación presurizada una vez la presión y la temperatura alcanzan sus valores objetivo, no se consume ácido nítrico como nitrato férrico. Por consiguiente se consume menos ácido nítrico en comparación con métodos que disuelven el hierro en ácido nítrico y subsecuentemente precipitan el hierro de la solución mediante el ajuste del pH. Generalmente, se adiciona un exceso de ácido nítrico en las etapas de lixiviación, por lo que el filtrado de cada lixiviación ácida puede contener ácido nítrico residual. Este ácido nítrico residual puede ser usado devolviendo el filtrado, posiblemente con ácido nítrico adicionado, a otra etapa de lixiviación ácida. Cuando el filtrado presenta cantidades excesivas de metales no ferrosos, el filtrado puede ser desviado a otras etapas de procesamiento para recuperar los otros metales en lugar de a una etapa de lixiviación para usar cualquier exceso de ácido. Asimismo, se pueden desviar diferentes porciones del filtrado para otros usos, por ejemplo, una porción puede ser reciclada por su contenido de ácido nítrico, mientras que otras partes son desviadas para recuperar los metales no ferrosos.

El proceso mejorado para la precipitación de óxido férrico involucra el uso de un tanque a presión o autoclave que permite que las reacciones ocurran a temperaturas y presiones elevadas. Los tanques a presión adecuados para operar a altas temperaturas y presiones son comercializados por distintos proveedores o pueden ser construidos adecuadamente. Por ejemplo, se pueden emplear reactores de titanio con capacidades de presión adecuadas. El tamaño del tanque a presión puede ser escalado, por ejemplo, para manejar la cantidad deseada de polvo metalúrgico a ser tratado en un momento dado. El tanque de presión puede ser conectado con tubos para la transferencia de materiales hacia adentro y hacia afuera del tanque, o los materiales dentro de otros tanques puedan ser trasferidos manualmente dentro o fuera del tanque a presión. En algunas modalidades, el tanque puede estar conectado con tubos para la transferencia de los gases NO_x a un proceso de reciclaje nítrico. El tanque específico en donde se ponen en contacto las soluciones generalmente tiene una superficie

interna que es diseñada para soportar el contacto con ácidos concentrados, tales como ácido nítrico. Las superficies internas que pueden ser adecuadas para tales tanques a presión incluyen titanio, cerámica, vidrio y similares. El tanque puede tener o no medios para proporcionar agitación de los materiales durante el procesamiento.

En general, el tratamiento de polvo metalúrgico puede ser realizado cerca a las instalaciones de los hornos de arco eléctrico, a las instalaciones de los hornos básicos de oxigeno o de otras instalaciones generadoras de polvo, es posible transportar el polvo a una instalación central de recuperación. Si el proceso de recuperación descrito en la presente se efectúa cerca a una instalación productora de polvo individual, el trasporte de los desechos peligrosos y las responsabilidades potenciales asociadas con el trasporte de desechos tóxicos y peligrosos pueden ser reducidos o eliminados. Adicionalmente, es posible reducir y potencialmente eliminar la necesidad de almacenar dichos desechos peligrosos.

El método mejorado de tratamiento del polvo metalúrgico y de recuperación de químicos usados descrito en la presente está basado en las solubilidades diferenciales de los compuestos metálicos en una solución de ácido nítrico bajo temperatura y presión elevadas. En particular, formas de óxido férrico insolubles a altas presiones en una solución acuosa de ácido nítrico/nitrato metálico. Por ejemplo, el nitrato de hierro se hidroliza y precipita a temperaturas y presiones elevadas. La reacción de formación del óxido férrico es la siguiente:

$$2Fe(NO_3)_3 + 3H_2O \longrightarrow Fe_2O_3 + 6HNO_3$$

En la presente reacción, no necesitamos considerar si el nitrato de hierro es o no un intermediario formal en el proceso, sino que el resultado final del proceso es que se forma óxido férrico. Por consiguiente, el proceso comprende hacer reaccionar el polvo metalúrgico o una forma parcialmente purificada del mismo con una solución de ácido nítrico bajo temperatura y presión mejoradas, que pueden producir la total o casi total disolución de los compuestos metálicos no ferrosos, tales como composiciones de zinc, manganeso, cadmio y plomo, las cuales están presentes en el polvo metalúrgico. La filtración de los sólidos produce la separación del óxido férrico del filtrado, que generalmente contiene metales no ferrosos disueltos. Es posible recuperar otros metales de valor del filtrado por medio de procesamiento adicional y todo el ácido nítrico no reaccionado en el filtrado puede ser reutilizado, si se desea.

En la figura 1 se resume el proceso de recuperación. El proceso de recuperación puede incluir una etapa opcional de lavado 100 del polvo metalúrgico con agua. El polvo lavado es filtrado 102 para separar los sólidos residuales del agua de lavado. El proceso también incluye opcionalmente una lixiviación preliminar o pre-lixiviación 104 con ácido nítrico que se realiza a presión ambiente. La lechada pre-lixiviada es filtrada 106 mientras que los residuos sólidos son enviados para lixiviación adicional y el líquido filtrado es enviado a procesamiento adicional para recuperar los metales no ferrosos. También es posible realizar tratamientos preliminares adicionales, si se desea. Los residuos de uno o más tratamientos preliminares se someten a una lixiviación presurizada de ácido nítrico 108. La lechada de la lixiviación con ácido nítrico es

X87
187

filtrada 110. Los sólidos de la lixiviación presurizada con ácido nítrico son óxidos férricos purificados que se usan ya sea en su forma purificada o son sometidos opcionalmente a una lixiviación presurizada adicional para purificar aún más el material, tal como se describe más adelante. Los filtrados de las distintas etapas de lixiviación pueden ser apartados para reutilización del ácido nítrico residual o para procesamiento adicional para recuperar los componentes metálicos no ferrosos. El procesamiento adicional de los filtrados se describe más adelante. Asimismo, los sólidos residuales pueden ser sometidos a una o más etapas de lixiviación presurizada adicional, tal como se describe más adelante. Cada una de las etapas individualmente, o grupos de etapas colectivamente, pueden ser realizadas en forma de lotes o alternativamente en una operación continua.

En algunas incorporaciones, puede ser benéfico realizar esta etapa inicial de lavado 100 del polvo metalúrgico con agua con anterioridad a la adición del ácido nítrico. En particular, el lavado con agua puede remover haluros metálicos indeseables y otras composiciones solubles de los sólidos de tal forma que estos no estén presentes en las etapas posteriores de procesamiento. En general, es posible adicionar agua suficiente al desecho metálico para remover los compuestos deseados. Generalmente, se agita la mezcla para facilitar el proceso de solubilización. Este lavado puede ser realizado en cualquier tanque conveniente.

La mezcla lavada con agua puede ser sometida a una separación sólido-líquido 102 para separar un residuo de polvo metalúrgico lavado de la solución filtrada. El proceso de separación 102 puede ser realizado por filtración a presión, filtración por vacío, filtración por gravedad así como decantando el líquido del sólido, opcionalmente después de centrifugado. Para los métodos de filtración, se pueden usar medios filtrantes comerciales estándar, tales como medios filtrantes de tela de polímero tejida, papel de filtro, filtro cerámico poroso y similares. Independientemente del método de separación, por conveniencia se hace referencia al líquido separado como el filtrado y se hace referencia a los sólidos separados como el precipitado. El filtrado posteriormente puede ser enviado a un sistema de tratamiento de agua para procesamiento. Los sólidos residuales pueden ser procesados adicionalmente en una lixiviación en ácido, que puede ser una pre-lixiviación 104 o directamente una lixiviación presurizada con ácido 108.

El polvo metalúrgico, ya sea lavado o sin lavarse, puede hacerse reaccionar opcionalmente, es decir, lixiviado 104 con una solución de ácido nítrico a presión atmosférica. Generalmente se adiciona suficiente ácido nítrico para bajar el pH a valores en los cuales se disuelven cantidades significativas de metales no ferrosos dentro de la solución ácida sin disolver una cantidad significativa de los compuestos de hierro. Se puede ajustar el pH para que esté entre 0,25 y cerca de 2,5, en otras modalidades desde cerca de 0,35 a cerca de 2,0, y en otras modalidades desde cerca de 0,5 a cerca de 1,5. La cantidad de hierro que permanece en el residuo sólido generalmente es al menos 95 por ciento en peso, en modalidades adicionales al menos el 97 por ciento en peso y en otras modalidades al menos el 99 por ciento en peso. Un técnico normalmente versado en la materia reconocerá que rangos adicionales de pH y de

contenido de hierro están contemplados y están comprendidos dentro del alcance de la presente divulgación.

En principio, se puede realizar una o más etapas de pre-procesamiento adicional para preparar el desecho de metal sólido con anterioridad a la realización de la etapa de lixiviación con ácido a alta presión. De manera similar, la lixiviación opcional con agua y/o la pre-lixiviación puede ser realizada o no. Sin embargo, el sólido seleccionado es posteriormente sometido a una etapa de lixiviación con ácido nítrico a alta presión 108. Generalmente, los materiales también se someten a temperaturas elevadas durante esta etapa. Durante esta etapa, se forma una mezcla como pasta o lechada a partir de la solución de ácido nítrico y el desecho de metal sólido. El agua y/o ácido puede ser adicionado o no en condiciones de temperatura y presión elevadas para alcanzar los resultados deseados. Adicionalmente, una parte del agua y/o ácido puede ser adicionada a presión ambiente y una parte adicional puede ser adicionada a presión elevada. El orden de realización de esta etapa puede depender del aparato seleccionado para realizar el procesamiento dado que puede presentar mayor o menor dificultad el adicionar materiales dentro del tanque presurizado. La mezcla puede ser agitada para facilitar la solubilización de los metales no-ferrosos.

La cantidad de ácido nítrico adicionada es una función de la concentración del ácido y del volumen de la solución ácida. Aunque es posible en principio utilizar ácido nítrico puro, puede resultar difícil de manipular y costoso el usar ácido nítrico sin diluir. En general, el polvo metalúrgico se hace reaccionar con ácido nítrico en solución que tiene una concentración en el rango del 10 por ciento en peso a cerca del 75 por ciento en peso, en algunas modalidades, de cerca del 20 por ciento en peso al 70 por ciento en peso, y en otras modalidades, de cerca del 25 por ciento en peso a cerca del 65 por ciento en peso de solución de ácido nítrico. El ácido nítrico puede ser provisto por una fuente de ácido nítrico, la cual puede comprender ácido nítrico reciclado y/o una fuente de ácido nítrico fresco. Con respecto a las cantidades relativas en las composiciones, los pesos relativos de ácido nítrico y desecho de metal generalmente dependen de la concentración de la solución de ácido nítrico. Asimismo, si se adiciona una solución de ácido nítrico más concentrada para formar la pulpa, también se puede adicionar más agua. Para soluciones de ácido nítrico más diluidas, una relación en peso de ácido nítrico a polvo metalúrgico puede ser, por ejemplo, una relación de tres a uno (3:1) o más alta en peso de solución ácida a polvo metalúrgico seco. En otras modalidades con una concentración de ácido más alta, se puede usar una relación de uno a uno (1:1) o menor en peso de solución ácida a polvo metalúrgico seco. En general, la cantidad deseada de ácido adicionada también puede depender de la composición del polvo de metal. La cantidad de ácido puede ser evaluada examinando el ácido en la mezcla resultante. La concentración de ácido en la muestra resultante puede ser seleccionada para producir la solubilización deseada de los metales no ferrosos en la solución de filtrado. Se puede lograr una lixiviación aceptable sin ácido libre en la mezcla. Sin embargo, por lo general se obtiene óxido férrico más puro cuando la mezcla contiene ácido nítrico libre. La concentración de ácido nítrico libre puede ser al menos 5 gramos/litro (g/L) y en algunas modalidades al menos cerca de 15 g/L, en otras modalidades al

menos 30 g/L y en modalidades adicionales al menos cerca de 50 g/L. Aunque el ácido libre puede ser medido en varios momentos durante el proceso de solubilización a presiones elevadas, estos valores pueden ser considerados los valores de equilibrio después de un período de tiempo suficiente en el que la concentración no cambian de manera significativa. Un técnico normalmente versado en la materia reconocerá que rangos adicionales de concentraciones de ácido reactante, relaciones en peso de ácido a cantidades sólidas y concentraciones de ácido libre dentro de las relaciones explícitas indicadas anteriormente están contempladas y están dentro del alcance de la presente invención.

La cantidad de ácido adicionada puede involucrar conmutaciones con respecto al costo y a los resultados. La adición de mas ácido incrementa el costo por el ácido, pero la adición de más ácido puede producir una mejor solubilización de los metales no ferrosos. Una mejor solubilización de los metales no ferrosos produce un producto de óxido férrico más puro. En particular, para obtener la más completa disolución de plomo y zinc, la presencia de ácido nítrico libre puede ser deseable durante y después de la lixiviación con ácido nítrico 108. Si se emplean cantidades menores de ácido nítrico, es posible que ferritas no disueltas permanezcan en los sólidos. Sin embargo, se pueden realizar múltiples lixiviaciones con ácido nítrico para disolver los metales no ferrosos, ya sea en forma de ferritas o no y para recuperar precipitados más puros de óxido férrico.

El proceso de lixiviación con ácido nítrico a alta presión puede involucrar uno o más pasos dentro del proceso. Por ejemplo, para realizar una lixiviación a alta presión, el polvo metalúrgico y el ácido nítrico pueden ser combinados a presión y temperatura ambientes para formar una lechada o pulpa. La mezcla puede ser realizada en un tanque a presión, o la mezcla puede ser realizada en otro tanque y luego trasferida al tanque a presión para realizar la lixiviación a alta presión. En algunas modalidades, el polvo metalúrgico y el ácido nítrico pueden ser combinados a temperatura y/o presión elevadas, por ejemplo, a la temperatura y presión usadas para precipitar óxido férrico.

En una modalidad particular, el ácido nítrico y el polvo metálico generalmente son mezclados inicialmente a presión ambiente. Esta mezcla puede tener lugar o no dentro del tanque a presión. Si la mezcla se realiza inicialmente fuera del tanque a presión, la mezcla es trasportada dentro del tanque a presión. La presión puede ser incrementada al cerrar el tanque a presión e incrementar la temperatura. Se puede inyectar vapor para efectuar el incremento tanto en la temperatura como en la presión. Alternativa o adicionalmente, el reactor puede ser calentado con una manta de calentamiento o similar y/o la lechada puede ser calentada durante la transferencia al tanque de reacción.

Una vez formada la combinación de polvo y ácido, la mezcla puede ser mezclada a presión ambiente en algunas modalidades por al menos un cuarto de hora y en otras modalidades por cerca de media hora a cerca de cinco horas y en otras modalidades por cerca de una hora a cerca de dos horas. También, se debe seleccionar el tiempo de reacción bajo

elevadas temperaturas para lograr la solubilización deseada de los metales no ferrosos en la solución de ácido nítrico. En general, después de un período de tiempo suficiente, la mezcla alcanza un equilibrio tal que la composición no cambia significativamente con el transcurso de más tiempo. En los siguientes ejemplos, la composición generalmente dejo de cambiar después de cerca de 2 horas a cerca de 2.5 horas. En general, se realiza la lixiviación dentro de los rangos de presión y temperatura seleccionados durante al menos 30 minutos, en modalidades adicionales durante al menos una hora, en otras modalidades durante al menos dos horas y en otras modalidades durante cerca de 2.5 horas a cerca de 5 horas. Un técnico normalmente versado en la materia reconocerá que tiempos de reacción adicionales dentro de los rangos explícitos de reacción están contemplados y comprendidos dentro de la presente divulgación. para mezclar la lechada se pueden usar agitadores mecánicos y otros aparatos de mezclado.

Adicionalmente, las temperaturas y presiones elevadas usadas durante la etapa de lixiviación con ácido nítrico a (lata) presión 108 incrementan la disolución del zinc, el plomo y de otros metales no ferrosos. La presión y temperatura también pueden influir las tasas de disolución. En rangos apropiados de temperaturas y presiones elevadas de la solución de ácido nítrico en el tanque de presión, el óxido férrico es casi completamente insoluble de tal forma que casi todo el hierro es recuperado como óxido férrico. Por consiguiente el óxido férrico puede ser separado de los metales no ferrosos que permanecen en la solución. Las impurezas se pueden producir, por ejemplo, por ferritas sólidas que conservan metales no ferrosos dentro de los sólidos. En algunas incorporaciones, la reacción de lixiviación a alta presión generalmente ocurre a temperaturas en el rango de al menos cerca de 150°C, en modalidades adicionales de cerca de 200°C a cerca de 500°C, en otras modalidades de cerca de 225°C a cerca de 400°C y en otras incorporaciones de cerca de 250°C a cerca de 350°C. Adicionalmente, la presión en el tanque de presión generalmente puede ser mantenida en un valor del al menos 1551.32 KPa (225 psig), en modalidades adicionales de cerca de 1723.69 KPa (250 psig) a cerca de 5515.80 KPa (800 psig), en otras modalidades de cerca de 1896.06 KPa (275 psig) a cerca de 4136.85 KPa (600 psig) y en algunas modalidades de cerca de 2068.43 KPa (300 psig) a cerca de 3447.39 KPa (500 psig). Las libras por pulgada cuadrada manométricas(psig) se refieren a una medida de presión tal que es la cifra indicado es el valor por encima de la presión atmosférica. Para el procesamiento en lotes, los valores anteriores pueden ser valores promedio potencialmente luego de un período transitorio en el cual la temperatura y la presión ascienden cerca a las condiciones promedio de procesamiento. Un técnico normalmente versado en la materia reconocerá que rangos adicionales de temperatura y presión dentro de los rangos explícitos están contemplados y están comprendidos dentro del alcance de la presente divulgación.

El paso de lixiviación con ácido nítrico a alta presión 108 puede generar gas, NO_x, el cual puede ser ventilado para transporte a una ubicación para recolección y recuperación de nítrico mediante la combinación del gas con agua. La ventilación de los gases de óxido nítrico debe ser realizada con la debida consideración para mantener la presión dentro del tanque a presión en los niveles deseados. Similarmente, los gases de óxido nítrico recolectados pueden

ser separados del tanque a presión para su recuperación, por ejemplo usando válvulas de presión convencional. Los gases nítricos representados por NO_x pueden ser convertidos en ácido nítrico para reutilización, por ejemplo, siguiendo el procedimiento descrito en la patente 6,264,909 de los Estados Unidos a nombre de Drinkard, Jr, titulada "Producción y Reciclaje de Ácido Nítrico" incorporada aquí por referencia.

El sólido residual que incluye mayormente óxido férrico es separado 110 del filtrado. Adicionalmente, el sólido residual puede ser lavado para remover metales no ferrosos solubilizados que se pegan a los sólidos durante la etapa de separación. En general, el lavado puede ser realizado con cualquier método razonable. En una modalidad, se emplean una o más etapas de lavado en cada uno de las cuales cada etapa de lavado involucra la suspensión de los sólidos en agua y el filtrado de los sólidos. Se puede usar agua suficiente para realizar la suspensión en cada caso. Las etapas de lavado pueden ser repetidas hasta que el agua de lavado adquiera el nivel de pureza deseado. El agua de lavado puede ser adicionada al filtrado inicial, procesada por aparte para remover los componentes metálicos o tratada para su eliminación.

El filtrado de la lixiviación a alta presión generalmente contiene ácido nítrico libre así como cantidades significativas de metales no ferrosos solubilizados. Alternativamente se puede devolver esta solución para realizar etapas adicionales de lixiviación a presión ambiente o a presiones elevadas para hacer uso del ácido nítrico libre. Se puede adicionar ácido nítrico adicional desde una fuente de ácido nítrico para obtener los niveles deseados de ácido para la lixiviación. Adicional o alternativamente, una porción o todo el filtrado puede ser enviado a procesamiento adicional para recuperar los metales no ferrosos de la solución, como se describe a continuación. La figura 1 muestra las trayectorias de procesamiento alternativas para el filtrado de la solución.

La figura 2 amplía el proceso de recuperación mejorado mostrado en la figura 1 mostrando la adición de otra etapa de lixiviación con ácido nítrico presurizada 112, en el cual los sólidos de óxido férrico de la primera etapa de lixiviación con ácido nítrico presurizada son puestos en contacta con ácido nítrico adicional y sometidos a presiones elevadas, generalmente con la adición de calor. En la etapa de lixiviación adicional 112, el ácido nítrico puede ser adicionado al precipitado de óxido férrico ya sea a presión elevada o a presión ambiente y posteriormente reaccionado bajo presión. La etapa de lixiviación con ácido nítrico adicional 112 generalmente se efectúa de forma similar a la etapa de lixiviación con ácido nítrico inicial 108 descrita anteriormente. Generalmente, se realiza la lixiviación con ácido nítrico presurizada en presencia de ácido nítrico libre. Los niveles de ácido nítrico libre pueden ser comparables a aquellos descritos anteriormente para la etapa de lixiviación 108. Dado que los productos ya han sido purificados, cantidades inferiores de ácido pueden ser necesarias para la lixiviación presurizada 112. Se pueden disolver ferritas adicionales en esta segunda lixiviación, lo que produce un producto de óxido férrico más puro. Cualquier gas de NO_x producido en esta etapa puede ser reciclado de acuerdo a la recuperación de ácido nítrico.

192
192

Una vez ha transcurrido suficiente tiempo, los materiales de la segunda lixiviación a presión son sometidos a filtración 114. También se pueden lavar los sólidos con diferentes cantidades de agua, tal como se describió anteriormente con respecto al paso de filtración 110. Los sólidos/precipitado de la filtración son óxido férrico purificado. El filtrado de esta segunda lixiviación puede ser combinado o no con el filtrado de una etapa anterior de lixiviación y los filtrados individuales o combinados pueden ser reutilizados, opcionalmente con la adición de más ácido nítrico, en otra etapa de lixiviación o procesados adicionalmente para la recuperación de los metales no ferrosos. Las porciones del filtrado pueden ser procesadas de manera diferente, tal como se desee. También se pueden realizar una o más etapas de lixiviación presurizada para incrementar adicionalmente la pureza del producto sólido de óxido férrico.

Usando una, dos o más etapas de lixiviación presurizada, se pueden reducir los niveles de contaminantes metálicos en el óxido férrico a valores tan bajos como se desee. Con dos etapas de procesamiento presurizado, es posible obtener óxido férrico sin la mayoría de los metales no ferrosos. Evidentemente es muy difícil separar al cromo del óxido férrico y este se coprecipita con el óxido férrico. Sin embargo los otros metales pesados por lo general son removidos en la lixiviación con ácido nítrico presurizada para purificar el óxido férrico. El óxido férrico puro (Fe_2O_3) tiene un 69.94 por ciento en peso de hierro y 30.06 por ciento en peso de oxígeno.

Las diferentes solubilidades son suficientes para que al menos cerca del 95 por ciento, en algunas modalidades al menos cerca del 97.5% y en modalidades adicionales al menos el 99% del hierro inicial en los desechos metalúrgicos alimentados a la lixiviación con ácido nítrico presurizada pueda ser recuperado como óxido férrico purificado. En general, es posible obtener un producto sólido con al menos el 70 por ciento en peso, en modalidades adicionales al menos cerca del 80 por ciento en peso de óxido férrico y en otras incorporaciones de cerca del 85 a cerca del 95 por ciento en peso de óxido férrico. En algunos materiales de óxido férrico purificados, la mayoría de las impurezas remanentes comprenden silicatos. Al mismo tiempo, es posible reducir los niveles de zinc a valores muy bajos, tales como niveles no superiores al 5% del zinc inicial. Específicamente, las concentraciones del metal zinc en los sólidos de óxido férrico pueden ser reducidas a valores no mayores al 10 por ciento en peso, en modalidades adicionales a no mas del 2 por ciento en peso. En otras modalidades a no más del 0.5 por ciento en peso y en modalidades adicionales a no más del 0.1 por ciento en peso. Un técnico normalmente versado en la materia reconocerá que rangos adicionales de composiciones dentro de los rangos explícitos están contemplados y están comprendidos dentro del alcance de la presente divulgación.

Similarmente, se puede reducir el plomo, el cadmio y el manganeso a bajas concentraciones. En particular, se pueden reducir niveles tóxicos de plomo a no más de cerca del 0.1 por ciento en peso, en otras modalidades a no más de cerca del 0.05 por ciento en peso y en modalidades adicionales a no mas del 0.04 por ciento en peso. Otros niveles de metales,

tales como arsénico, cadmio, manganeso, pueden ser reducidos de manera similar. Un técnico normalmente versado en la materia reconocerá que rangos adicionales de concentraciones están contemplados y están comprendidos dentro del alcance de la presente divulgación. Dado que las concentraciones de metales pesados pueden ser reducidas significativamente en los sólidos de óxido férrico purificados, existen muchas opciones para manipular los productos sólidos, incluyendo la eliminación de los sólidos como un desecho regular, el envío del producto de regreso a la operación de producción de acero o el usar el producto para usos de mayor valor, tales como pigmentos. Para usar como pigmentos, los óxidos férricos purificados pueden ser incorporados, por ejemplo, dentro de una composición de revestimiento mediante la combinación del óxido férrico con un vehículo líquido adecuado. Alternativa o adicionalmente, se puede combinar el óxido férrico purificado con una composición de moldeo para ser moldeado en un objeto sólido que incorpore al óxido férrico como pigmento. La composición de moldeo puede comprender, por ejemplo, un polímero o un concreto. La formación del objeto sólido puede estar basada en cualquiera de una variedad de métodos, incluyendo por ejemplo, cualquiera de los métodos de moldeo, métodos de extrusión y similares.

Un resultado significativo del proceso es que el polvo del producto deja de ser clasificado como desecho tóxico según las normas actuales de la Agencia de Protección Ambiental (EPA) de conformidad con los límites para desperdicios metálicos según sus características de toxicidad, de acuerdo con el procedimiento para determinar la característica de toxicidad por lixiviación (TCLP) para rellenos o vertederos de conformidad con las disposiciones del artículo 261.24 del título 40 del Código de Regulaciones Federales (Características de Toxicidad), incorporados a la presente por referencia. En particular, se ha demostrado que se pueden remover suficientes cantidades de metales pesados con una sola lixiviación presurizada con ácido nítrico, como se describe en la presente, que los sólidos resultantes dejan de ser desechos tóxicos de acuerdo con las normas de desechos sólidos de la EPA de 2004, las cuales se incorporan a la presente aquí por referencia. Específicamente, se remueven suficientes cantidades de arsénico, bario, cromo, mercurio, níquel y plomo. La capacidad de tratar el polvo para formar un sólido que no es un desecho peligroso es un resultado importante del proceso. Obviamente, con un procesamiento adecuado, los procesos descritos en la presente pueden mejorar aún más la pureza del óxido férrico resultante, no solo para obtener un material que no es un desecho peligroso, sino que es adecuado para usos deseados como pigmentos. En particular se pueden producir óxidos férricos cristalinos a partir de los procesos descritos en la presente, los cuales tienen características deseables para una variedad de usos, tales como pigmentos, que se benefician adicionalmente de la cristalinidad del óxido férrico purificado. La cristalinidad significativa puede ser verificada usando análisis por difracción de rayos X de los materiales producidos.

El filtrado, luego de la remoción del óxido férrico, comprende ácido nítrico y compuestos metálicos no ferrosos disueltos, aunque algo de hierro residual permanece en solución, la cual es una cantidad no despreciable aún si es una pequeña fracción del hierro original en el polvo.

Generalmente, una fracción significativa del metal remanente es zinc. Los metales remanentes pueden ser recuperados para producir materiales útiles.

Se pueden recuperar otros metales adicionales a partir de la solución de filtrado de nitrato de metal. En un recorrido, el filtrado, F, de la recuperación del hierro es evaporado 140, generalmente mediante la aplicación de calor, para concentrar la solución. Generalmente, la mayoría de los metales distintos al zinc se precipitan antes que el nitrato de zinc. Por consiguiente, el concentrado puede ser recogido y usado para procesamiento adicional para recuperar otros metales. Alternativa o adicionalmente, la solución puede ser evaporada hasta secarse y descompuesta para producir óxidos de metales, oxígeno y gas de óxido de nitrógeno (NO_x) los cuales se pueden recuperar y adicionar al agua para formar ácido nítrico. Los óxidos metálicos pueden ser procesados adicionalmente para recuperar los metales deseados. Los métodos para la recuperación de los metales no ferrosos son descritos con más detalle en la Patente 5,912,402 de los Estados Unidos, a nombre de Drinkkard, Jr et al, titulada "Proceso de Reciclado de Polvo Metalúrgico" incorporada a la presente por referencia.

APARATO

En general es posible realizar las diferentes etapas del proceso de recuperación de metal con tanques y reactores disponibles en el comercio. Las etapas de lixiviación a presión con ácido nítrico combinan distintos reactantes y equipos para realizar la purificación de óxido férrico. Una modalidad de un aparato para realizar la lixiviación a presión con ácido nítrico para el tratamiento de polvo metalúrgico puede comprender polvo metalúrgico y solución acuosa de ácido nítrico en un tanque de reacción sellado capaz de soportar las presiones alcanzadas durante el proceso. Los tanques usados en algunas de las otras etapas de recuperación no necesariamente tienen que ser tanques a presión.

El polvo metalúrgico puede ser suministrado por un horno de arco eléctrico (EAF), por un horno básico de oxigeno (BOF) o por otros procesos que producen polvo metalúrgico de desecho. El agua usada en el aparato para lavar el polvo metalúrgico puede ser agua del acueducto, agua desionizada, agua con otros procesos o una combinación de ellas.

Haciendo referencia a la figura 3, un diagrama esquemático muestra un reactor adecuado para realizar la lixiviación a presión con ácido nítrico. El sistema de reacción 200 comprende un tanque /reactor a presión 202, una pasta o pulpa 204 de solución acuosa de ácido nítrico y polvo metalúrgico, un elemento de calentamiento 206 y un rodete 208 para agitar la pulpa/mezcla de reacción. Se pueden adaptar sistemas de reacción adecuados a partir de reactores comerciales o se pueden construir a partir de materiales disponibles. Los reactores adecuados incluyen, por ejemplo, reactores a presión comercializados por Parr Instrument Co., de Moline IL.

La solución de ácido nítrico puede ser proveída por una fuente de ácido nítrico, la cual puede ser proporcionada por proveedores comerciales, por el sistema de reciclaje de ácido

nítrico, el cual recupera gases de óxido de nitrógeno que se hidratan para formar ácido nítrico, por soluciones de filtrado provenientes de una etapa de lixiviación que tiene ácido nítrico libre o combinaciones de los anteriores.

PROCESO DE PRECIPITACIÓN SEMBRADA

En una modalidad del proceso de precipitación sembrado, ilustrada en la Figura 7, el hierro es disuelto en ácido para formar una solución de sal de hierro en la etapa de lixiviación con ácido. Los ácidos adecuados incluyen ácido nítrico, ácido sulfúrico y ácido clorhídrico. El hierro puede ser solubilizado y precipitado a partir de sales de sulfato férrico o soluciones de cloruro de hierro. Consultar por ejemplo, "Formation of Pure Hematite by Hydrolysis of Iron (III) Salt Solutions under Hydrothermal Conditions", B Voight and Gobler en, Crystal Research Technology, vol 21, 1986, pp 1177-1183. Los sólidos de siembra son adicionados en la etapa de precipitación de hierro a presión y la mezcla se somete a temperaturas y presiones elevadas por un tiempo suficiente para obtener precipitados de un tamaño de partícula seleccionado.

En otra modalidad, los sólidos de hierro, tales como magnetita, son combinados con un ácido, por ejemplo ácido nítrico y lixiviados en reactores agitados para solubilizar el hierro y formar una solución de sal de hierro (400). La disposición exacta de la etapa de lixiviación dependerá de las características de los sólidos de hierro que son usados. La lixiviación puede ser realizada en una sola etapa o en múltiples etapas arregladas en "serie" o en "paralelo". El reciclaje de los sólidos parcialmente lixiviados de la corriente de productos de la etapa de lixiviación hacia el extremo de alimentación de la etapa de lixiviación puede ser de utilidad para incrementar la solubilización de hierro.

En varias modalidades, se dispone el uso de magnetita como el sólido de siembra de hierro en combinación con la solución de alimentación para la lixiviación con ácido. La lixiviación con ácido también puede ser realizada usando otros sólidos de siembra que contengan hierro, los cuales pueden incluir chatarra de hierro y otros materiales, tales como desechos metalúrgicos o concentrados de mina. Por ejemplo, soluciones de desecho del decapado de los productos de acero. Opcionalmente se pueden usar también soluciones de sales de hierro de nitratos, sulfatos y cloruros. Dependiendo de los sólidos de siembra utilizados, la disposición exacta del circuito de lixiviación puede ser modificada correspondientemente.

Los sólidos de siembre pueden contener una cierta parte de material insoluble. Después de la lixiviación con ácido (400), las soluciones de sal de hierro pueden ser sometidas a una etapa de separación de líquidos/sólidos. Esta se puede realizar usando numerosas técnicas convencionales que incluyen filtración (en vacío y a presión), sedimentación o combinación de ambas técnicas. Todos los sólidos insolubles pueden ser procesados en una etapa de desnitrificación a alta temperatura (401) para remover la humedad residual y los nitratos. Las temperaturas requeridas para la desnitrificación dependerán del nivel de nitratos residuales que sean aceptables y varían en general de cerca de 400°C hasta cerca de 700°C. La humedad y

196

los gases de nitrato removidos durante la etapa (401) pueden ser recuperados para reutilización usando condensación convencional y tecnologías de depuración.

Las soluciones de sales de hierro de la etapa de lixiviación (400) pueden ser utilizadas posteriormente como la solución de alimentación para la etapa de precipitación a presión del hierro (402). Con anterioridad a la precipitación, los sólidos de siembre de óxido de hierro pueden ser combinados con la solución de alimentación de sal de hierro, en un tanque de mezclado, para formar una lechada de alimentación de solución/sólidos de siembra. La cantidad de sólido de siembra utilizada y/o la relación de siembra puede ser ajustada con el fin de controlar el tamaño de partícula de los óxidos de hierro precipitados en la lechada de producto. La relación de siembra se refiere a la relación del peso del sólido de siembra al peso del precipitado de óxido de hierro que se esperaría obtener de una reacción de precipitación a presión no sembrada bajo condiciones de precipitación seleccionadas con una solución de alimentación conocida. La relación de siembra se calcula con base en el peso de producto precipitado a partir de una reacción de precipitación a presión no sembrada de prueba. Por ejemplo, se realizaría una reacción de precipitación a presión no sembrada usando un volumen conocido de solución de alimentación que tiene una concentración conocida de hierro disuelto, a una temperatura y presión dadas y se pesaría el precipitado de óxido férrico resultante de la reacción para determinar la eficiencia de la precipitación, es decir, la proporción de hierro disuelto que se precipita bajo estas condiciones seleccionadas sin siembra. Con base en el peso de los productos, se puede seleccionar una relación de siembra para posteriores reacciones de precipitación a presión sembradas. La relación de siembra puede variar, por ejemplo, de cerca del 20% a cerca del 2000% de los nuevos óxidos de hierro que serán precipitados. En otra modalidad, el proceso de precipitación sembrado puede ser realizado usando una relación de siembra de cerca del 50% a cerca del 500%. De manera alternativa, todo o una porción del material de siembra puede ser inyectado directamente dentro del reactor de precipitación a presión durante el proceso de precipitación. En otra modalidad, los sólidos de siembra pueden ser molidos a tamaño pigmento de aproximadamente menos de, o igual a, 2 micrones, antes de ser adicionados a la etapa de precipitación a presión para mejorar el control del tamaño de partícula del producto precipitado.

En modalidades alternativas, el proceso de precipitación sembrado puede ser realizado usando una relación de siembra en el rango escogido desde cualquier valor mínimo de cerca de 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180, 190, 200, 210, 220, 230, 240, 250, 260, 270, 280, 290, 300, 310, 320, 330, 340, 350, 360, 370, 380, 390, 400, 410, 420, 430, 440, 450, 460, 470, 480, 490, 500, 510, 520, 530, 540, 550, 560, 570, 580, 590, 600, 610, 620, 630, 640, 650, 660, 670, 680, 690, 700, 710, 720, 730, 740, 750, 760, 770, 780, 790, 800, 810, 820, 830, 840, 850, 860, 870, 880, 890, 900, 910, 920, 930, 940, 950, 960, 970, 980, 990, o 1000% hasta cualquier valor máximo de 1000, 1100, 1200, 1300, 1400, 1500, 1600, 1700, 1800, 1900, o 2000%.

En varias modalidades, la etapa de precipitación de hierro a presión (402) puede ser realizada ya sea por lotes o de manera continua. En varias modalidades se utiliza un reactor de precipitación a presión con agitación para mantener los sólidos de siembra en suspensión durante el proceso de precipitación. En otras modalidades, en las que se emplea un proceso de precipitación de operación continua, se puede construir el reactor con vertederos internos para dividir el tanque en un número de compartimentos en serie, en donde cada compartimiento es agitado individualmente. De forma alternativa, se puede disponer en serie un número cualquiera de tanques agitados individualmente. Un técnico versado en la materia apreciará que otros arreglos de reactores también están contemplados para lograr el proceso de precipitación continua.

En varias modalidades, la lechada de sólido de siembra/solución de alimentación de sales de hierro puede ser calentada antes de que entre al reactor de precipitación y/o mientras suceden las precipitaciones. El calentamiento puede ser realizado ya sea directa o indirectamente. En algunas modalidades, el calor puede ser recuperado de la lechada del producto de precipitación (402) y empleado para calentar la siguiente lechada de semilla/alimentación. El grado de precipitación del hierro puede depender de la temperatura utilizada durante la precipitación y de la concentración de hierro y ácido libre en la lechada de alimentación. A medida que se incrementan la concentración de hierro disuelto y el ácido libre, también aumenta la temperatura requerida para obtener el mismo nivel de precipitación. En una modalidad, las consideraciones económicas del diseño de tanques de proceso convencionales dictan temperaturas de cerca de 100°C a cerca de 300°C en donde la lechada de siembra/alimentación contiene desde cerca de 5g/l de hierro disuelto hasta el inicio de la cristalización de la sal férrica. También se puede usar en otras modalidades una cantidad similar de ácido libre. Estas condiciones requerirán presiones superiores a la presión atmosférica hasta cerca de 8963.18 KPa (1300 psig). Otros diseños de tanques de reacción pueden permitir concentraciones más altas de hierro y ácido libre y por consiguiente el uso de temperaturas más altas. En general, el proceso de siembra es una reacción rápida. Las reacciones de precipitación se completan muy rápidamente, en algunos casos requiriendo tiempos de retención de menos de 1 hora. Las temperaturas de precipitación más altas pueden reducir los tiempos de precipitación en algunas modalidades. En distintas modalidades el proceso de precipitación sembrada puede tener tiempos de retención de entre cerca a un minuto a cerca de seis horas. En varias modalidades, el proceso de precipitación sembrada puede tener tiempos de retención de entre cerca de treinta minutos a cerca de una hora.

En modalidades alternativas, el proceso de precipitación sembrada puede tener tiempos de retención seleccionados de entre cualquier valor mínimo de cerca de 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, o 30 minutos hasta cualquier valor máximo de tiempo de cerca de 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180, 190, 200, 210, 220, 230, 240, 250, 260, 270, 280, 290, 300, 310, 320, 330, 340, 350, o 360 minutos.

LAB 198

En varias modalidades, el proceso de precipitación sembrada puede utilizar temperaturas desde cerca de 100ºC a cerca de 300ºC. En otras modalidades, temperaturas desde cerca de 175ºC a cerca de 250ºC pueden ser usadas. En otras modalidades, temperaturas más bajas desde cerca de 130ºC a cerca de 175ºC pueden ser utilizadas, especialmente si se usan soluciones con concentraciones de hierro más bajas. En modalidades alternativas, el proceso de precipitación sembrada puede ser realizado a una temperatura, o un rango de temperaturas seleccionado de entre cualquier valor mínimo de cerca de 100, 105, 110, 115, 120, 125, 130, 135, 140, 145, 150, 155, 160, 165, 170, o 175°C hasta cualquier valor máximo de cerca de 175, 180, 185, 190, 195, 200, 205, 210, 215, 220, 225, 230, 235, 240, 245, 250, 255, 260, 265, 270, 275, 280, 285, 290, 295, o 300°C. En varias modalidades, las presiones asociadas con los rangos de temperatura desde 175ºC hasta 250ºC van de cerca de 689.47 KPa (100 psig) a cerca de 4136.85 (600 psig).

En modalidades alternativas, el proceso de precipitación sembrada puede ser realizado a presión, o dentro de un rango de presión seleccionado de entre cualquier valor mínimo de cerca de 34.47 KPa (5 psig), 68.95 KPa (10 psig), 103.42 KPa (15 psig), 137.89 KPa (20 psig), 172.37 KPa (25 psig), 206.84 KPa (30 psig), 241.31 KPa (35 psig), 275.79 KPa (40 psig), 310.26 KPa (45 psig), 344.74 KPa (50 psig), 379.21 KPa (55 psig), 413.68 KPa (60 psig), 448.16 KPa (65 psig), 482.63 KPa (70 psig), 517.11 KPa (75 psig), 551.58 KPa (80 psig), 586.05 KPa (85 psig), 620.53 KPa (90 psig), 655.002 KPa (95 psig), 689.47 KPa (100 psig), 723.95 KPa (105 psig), 758.42 KPa (110 psig), 792.90 KPa (115 psig), 827.37 KPa (120 psig), 861.84 KPa (125 psig), 896.32 KPa (130 psig), 930.79 KPa (135 psig), 965.26 KPa (140 psig), 999.74 KPa (145 psig), 1034.21 KPa (150 psig), 1068.69 KPa (155 psig), 1103.16 KPa (160 psig), 1137.63 KPa (165 psig), 1172.11 KPa (170 psig), 1206.58 KPa (175 psig), 1241.05 KPa (180 psig), 1275.53 KPa (185 psig), 1310.00 KPa (190 psig), 1344.48 KPa (195 psig), 1378.95 KPa (200 psig), 1413.42 KPa (205 psig), 1447.90 KPa (210 psig), 1482.37 KPa (215 psig), 1516.85 KPa (220 psig), 1551.32 KPa (225 psig), 1585.79 KPa (230 psig), 1620.27 KPa (235 psig), 1654.74 KPa (240 psig), 1689.21 KPa (245 psig), 1723.69 KPa (250 psig), 1758.16 KPa (255 psig), 1792.64 KPa (260 psig), 1827.11 KPa (265 psig), 1861.58 KPa (270 psig), 1896.06 KPa (275 psig), 1930.53 KPa (280 psig), 1965.01 KPa (285 psig), 1999.48 KPa (290 psig), 2033.95 KPa (295 psig), 2068.43 KPa (300 psig), hasta cualquier valor máximo de cerca de 2068.43 KPa (300 psig), 2102.90 KPa (305 psig), 2137.37 KPa (310 psig), 2171.85 KPa (315 psig), 2206.32 KPa (320 psig), 2240.80 KPa (325 psig), 2275.27 KPa (330 psig), 2309.74 KPa (335 psig), 2344.22 KPa (340 psig), 2378.69 KPa (345 psig), 2413.16 KPa (350 psig), 2447.64 KPa (355 psig), 2482.11 KPa (360 psig), 2516.58 KPa (365 psig), 2551.06 KPa (370 psig), 2585.53 KPa (375 psig), 2620.01 KPa (380 psig), 2654.48 KPa (385 psig), 2688.95 KPa (390 psig), 2723.43 KPa (395 psig), 2757.90 KPa (400 psig), 2792.37 KPa (405 psig), 2826.85 KPa (410 psig), 2861.32 KPa (415 psig), 2895.80 KPa (420 psig), 2930.27 KPa (425 psig), 2964.74 KPa (430 psig), 2999.22 KPa (435 psig), 3033.69 KPa (440 psig), 3068.16 KPa (445 psig), 3102.64 KPa (450 psig) 3137.11 KPa (455 psig), 3171.59 KPa (460 psig), 3206.06 KPa (465 psig), 3240.53 KPa (470 psig), 3275.01 KPa (475 psig), 3309.48 KPa (480 psig), 3343.96 KPa (485 psig), 3378.43 KPa (490 psig), 3412.90 KPa (495 psig), 3447.38 KPa (500 psig),

3481.85 KPa (505 psig), 3516.33 KPa (510 psig), 3550.80 KPa (515 psig), 3585.27 KPa (520 psig), 3619.75 KPa (525 psig), 3654.22 KPa (530 psig), 3688.69 KPa (535 psig), 3723.17 KPa (540 psig), 3757.64 KPa (545 psig), 3792.17 KPa (550 psig), 3826.59 KPa (555 psig), 3861.06 KPa (560 psig), 3895.54 KPa (565 psig), 3930.01 KPa (570 psig), 3964.48 KPa (575 psig), 3998.96 KPa (580 psig), 4033.43 KPa (585 psig), 4067.91 KPa (590 psig), 4102.38 KPa (595 psig), 4136.85 KPa (600 psig), 4171.33 KPa (605 psig), 4205.80 KPa (610 psig) 4240.27 KPa (615 psig), 4274.75 KPa (620 psig), 4309.22 KPa (625 psig), 4343.70 KPa (630 psig), 4378.17 KPa (635 psig), 4412.64 KPa (640 psig), 4447.19 KPa (645 psig), 4481.60 KPa (650 psig), 516.06 KPa (655 psig), 4550.54 KPa (660 psig), 4585.01 KPa (665 psig), 4619.49 KPa (670 psig), 4653.96 KPa (675 psig), 4688.43 KPa (680 psig), 4722.91 KPa (685 psig), 4757.38 KPa (690 psig), 4791.86 KPa (695 psig), 4826.33 KPa (700 psig), 4860.80 KPa (705 psig), 4895.28 KPa (710 psig), 4929.75 KPa (715 psig), 4964.22 KPa (720 psig), 4998.70 KPa (725 psig), 5033.17 KPa (730 psig), 5067.65 KPa (735 psig), 5102.12 KPa (740 psig), 5136.60 KPa (745 psig), 5171.07 KPa (750 psig), 5205.54 KPa (755 psig), 5240.01 KPa (760 psig), 5274.49 KPa (765 psig), 5308.96 KPa (770 psig), 5343.44 KPa (775 psig), 5377.91 KPa (780 psig), 5412.38 KPa (785 psig), 5446.86 KPa (790 psig), 5481.33 KPa (795 psig), 5515.81 KPa (800 psig), 5550.28 KPa (805 psig), 5584.75 KPa (810 psig) 5619.23 KPa (815 psig), 5653.70 KPa (820 psig), 5688.17 KPa (825 psig), 5722.65 KPa (830 psig), 5757.12 KPa (835 psig), 5791.60 KPa (840 psig), 5826.07 KPa (845 psig), 5860.54 KPa (850 psig), 5895.02 KPa (855 psig), 5929.49 KPa (860 psig), 5963.96 KPa (865 psig), 5998.44 KPa (870 psig), 6032.91 KPa (875 psig), 6067.39 KPa (880 psig), 6101.86 KPa (885 psig), 6136.33 KPa (890 psig), 6170.81 KPa (895 psig), 6205.28 KPa (900 psig), 6239.75 KPa (905 psig), 6274.23 KPa (910 psig), 6308.70 KPa (915 psig), 6343.17 KPa (920 psig), 6377.65 KPa (925 psig), 6412.12 KPa (930 psig), 6446.60 KPa (935 psig), 6481.07 KPa (940 psig), 6515.54 KPa (945 psig), 6550.02 KPa (950 psig), 6584.49 KPa (955 psig), 6618.97 KPa (960 psig), 6653.44 KPa (965 psig), 6687.91 KPa (970 psig), 6722.39 KPa (975 psig), 6756.86 KPa (980 psig), 6791.33 KPa (985 psig), 6825.81 KPa (990 psig), 6860.28 KPa (995 psig), 6894.76 KPa (1000 psig), 6929.23 KPa (1005 psig), 6963.70 KPa (1010 psig), 6998.18 KPa (1015 psig), 7032.65 KPa (1020 psig), 7067.13 KPa (1025 psig), 7101.60 KPa (1030 psig), 7136.07 KPa (1035 psig), 7170.55 KPa (1040 psig), 7205.02 KPa (1045 psig), 7239.50 KPa (1050 psig), 7273.97 KPa (1055 psig), 7308.44 KPa (1060 psig), 7342.92 KPa (1065 psig), 7377.39 KPa (1070 psig), 7411.86 KPa (1075 psig), 7446.34 KPa (1080 psig), 7480.81 KPa (1085 psig), 7515.28 KPa (1090 psig), 7549.76 KPa (1095 psig), 7584.23 KPa (1100 psig), 7618.71 KPa (1105 psig), 7653.18 KPa (1110 psig), 7687.65 KPa (1115 psig), 7722.13 KPa (1120 psig), 7756.60 KPa (1125 psig), 7791.07 KPa (1130 psig), 7825.55 KPa (1135 psig), 7860.02 KPa (1140 psig), 7894.50 KPa (1145 psig), 7928.97 KPa (1150 psig), 7963.44 KPa (1155 psig), 7997.92 KPa (1160 psig), 8032.39 KPa (1165 psig), 8066.86 KPa (1170 psig), 8101.34 KPa (1175 psig), 8135.81 KPa (1180 psig), 8170.29 KPa (1185 psig), 8204.76 KPa (1190 psig), 8239.23 KPa (1195 psig), 8273.71 KPa (1200 psig), 8308.18 KPa (1205 psig), 8342.65 KPa (1210 psig), 8377.13 KPa (1215 psig), 8411.60 KPa (1220 psig), 8446.08 KPa (1225 psig), 8480.55 KPa (1230 psig), 8515.02 KPa (1235 psig), 8549.50 KPa (1240 psig), 8583.97 KPa (1245 psig), 8618.45 KPa (1250 psig), 8652.92 KPa (1255 psig), 8687.39 KPa (1260 psig), 8721.87 KPa (1265 psig), 8756.34 KPa

(1270 psig), 8790.81 KPa (1275 psig), 8825.29 KPa (1280 psig), 8859.76 KPa (1285 psig), 8894.24 KPa (1290 psig), 8928.71 KPa (1295 psig), 8963.18 KPa (1300 psig).

En otras modalidades las temperaturas pueden ser moduladas para controlar el tamaño de partícula y la apariencia. Por ejemplo, las temperaturas más altas generalmente producen partículas más grandes con texturas superficiales más suaves, mientras que temperaturas más bajas pueden producir partículas con superficies más ásperas. En algunas modalidades, las temperaturas más bajas a una relación de siembra dada pueden producir partículas más pequeñas que las correspondientes a altas temperaturas.

En varias modalidades, después de la etapa de precipitación a presión (402), la lechada de producto puede ser descargada del reactor, en donde puede ser enfriada y regresada a presión atmosférica. El enfriamiento se puede efectuar a través de medios indirectos, inyección directa o expansión instantánea del vapor a medida que la presión se libera. La corriente de lechada de producto puede ser sometida posteriormente a un proceso de separación sólido/líquido, lo anterior puede ser realizado usando una cantidad de técnicas convencionales entre las que se incluyen filtración (a vacío y a presión), sedimentación o combinación de ambas técnicas. En otra modalidad, una porción de los sólidos precipitados puede ser desviada y reciclada como sólidos de siembra para la precipitación a presión. En otra modalidad, los sólidos del producto final pueden ser desnitrificados/calcinados (403) para remover cualquier agua residual y nitratos. Las temperaturas requeridas para la desnitrificación dependerán de los niveles de nitratos residuales que sean aceptables. Las temperaturas de desnitrificación/calcinación pueden en general exceder desde cerca de los 400ºC hasta cerca de los 700ºC. La humedad y los gases de nitratos removidos durante esta etapa (403) pueden ser recuperados para reutilización usando condensación convencional y tecnologías de depuración. En otras modalidades, los sólidos secos pueden ser procesados posteriormente de manera convencional como materiales de pigmento.

Durante el proceso de precipitación a presión, el hierro en solución puede ser hidrolizado para formar sólidos de óxido férrico. En una modalidad, el componente de ácido de las especies puede ser recuperado o regenerado en la solución, por ejemplo, en forma de ácido nítrico. Después de la separación líquido/sólido, la mayor parte de esta solución puede ser reciclada hasta la etapa de lixiviación con ácido (400) con el fin de producir una nueva solución de nitrato férrico para la producción de más pigmentos. En algunas modalidades, la corriente de purga puede ser utilizada para remover una porción de la solución de ácido regenerado. El objeto de esta purga es mantener niveles aceptables de otras impurezas no ferrosas menores que pueden ser solubilizadas en la etapa de lixiviación con ácido (400). La relación de volumen de purga a volumen de solución reciclada puede depender de las cantidades de estas impurezas en la solución. Las impurezas dependen de la fuente de material de alimentación de hierro que este siendo utilizada y típicamente puede incluir elementos tales como manganeso, aluminio, calcio, magnesio, sodio, etc.

En varias modalidades existen distintos procesos potenciales de tratamiento disponibles para la corriente de purga de solución de nitrato. En una modalidad, la corriente puede ser sometida a un proceso de destilación (404) para concentrar el ácido y los nitratos de metal solubles mediante la remoción de una corriente de cabeza de vapor de agua/nitratos débiles. Los fondos de destilación pueden ser sometidos posteriormente a un proceso de secado por pulverización directa (405), el cual evapora la mayor parte del ácido nítrico y del agua, dejando un producto sólido de óxidos metálicos con algunos nitratos residuales y humedad. Los vapores de cabeza del secado por pulverización pueden ser tratados a través de condensación y purificadores para recuperar el ácido nítrico, el cual puede ser reciclado posteriormente hasta la etapa de lixiviación con ácido (400) del proceso. En otra modalidad, los sólidos del proceso de secado por pulverización pueden recibir tratamiento adicional para remover nitratos/humedad residual mediante desnitrificación (401).

De forma alternativa en otra modalidad, la corriente de purgado de nitrato puede ser tratada a través de precipitación alcalina (es decir cal) para precipitar la mayoría de las impurezas metálicas (406). La lechada de la precipitación puede ser procesada por medio de separación sólido/líquido para remover los sólidos precipitados que pueden ser sometidos posteriormente a una etapa de desnitrificación (401) para eliminar nitratos y humedad residuales. La solución (filtrado) de la separación sólido/líquido puede ser concentrada por medio de evaporación (407) para producir una solución de nitrato de calcio de calidad comercial que puede ser comercializada. Dependiendo de la escogencia del alcalino para la precipitación, se pueden preparar diferentes soluciones de producto. La selección de la solución de procesamiento para la solución de purga de nitrato dependerá de distintos parámetros específicos del proyecto. El objeto de los tratamientos es recuperar el valor de los nitratos contenidos y producir productos que tengan valor económico.

En varias modalidades, tanto la relación de siembra como la temperatura pueden ser modificadas para ajustarlas a las características de las partículas obtenidas por precipitación. Las modificaciones en la relación de siembra y en la temperatura resultan en la producción de una amplia variedad de colores y tamaños de pigmentos. Por ejemplo, se pueden obtener desde tonos rojos que van desde rojos "tono amarillo" (partículas finas) a rojos "tono azul" (partículas más gruesas). El proceso de precipitación sembrada permite controlar el tamaño y color de los precipitados directamente durante la formación de las partículas. En otra modalidad, en el evento de que se requieran modificaciones adicionales, los precipitados pueden ser procesados de forma convencional por calcinación y/o molienda posterior.

En varias modalidades, los precipitados obtenidos por los procesos de precipitación sembrada tienen diámetros promedio de partícula desde cerca de 0.1 micrones a cerca de 10 micrones. En varias modalidades, los precipitados obtenidos por el proceso de precipitación sembrada tienen diámetros de partículas con un tamaño de cerca de 0.15 micrones hasta cerca de 2.5 micrones. En modalidades alternativas, los diámetros promedios de las partículas (d_{50}) de los precipitados de óxido férrico obtenidos por el proceso de precipitación sembrada son

seleccionados de entre cualquier valor mínimo de cerca de 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1.0, 1.1, 1.2, 1.3, 1.4, 1.5, 1.6, 1.7, 1.8, 1.9, 2.0, 2.1, 2.2, 2.3, 2.4, o 2.5 micrones, hasta cualquier valor máximo superior de cerca de 2.5, 2.6, 2.7, 2.8, 2.9, 3.0, 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5, 3.6, 3.7, 3.8, 3.9, 4.0, 4.5, 5.0, 5.5, 6.0, 6.5, 7.0, 7.5, 8.0, 8.5, 9.0, 9.5, o 10 micrones.

En varias modalidades, para obtener una solución salina de hierro disuelto, se puede disolver magnetita en ácido nítrico. En otra modalidad, sólidos de hierro tales como hematita o decapados de desecho de productos de acero pueden ser usado con el proceso reivindicado. En otra modalidad se pueden usar sales que no sean nitratos férricos, por ejemplo también se pueden usar sulfatos y cloruros.

En otra modalidad, la concentración de hierro disuelto en la solución salina puede variar de cerca de 5 g/L hasta el comienzo de la cristalización de la sal férrica. En otra modalidad, la concentración de hierro disuelto en la solución salina puede variar de cerca de 10 g/L a cerca de 100 g/L. En otra modalidad, la concentración de hierro disuelto en la solución salina puede variar de cerca de 30 g/L a cerca de 60 g/L. En modalidades alternativas, la concentración de hierro disuelto se selecciona de entre cualquier valor mínimo desde cerca de 5, 10 15, 20, o 30 g/L, hasta cualquier valor máximo de cerca de 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 g/L o hasta el comienzo de la cristalización.

En una modalidad, la concentración de ácido libre en la solución salina de hierro puede variar de 0 hasta cerca de 150 g/L. En una modalidad, la concentración de ácido libre en la solución salina de hierro puede variar de cerca de 30 hasta cerca de 70 g/L. Un técnico versado en la materia apreciará que se pueden emplear concentraciones de ácido libre más altas pero estas requerirán tanques de reacción especiales capaces de tolerar presiones más altas. En modalidades alternativas, la concentración de ácido libre se selecciona de entre cualquier valor mínimo de cerca de 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, o 75 g/L, hasta cualquier valor máximo de cerca de 75, 80, 85, 90, 95, 100, 105, 110, 115, 120, 125, 130, 135, 140, 145, o 150 g/L.

El material de siembra adecuado puede ser cualquier material que permita la recuperación de precipitados que tengan las características deseadas. En una modalidad, se pueden usar los pigmentos de óxido de hierro Bayferrox™ 105M o 103M (Lanxess) disponibles en el comercio. En varias modalidades, el material de siembra puede ser reciclado dentro del proceso y por consiguiente no se requerirá material adquirido externamente. Este material de semilla será desviado de la corriente de producto desde la etapa de precipitación a presión (402) y será reciclado según se requiera. La semilla reciclada puede ser sometida a molienda con el fin de mejorar aún más las características deseadas del producto precipitado. En general, la relación de siembra se refiere a la cantidad de sólidos de siembra versus la cantidad de nuevos precipitados de óxido de hierro. En varias modalidades, este proceso utiliza relaciones de siembra desde cerca del 20% a cerca del 2000%.

202
203

Este rango de tamaño es característico de óxidos de hierro con calidad de pigmento. En varias modalidades del proceso, a medida que se ajustan la relación de siembra y la temperatura, el tamaño de partícula puede ser modulado. A medida que el tamaño de partícula se incrementa, el tono de color de los precipitados gradualmente cambia de un suave rojo "tono amarillo" a un intenso rojo "tono azul". El tamaño de partícula seleccionado es cualquiera que sea deseable. En algunas modalidades el tamaño de partícula seleccionado puede ser más fino y se podrá usar una relación de siembra alta o alternativamente una temperatura más baja en el proceso. Si se desean partículas más gruesas, se puede usar una relación de siembra más baja, o alternativamente una temperatura más alta en el proceso.

En varias modalidades, los precipitados de óxido férrico obtenidos del proceso de precipitación sembrada tienen un L* de cerca de 40 a cerca de 60. En varias modalidades, los precipitados de óxido férrico obtenidos a partir del proceso de precipitación sembrada tienen una L* de cerca de 49 a cerca de 55. En modalidades alternativas los precipitados de óxido férrico pueden tener un L* seleccionado de entre cualquier valor mínimo de cerca de 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49 o 50, hasta cualquier valor máximo de cerca de 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59 o 60. En varias modalidades, los precipitados de óxido férrico obtenidos a partir del proceso de precipitación sembrada tienen una a* de cerca de 10 a cerca de 40. En varias modalidades, los precipitados de óxido férrico obtenidos a partir del proceso de precipitación sembrada tienen una a* de cerca de 19 a cerca de 33. En modalidades alternativas, los precipitados de óxido férrico pueden tener una a* seleccionada de entre cualquier valor mínimo de cerca de 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24 o 25 hasta cualquier valor máximo de cerca de 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39 o 40. En varias modalidades, los precipitados de óxido férrico obtenidos a partir del proceso de precipitación sembrada tienen una b* de cerca de 5 hasta cerca de 35. En varias modalidades, los precipitados de óxido férrico obtenidos a partir del proceso de precipitación sembrada tienen una b* de cerca de 12 a cerca de 28. En modalidades alternativas los precipitados de óxido férrico pueden tener una b* seleccionada de entre cualquier valor mínimo de cerca de 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19 o 20 hasta cualquier valor máximo de cerca de 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34 o 35.

EJEMPLOS

El polvo metalúrgico usado en las siguientes pruebas fue producido como resultado de una operación de producción de acero y era un polvo de proveniente de un horno de arco eléctrico.

EJEMPLO 1- PRUEBAS DE LIXIVIACIÓN A PRESIÓN CON ÁCIDO NÍTRICO DE POLVO METALÚRGICO

Estos ejemplos demuestran la viabilidad de precipitar óxido férrico y de solubilizar otros metales a partir de una lechada de polvo metalúrgico y ácido nítrico. El procesamiento se

realiza en un tanque presurizado con la aplicación de calor bajo condiciones seleccionadas para obtener una buena separación de los sólidos de óxido férrico. Las temperaturas de lixiviación y los niveles de ácido libre en las pruebas fueron variados con el fin de explorar los resultados bajo condiciones diferentes. Estas pruebas utilizaron muestras de polvo provenientes de hornos de arco eléctrico con los siguientes componentes, determinados por análisis de elementos.

TABLA 1

Componente	Porcentaje en Peso (%)
Hierro	26.0
Zinc	27.0
Plomo	1.4
Cadmio	0.081
Manganeso	3.4
Cromo	0.25

Una cantidad de polvo proveniente de horno de arco eléctrico (240 g) fue convertida en pulpa con 400 mL de agua desionizada y mezclada con un mezclador mecánico en un tanque de reactor. El reactor era un reactor a presión Parr (Parr Instrument Co., Moline, IL) con agitación. Mientas se mezclaba, se adicionó lentamente ácido nítrico al 69% (por un lapso de 30 minutos) a la mezcla. El ácido fue adicionado para producir una relación de adición de ácido total de 1175 g de ácido al 69% por kg de polvo seco. Se dejó que la lechada se mezclara durante 60 minutos contados desde el momento de la última adición de ácido. Al final del tiempo de mezcla, se tomó y se filtró una muestra de pulpa de 25 mL del tanque de reacción. La solución de muestra (filtrado) fue recogida y enviada a análisis. La torta residual en el filtro de la muestra fue lavada con agua desionizada, secada y pesada. Se analizó la composición de la torta del filtro.

Se adicionó una cantidad adicional de ácido nítrico al 69% a la lechada de polvo premezclada antes de introducir la lechada en el tanque del reactor. El material en el reactor fue mezclado por 30 minutos adicionales y luego el tanque autoclave fue sellado.

El material en el tanque autoclave fue calentado a 180-220°C durante 3 horas, a través de calentamiento externo del tanque. La presión en el tanque fue monitoreada de tal forma que el tanque fuera ventilado si la presión se aproximaba a los 3447.38 KPa (500 psig). Muestras cinéticas, es decir, muestras intermedias, del material del autoclave fueron tomadas 1 hora y 2 horas después de que el material había alcanzado temperatura. Las muestras cinéticas de pulpa fueron filtradas y las muestras de solución de lixiviación a presión (filtrado) fueron recogidas y analizadas. Las muestras de torta residual en el filtro fueron lavadas con agua desionizada, secadas, pesadas y analizadas.

Al cabo de 3 horas, el autoclave se enfrió y la presión fue liberada. El filtrado fue recogido y analizado. La torta residual en el filtro fue lavada por desplazamiento tres veces con agua fresca. Las soluciones de lavado fueron mezcladas y analizadas. La torta residual en el filtro fue secada, pesada y analizada.

La lixiviación inicial (a presión atmosférica) y las condiciones de lixiviación a presión con ácido se resumen a continuación:

	Mezcla Inicial	Adicionado a la Mezcla Inicial para Lixiviación a Presión con Ácido	
Peso alimentado (g)	240	Agua desionizada (g)	200
Agua desionizada	400	Ácido nítrico al 69%(g) variado	
Ácido nítrico al 69%(g)	282	Densidad de la pulpa (% sólidos p/p)	15-20
Tiempo (minutos)	60	Temperatura(°C)	180-220
Densidad de la pulpa (% sólidos p/p)	26.0	Tiempo (a temperatura) (minutos)	180

La Tabla 2 proporciona condiciones de operación claves para las pruebas de lixiviación en autoclave. Para el momento que el reactor estaba a temperatura, la presión dentro del reactor generalmente variaba entre 2482.11 KPa (360 psig) y 3447.38 KPa (500 psig) cuando el reactor estaba cerca de 220°C y más de 689.47 KPa (100 psig) cuando la lixiviación fue realizada a 180°C. La Tabla 3 proporciona los resultados del análisis de las muestras tomadas durante y al final del proceso de lixiviación.

TABLA 2

	PREMEZCLA			PAL (Lixiviación a Presión con Ácido)				
Prueba No.	Nítrico al 69% (Alimentación kg/t)	Densidad de la pulpa % sólidos	Tiempo Lixiviación(h)	Nítrico al 69% (Alimentación kg/t)	Densidad de pulpa % sólidos	Temp °C	Oxígeno sobre psi	Tiempo Lixiviación(h)
PAL 1	1175	26	1	467	19.4	220	0	3
PAL 2	1175	26	1	467	19.4	180	0	3
PAL 3	1175	26	1	700	18.6	220	0	3
PAL 4	1175	26	1	933	17.8	220	0	3
PAL 5	1175	26	1	933	17.8	220	50	3
PAL 6	1175	26	1	1050	17.5	220	0	3
PAL 7	1175	26	1	1050	17.5	220	0	3

Nota: PAL 7 es una repetición de PAL 5 con una molienda más fina

TABLA 3

Resultados de pruebas

No	Tiempo de Retención (h)	Ensayos de Filtrate						Libre (g/L)	Ensayos (%)						Disolución (%)					
		Cd	Cr	Fe	Mn	Pb	Zn		Cd	Cr	Fe	Mn	Pb	Zn	Cd	Cr	Fe	Mn	Pb	Zn
PAL 1	Premezcla							4	0.0130	0.37	45	5.6	0.1	14.						
	1	220	8.7	440	760	350	5770	17	0.0030	0.50	58	0.99	0.0	3.7	98.5	1.5	0.7	87.	98.6	93.3
	2	220	1.6	86	8300	3500	61000	13	0.0021	0.40	50	0.54	0.0	2.5	98.0	0.4	0.2	93.3	98.9	95.7
	3	240	3.3	230	8500	3600	63100	13	0.0023	0.6	58	0.61	0.0	2.6	98.9	0.5	0.3	92.3	98.7	95.4
PAL 4	1	220	46	1100	8400	3800	69000	44	0.0016	0.41	45	0.26	0.036	0.83	99.1	8.0	1.9	96.1	98.8	98.5
	2	210	6.9	260	8500	3500	68000	36	0.0005	0.48	56	0.10	0.027	0.16	99.8	1.4	0.4	98.8	99.2	99.8
	3	220	6.4	500	9100	3700	72000	40	0.0005	0.58	57	0.06	0.032	020	99.7	1.1	0.8	99.3	99.0	99.7
PAL 3	1	200	47	1900	7900	3300	64000	62	0.0022	0.44	50	0.23	0.05	0.98	98.8	8.6	3.2		98.4	98.3
	2	210	24	700	8000	3300	62000	62	0.0020	0.47	53	0.12	0.05	0.70	99.0	4.6	1.2	98.	98.4	98.8
	3	220	33	1800	8600	3500	67000	63	0.0025	0.56	56	0.14	0.06	0.84	98.8	5.5	3.0	98.3	98.3	98.7
PAL 6	1	217	70	2690	8770	3470	71000	100	0.0001	0.35	53	0.14	0.029	0.42	99.5	15.9	4.6	98.3	99.1	99.4
	2	228	44	1540	9420	3660	75300	105	0.0001	0.45	55	0.08	0.013	0.06	99.5	7.8	2.4	99.	99.1	99.9
	3	210	85	3930	8460	3310	67900	91	0.0001	0.44	54	0.09	0.020	0.11	99.5	16.9	15.2		99.1	99.8
PAL 5	2	220	91	1560	9020	3500	73700	80	0.002	0.37	52	0.11	0.030	0.43	99.2	21.3	3.2	98.9	98.4	99.5
	2.5	221	57	640	8950	3500	72500	77	0.002	0,37	54	0.03	0.013	0.06	992	17.3	3.5	99.7	98.4	99.9
	3	221	72	1840	8760	3460	71600	77	0.002	0.49	48	0.11	0.050	0.67	99.9	12.2	3.5	98.7	98.2	99.0
PAL 2	Premezcla	330	210	10000	2900	5700	84000	...	0.0120	0.37	41	5.10	0.085	13.0	93.7	23.3	11.6	23.4	97.3	77.6
	1	200	250	4700	4200	3500	55000	55	0.0067	0.28	43	3.60	0.053	11.0	96.1	42.2	8.2	48.8	98.2	80.3
	2	220	290	2900	5900	4000	64000	43	0.0054	0.29	47	2.90	0.040	9.4	96.8	42.	4.4	60.2	98.7	83.5
	3	230	290	2400	8000	3900	69000	23	0.0046	0.32	51	1.40	0.045	5.9	97.5	41.1	3.6	81.3	98.5	90.0
PAL 7	Premezcla	...	...	...	...	...	...	...	0.013	0.36	41	5.	0.078	14	93.1	24.0	11.7	20.2	97.0	74.7
	1	200	87	1700	8000	3100	64000	75	0.0018	0.47	54	0.07	0.024	0.22	99.2	16.8	3.3	99.1	99.3	99.7
	2	190	76	1200	7700	3000	61000	70	0.0005	0.5	58	0.02	0.021	0.03	99.8	15.0	2:3	99.7	99.4	100.0
	3	170	60	888	7400	3000	64000	80	0.0005	0.55	59	0.02	0.021	0.04	99.8	11.7	1.8	99.7	99.4	100.0

Resumen de Resultados de PAL1 a PAL7

En general parece que la mayor temperatura y los mayores niveles de ácido libre producen una disolución más completa de los contenidos de ferrita en el polvo proveniente del horno de arco eléctrico y por consiguiente, niveles más bajos de impurezas de sólidos residuales.

La Tabla 4 resume los resultados del Procedimiento para determinar las Características de Toxicidad por Lixiviación (TCLP) para las muestras PAL1 y PAL4 y también contiene los límites de la EPA para excluir de la lista a un material producido a partir de un desecho peligroso.

TABLA 4

	As (mg/L)	Ba (mg/L)	Cr (mg/L)	Hg (mg/L)	Ni (mg/L)	Pb (mg/L)
Límite EPA (eliminación de la lista)	0.5	7.6	0.33	0.001	1.0	0.15
PAL 1	<0.05	0.10	0.10	<0.001	<0.02	0.02
PAL 4	<0.05	0.17	<0.02	<0.001	0.04	0.10

Estos resultados demuestran que la atracción de los metales no ferrosos, exceptuando el cromo, fue muy alta y generalmente alcanzó niveles de 99+. El producto final de hierro generalmente incluía el contenido de cromo del polvo inicial. Sin embargo, el uso de mayores niveles de ácido produjo en general una mayor remoción de materiales no ferrosos y un correspondiente nivel de impurezas más bajo. Un contenido de hierro cercano al 60% indica que el hierro estaba presente en forma de hematita cristalina con una cantidad (10 al 15% en peso) de insolubles de polvo (silicatos). La recuperación de hierro fue mayor al 95 por ciento en peso. Los niveles de zinc, manganeso y plomo disminuyeron al aumentar las cantidades de ácido libre. La extracción de los metales no ferrosos dentro de la solución por lo general parecía completarse al cabo de 2 a 2.5 horas.

EJEMPLO 2 – RESULTADOS DE LIXIVIACIÓN PRESURIZADA CON UNA SEGUNDA CONFIGURACIÓN EXPERIMENTAL

Estos ejemplos demuestran la viabilidad de precipitar de óxido férrico y la solubilización de otros metales de una lechada de polvo metalúrgico y ácido nítrico. El proceso es realizado en un tanque presurizado con la aplicación de calor bajo condiciones seleccionadas para obtener una buena separación de los sólidos de óxido férrico. Se variaron las temperaturas de lixiviación y los niveles de ácido libre en las pruebas para explorar los resultados bajo diferentes condiciones. Estas pruebas fueron realizadas de manera similar a las del ejemplo 1 usando una configuración alternativa de pruebas. Estas pruebas utilizaron muestras de polvo provenientes de horno de arco eléctrico (EAF) con los siguientes componentes, según se determinó por análisis de elementos.

TABLA 5

Componente	Porcentaje en Peso (%)
Hierro	22.0
Zinc	23.7
Plomo	2.1
Cadmio	0.073
Manganeso	2.87
Cromo	0.20

Se convirtió en pulpa una cantidad de polvo proveniente de horno de arco eléctrico [EAF] (310 g de peso húmedo/249 g de peso seco) al mezclarlos por 30 minutos con 748 g de solución de ácido nítrico al 44.2 por ciento en peso para obtener un peso de lechada de 997 g con 25 por ciento de sólidos. El mezclado inicial fue realizado antes del calentamiento. Estas pruebas fueron también realizadas en un reactor presurizado a temperatura de 220°C durante 120 minutos. La presión máxima de estos experimentos fue 4274.75 KPa (620 psig) sin purga. Como se muestra en la Tabla 6, esta prueba una vez más demuestra la capacidad del proceso de lixiviación para obtener purezas de óxido férrico por debajo de los límites de la EPA de tal forma que los materiales dejan de ser desechos peligrosos.

TABLA 6	As (mg/L)	Ba (mg/L)	Cr (mg/L)	Hg (mg/L)	Ni (mg/L)	Pb (mg/L)
Límite EPA (exclusión de lista)	0.5	7.6	0.33	0.001	1.0	0.15
2868-12	<0.03	1.6	0.01	<0.0001	0.006	<0.073

EJEMPLO 3 – LIXIVIACIÓN SECUNDARIA DE LOS RESIDUOS DE PRUEBA

Los productos de la primera lixiviación presurizada fueron sometidos a una segunda lixiviación presurizada para demostrar reducciones adicionales en los niveles de contaminantes. Una de estas pruebas fue realizada con productos del Ejemplo 1 y una segunda prueba fue realizada con productos del Ejemplo 2.

Una muestra de 35 g de peso seco de torta residual sobre el filtro producida en un proceso de una sola lixiviación (el residuo es de la lixiviación PAL6 del Ejemplo 1), fue reconvertida en pulpa con 706 g de agua desionizada y 40 g de solución fresca de ácido nítrico al 59% en peso y fue re-lixiviada. Se adicionó el ácido nítrico al residuo antes de introducir la muestra al reactor. La lechada de lixiviación tenía aproximadamente 20% de sólidos. Se empleó un reactor Parr con agitación con un presión de vapor de cerca de 2185.64 KPa (317 psig). Las pruebas de lixiviación a presión de la "segunda etapa" fueron realizadas en una forma similar a las pruebas de lixiviación a presión de la primera etapa. En general, la segunda etapa de lixiviación pudo reducir adicionalmente los niveles de impurezas en el producto residual de hierro de la lixiviación de una sola etapa. La Tabla 7 presenta los resultados de la segunda lixiviación.

TABLA 7

Prueba	Grados C	Ácido Libre	Fe(%)	Zn(%)	Pb(%)	Cd(%)	Mn(%)	Cr(%)
Primera Lixiviación (PAL 6)	220	91	54	0.11	0.021	0.001	0.088	0.44
Segunda Lixiviación (PAL 6)	220	37	59	0.03	<0.02	<0.0005	0.067	0.53

Una segunda prueba de lixiviación de dos etapas fue también realizada basada en el producto del proceso de lixiviación a presión descrito en el Ejemplo 2 con la cantidad de ácido nítrico indicada a continuación. El residuo inicial fue preparado adicionando 300 g de torta de filtro de polvo lavado con agua (240 g de sólidos en peso seco) a 720 g de ácido nítrico al 27%. Se dejó que la lechada se mezclara durante 20 minutos antes de ser colocada en el reactor a presión Parr. La temperatura del reactor se elevó posteriormente hasta 220°C y se mantuvo por 3 horas a temperatura. La etapa de lixiviación a presión produjo un bajo nivel de ácido nítrico libre residual final de 15 g/L, lo cual produjo una disolución incompleta del polvo. En la segunda prueba de lixiviación a presión, se combinaron 80 g de residuo seco de la primera prueba con 320 g de ácido nítrico al 20% y reaccionados en un autoclave durante 1.5 horas a 220 °C (2868-8). El residuo final tenía bajos niveles de impurezas residuales, como se presenta en la Tabla 8.

TABLA 8

Prueba	Grados C	Ácido Libre (g/L)	Fe(%)	Zn(%)	Pb(%)	Cd(%)	Mn(%)	Cr(%)
Primera Lixiviación (PAL 6)	220	15	42	9.9	0.102	0.009	3.7	0.36
Segunda Lixiviación (PAL 6)	220	82	56	0.10	0.008	N/A	0.08	N/A

La segunda lixiviación puede incrementar de manera significativa la pureza del óxido férrico con respecto a metales no ferrosos, a excepción del cromo. Lo anterior es cierto aún si la primera lixiviación es realizada bajo condiciones de niveles más bajos de ácido libre (disolución incompleta)

EJEMPLO 4 – PRUEBAS DE PRELIXIVIACIÓN

Este experimento demuestra que el rendimiento de una primera etapa de lixiviación a presiones atmosféricas puede reducir de manera efectiva los niveles de impurezas con anterioridad a la realización de procesamiento adicional.

El pH de la lechada puede ser controlado para ajustar la pureza del producto de esta lixiviación atmosférica. La prueba fue realizada con una lechada con cerca del 30% en peso de

sólidos. Una cantidad de 240 g de sólidos fue combinada con 400 g de agua. Posteriormente, se adicionó ácido nítrico al 69% en peso para obtener el pH deseado. Las condiciones de prueba para cuatro lotes se presentan en la Tabla 9.

TABLA 9

Prueba No	pH	Densidad de pulpa % sólidos	Tiempo de Lixiviación (min)	Temp (°C)	Nítrico al 69% (Alimentación kg/t)
NL-3	1.5-2.0	~30	240	25	572
NL-2	1.0-1.5	~30	240	25	664
NL-4	0.5-1.0	~30	240	25	725
NL-5	1.0-1.5	~30	240	80	704

A significa alimentación agregada a la solución de ácido

El residuo sólido de las pruebas fue analizado. Los resultados de los análisis son presentados en la Tabla 10.

TABLA 10

Prue No	Tiempo de Retención (h)	Ensayos de Solución (mg/L)						Ensayos de Residuos (%)						Disolución (%)					
		Cd	Cr	Fe	Mn	Pb	Zn	Cd	Cr	Fe	Mn	Pb	Zn	Cd	Cr	Fe	Mn	Pb	Zn
NI-3	0	331	0.735	1.4	940	3760	69000	0.0253	0.34	35	4.7	0.806	19	81.1	0.1	0.0	6.2	60.5	54.4
	1	330	1.29	11	1100	3910	71000	0.0235	0.36	36	4.8	0.742	18	83.9	0.1	0.0	7.8	66.2	59.4
	2	339	3.5	37	1200	4300	75000	0.0180	0.38	37	5.1	0.496	17	88.3	0.4	0.0	8.7	77.7	64.0
	3	357	0.417	1.5	1200	4160	73000	0.0191	0.37	37	4.9	0.637	16	87.7	0.0	0.0	8.1	70.2	62.2
	4	332	0.55	2.9	1200	4070	77000	0.0201	0.40	40	5.2	0.637	18	85.6	0.1	0.0	7.7	69.8	60.7
NL-2	0	320	12	310	1100	4400	72000	0.0200	0.38	38	4.9	0.61	16	86.0	1.2	0.3	8.0	73.5	63.4
	1	330	15	420	1300	4900	79000	0.0150	0.40	40	5.1	0.48	15	90.7	1.6	0.5	10.1	81.8	69.9
	2	310	28	1100	1300	4300	66000	0.0130	0.38	39	5.2	0.30	15	91.6	3.3	1.3	10.3	86.8	66.9
	3	310	32	1000	1300	4800	75000	0.0140	0.39	40	5.5	0.28	15	92.5	4.4	1.4	11.7	90.6	73.7
	4	330	22	460	1400	4700	76000	0.0160	0.42	41	5.1	0.40	15	91.5	2.7	0.6	12.6	86.0	72.7
NL-4	0	320	39	1500	1300	4800	74000	0.0199	0.39	39	5.1	0.43	16	86.3	3.7	1.5	9.1	81.5	64.4
	1	290	61	3700	1300	4800	72000	0.0144	0.40	40	55	0.29	16	90.7	7.0	4.3	10.3	88.8	68.6
	2	340	81	4500	1600	5200	81000	0.0132	0.39	41	5.5	0.23	15	92.5	9.1	5.0	12.2	91.7	72.1
	3	330	120	6400	1700	5300	82000	0.0130	0.39	41	5.5	0.20	15	92.5	12.9	7.1	13.1	92.7	72.7
	4	320	130	6900	1800	4900	78000	0.0128	0.34	43	5.9	0.18	16	92.2	15.3	7.1	12.6	93.0	69.8
NL-	0	277	2.19	21	1100	3680	58000	0.0160	0.38	35	4.9	0.43	15	89.9	0.3	0.0	10.3	81.5	66.5
	1	304	1.23	33	1300	3770	63000	0.0140	0.38	36	5.0	0.44	15	90.8	0.1	0.0	10.5	79.5	65.5
	2	301	116	620	2000	5000	74000	0.0140	0.40	38	5.2	0.12	13	92.2	13.8	8.3	17.5	95.8	75.9
	3	324	14.1	230	1800	4930	78000	0.0130	0.42	37	4.8	0.25	13	92.0	1.5	0.3	14.8	90.1	73.5
	4	344	29.2	200	2200	5430	86000	0.0110	0.40	38	4.7	0.17	12	92.9	2.9	0.2	16.3	93.0	74.9

Estos resultados muestran que se puede ajustar el pH para disolver cantidades significativas de los materiales no ferrosos, al tiempo que se deja la mayoría del hierro en los sólidos. Por consiguiente, es posible usar un sólido más purificado en el proceso de lixiviación presurizado resultante.

EJEMPLO 5 – DATOS DE XRF (CRISTALINIDAD)

Este ejemplo presenta datos de rayos X que muestran que el Fe_2O_3 recuperado está en forma de hematita cristalina.

Con relación a las figuras 4 y 5, estas muestran los datos de difracción de rayos X para las muestras Pal 6 y 2868-12 de los ejemplos anteriores. Los datos de difracción de rayos X fueron obtenidos con un Difractómetro Siemens D5000 usando radiación de Co. El componente cristalino principal de estos difractogramas es la Fe_2O_3 hematita. Para fines de comparación, se presenta un difractograma de rayos X en la Figura 6 para el material con anterioridad a la realización de lixiviación. Este material demuestra una mayor fase de zincita (ZnO) y fases menores de yeso ($CaSO_4 \bullet 2H_2O$), magnetita (Fe_3O_4), pirita (FeS_2) y pirrotita ($Fe_{(1-x)}S$) así como trazas de otras formas cristalinas.

Los siguientes ejemplos están relacionados con el proceso modificado.

EJEMPLO 6 – PRUEBAS DE LOTES PARA PROCESOS SEMBRADOS

La solución salina para las pruebas fue preparada mediante la mezcla de sales de nitrato de hierro de calidad reactiva con agua desionizada para obtener la concentración deseada de hierro disuelto inicial. En otra modalidad, los sólidos de hierro son solubilizados en ácido nítrico o sulfúrico. Se adicionó una solución de ácido nítrico al 69% para producir un nivel de ácido libre residual que sería indicativo de una solución producida por una reacción entre el ácido nítrico y un sólido de hierro, como la magnetita. La siguiente serie de pruebas fue realizada utilizando diferentes condiciones de reacción. Algunos de los parámetros experimentales que fueron evaluados incluyen: concentración de hierro, concentración de ácido libre, relación de siembra (relación de hierro de sólidos siembra a hierro disuelto en la solución de sal inicial), temperatura y tiempo de reacción.

Se empleó un tanque reactor a presión Parr de 2 litros para todas las pruebas. El tanque estaba equipado con un mezclador mecánico para agitación. Para cada prueba, se adicionó aproximadamente 1000 mL de solución de alimentación al reactor junto con la cantidad deseada de sólidos de siembra.

Se usaron pigmentos de óxido de hierro Bayferrox™ 105M (Lanxess) como semilla para las pruebas. El reactor es sellado y calentado a una temperatura objetivo con una presión

asociada. Por ejemplo, a 50 g/L de hierro inicial en solución, se pueden usar temperaturas y presiones desde aproximadamente 1068.69 KPa (155 psig) a 175°C hasta aproximadamente 3447.38 KPa (500 psig) a 240°C. Una vez completado el tiempo de reacción, el reactor fue enfriado y la presión liberada. La lechada fue filtrada y el filtrado recogido y analizado. En esta etapa es posible usar muchas técnicas convencionales de separación sólido/líquido, por ejemplo, sedimentación, filtración, centrifugación etc. La torta residual en el filtro fue lavada por desplazamiento con agua fresca y las soluciones de lavado fueron combinadas y analizadas. La torta residual lavada del filtro fue secada, pesada y analizada.

Se realizaron varias pruebas para analizar los sólidos precipitados, tales como determinación de metales mediante ICP y análisis de tamaño usando un analizador Micromeretics SediGraph™ 5100. Los diámetros de las partículas son indicados como d_{50}, el cual hace referencia al tamaño al cual es menor el 50% de los sólidos. Los resultados de estos análisis son resumidos en la Tabla 11. Adicionalmente, se analizaron las propiedades de color de los sólidos usando un sistema CIELAB. Los datos de color, resumidos en la Tabla 12 y también mostrados en la Figura 8, fueron obtenidos usando un espectrógrafo Datacolor Spectragraph™ SF450.

TABLA 11. A continuación se muestran las distintas condiciones de operación utilizadas para las pruebas de precipitación sembradas

Prueba	Temp (°C)	Relación de Siembra (%)	Concentración Inicial de Hierro (g/L)	Ácido Libre Inicial (g/L)	Tiempo de Reacción (hr)
PPT 22	200	50	49.8	32	1
PPT 27	240	100	49.8	32	1
PPT 23	200	100	49.8	32	1
PPT 1	175	200	49.8	32	1
PPT 7	175	200	49.8	32	1
PPT 8	175	300	49.8	32	1
PPT 18	175	400	49.8	32	0.5
PPT 20	225	300	49.8	32	1

TABLA 12. Resumen de los análisis de color comparados con el tamaño de los precipitados obtenidos de las diferentes condiciones de prueba resumidas en la tabla 11.

Prueba	L*	a*	b*	d_{50}
PPT 22	52.69	25	16.91	1.34
PPT 27	50.45	28.01	20.7	0.63
PPT 23	52.28	27.7	21.23	0.46
PPT 1	52.48	27.83	22.23	0.44
PPT 7	52.68	28.4	23.04	0.46
PPT8	52.47	28.88	24.23	0.38
PPT 18	51.7	29.13	24.98	0.37
PPT 20	51.25	29.3	25.02	0.39
Bayferrox™105M	53.15	29.05	24.01	0.60
Bayferrox™130M	50.67	25.97	16.46	0.70

Para medir los parámetros L* a* b* de los precipitados de las pruebas, se emplearon molinos de bolas pequeños US Stoneware con aproximadamente 550 g de medio de zirconio. Se dejó rotar

una mezcla de 2.5 g de pigmento y 25 g de pintura blanca "base 2" durante 1 hora. La mezcla fue colocada con pipeta sobre una tabla de opacidad Leneta, en donde la mezcla de pigmento fue extendida con una varilla de acero inoxidable #52. Una vez se secó la mezcla de pigmento extendida, esta fue analizada con una máquina Datacolor™ 450. Los resultados de la máquina Datacolor™ que aparecen en la Tabla 12 son los parámetros L*a*b* reales para el color precipitado.

Los pigmentos de óxido de hierro sintéticos son producidos comercialmente en un rango de tonos de color que va desde los pigmentos rojos de "tono amarillo" hasta los pigmentos rojos de "tono azul". Los datos de análisis para Bayferrox™ 105M y 130M (Lanxess) han sido incluidos en las Tablas 11 y 12 para fines de referencia. Estos pigmentos son dos de los productos de óxidos de hierro sintéticos actualmente disponibles mas comúnmente usados. Las muestras PPT mostradas en la Tabla 12 tienen parámetros de color comprendidos dentro del mismo rango del Bayferrox™ 105M y 130M.

Las muestras para análisis del tamaño de partícula fueron preparadas usando 2.5 gramos de sólidos de pigmento adicionados a 80 ml de glicerina al 50%. El pigmento y la glicerina fueron posteriormente mezclados en un vaso de precipitados usando un agitador magnético. Después de 5-10 minutos, la mezcla fue sometida a ultrasonido con 20% de potencia a una amplitud de 40. Una vez se deshicieron los aglomerados, se llevó la mezcla pigmento/glicerina a la cámara de mezclado del analizador Sedigrapp 5100™.

Las pruebas, resumidas en las Tablas 11 y 12, demuestran la capacidad de controlar el tamaño de partícula y características de color del precipitado mediante la modificación de la relación de siembra. La reducción de la relación de siembra de entre 300 a 400% hasta un 50% incrementó el tamaño de partículas del precipitado (d_{50}) de 0.37 micrones hasta o más de 1.34 micrones. Este rango de tamaños es característico de materiales sintéticos de óxido de hierro de calidad pigmento que se producen convencionalmente a través de un proceso tipo Penniman. El uso de una mayor temperatura de precipitación también fue identificado como un método para incrementar el tamaño de partícula.

A medida que se reduce la relación de siembra y se aumenta el tamaño de partícula, el tono de color de los precipitados cambia gradualmente de un rojo "tono amarillo" (PPT 18 y PPT 20) a un rojo "tono azul" (PPT 22). El cambio de color puede ser visto en la Tabla 12 en donde los parámetros "a" y "b" cambian de valores similares a los de Bayferrox™ 105M con altas relaciones de siembra (PPT 18 y PPT 20) a aquellos similares a Bayferrox™ 130M con relaciones de siembra bajas (PPT 22). Esta capacidad para producir tonos con calidad de pigmentos permite que el proceso sea una alternativa viable a técnicas más convencionales.

Se realizó una serie de pruebas adicionales para determinar el impacto de los parámetros procedimentales en la precipitación de los sólidos de óxido de hierro a temperaturas/presiones elevadas. Algunos parámetros de proceso que se evaluaron incluyen la

temperatura de precipitación, la concentración de hierro y el ácido nítrico libre en las soluciones de alimentación de precipitación y el tiempo de reacción. Los resultados de estas pruebas se resumen en las Tablas 13 a 16. El equipo y procedimientos para estas pruebas fueron idénticos a los esbozados para los resultados cuyos resultados se resumen en la Tabla 11.

TABLA 13. Efecto de la temperatura en la precipitación de hierro de la solución

Prueba	Temp (°C)	Relación de Siembra (%)	Concentración Inicial de Hierro (g/L)	Ácido Libre Inicial (g/L)	Tiempo de Reacción (hr)	Precipitación de hierro de solución (%)
PPT 4	150	300	49.8	32	1	40.8
PPT 5	175	300	49.8	32	1	63.1
PPT 6	200	300	49.8	32	1	75.5
PPT 20	225	300	49.8	32	1	87.5

TABLA 14. Efecto de la concentración de hierro en la solución en la precipitación del hierro de la solución

Prueba	Temp (°C)	Relación de Siembra (%)	Fe Inicial (g/L)	FA Inicial (g/L)	Tiempo (hr)	Precipitación de Fe de solución (%)
PPT 11	175	300	38	32	1	70.3
PPT 10	175	300	49.8	32	1	61.6
PPT 12	175	300	54.8	33	1	57.7

TABLA 15. Efecto de la concentración de ácido libre en la solución en la precipitación del hierro de la solución

Prueba	Temp (°C)	Relación de Siembra (%)	Fe Inicial (g/L)	FA Inicial (g/L)	Tiempo (hr)	Precipitación de Fe de solución (%)
PPT 10	175	300	49.8	33	1	61.6
PPT 13	175	300	46.0	61	1	55.9

TABLA 16. Efecto del tiempo de reacción sobre la precipitación de o del hierro de la solución

Prueba	Temp (°C)	Relación de Siembra (%)	Fe Inicial (g/L)	FA Inicial (g/L)	Tiempo (hr)	Precipitación de Fe de solución (%)
PPT 4	150	300	49.8	32	1	40.8
PPT 14	150	300	49.8	32	0.5	33.9
PPT 5	175	300	49.8	32	1	63.1
PPT 15	175	300	49.8	32	0.5	55.6
PPT 6	200	300	49.8	32	1	75.5
PPT 16	200	300	49.8	32	0.5	72.1

Los análisis cromáticos CIELAB también demuestran que la intensidad de color (parámetro "L") es similar a la de los estándares Bayferrox™ 105M/130M. La intensidad del color se ve afectada por la distribución de tamaño de los materiales pigmentosos. La presencia de una distribución amplia con mayores cantidades de partículas finas produce un color con una menor capacidad tintórea (parámetro de intensidad "L" reducido). La tabla 17 a continuación muestra los factores de pendiente de las distribuciones de tamaño de partícula para las

muestras precipitadas a presión versus las de los estándares Bayferrox™ 105M/130M. Los factores de pendiente de las distribuciones fueron calculados mediante la fórmula $1/(d_{80}-d_{50})$. Los diámetros de partícula que se indican como d_{80} hacen referencia al tamaño al cual es menor el 80% de los sólidos. Una pendiente más pronunciada (un mayor valor de $1/(d_{80}-d_{50})$) indica una distribución más estrecha de tamaño y en consecuencia menos partículas finas. Las muestras de precipitados a presión tienen valores de pendiente e intensidades de color (parámetro "L") típicos (o mayores) a los del rango de pigmentos sintéticos de óxido de hierro representados por los estándares Bayferrox™ 105M/130M.

TABLA 17. Pendiente de las curvas de distribución del tamaño del óxido de hierro precipitado

Prueba	Pendiente 1/(d80-d50)
PAL22	0.66
PAL27	1.24
PAL23	2.60
PAL1	2.30
PAL7	2.86
PAL8	3.75
PAL18	3.79
PAL20	3.75
Bayer 105	2.79
Bayer 130	0.78

Los datos resumidos en las Tablas 13 a 17 proporcionan las siguientes apreciaciones respecto a las reacciones de precipitación a presiones elevadas. El incremento de la temperatura de precipitación cambia el punto de equilibrio para las reacciones de precipitación de hierro y mejora la recuperación de hierro desde la solución hasta los sólidos de óxido de hierro. Los niveles incrementados de hierro disuelto y del ácido nítrico libre en la solución cambian el equilibrio de las reacciones de precipitación en la dirección opuesta y por consiguiente producen reducciones en la recuperación de hierro de los sólidos precipitados. El impacto de los cambios en la concentración de la solución es mayor para los niveles de hierro disuelto debido al hecho de que cada mol de hierro disuelto genera 3 moles de ácido nítrico libre cuando el hierro es precipitado.

A menores temperaturas de precipitación (150-175°C), hay un notable mejoramiento en la recuperación de hierro precipitado, cuando el tiempo de reacción se incrementa de 0.5 a 1.0 horas. A medida que la temperatura se incrementa (hasta 200°C) la cinética de la reacción aumenta al punto que las reacciones de precipitación están esencialmente completas después de 0.5 horas. Los incrementos adicionales en la temperatura deben permitir reducciones adicionales del tiempo de reacción.

EJEMPLO 7 SIMULACIÓN DE CICLO CONTINUO PARA PROCESOS SEMBRADOS

Se realizaron simulaciones de pruebas continuas o experimentos de ciclo cerrado. La solución de lixiviación para estas pruebas fue preparada disolviendo un concentrado de

magnetita (Iron Ore Company of Canada) en solución de ácido nítrico al 25%. La solución resultante fue posteriormente diluida con agua destilada para producir una solución final que tiene un contenido de hierro disuelto de 42-45 g/L. La solución diluida resultante contenía aproximadamente 45 g/L de ácido nítrico libre.

Las pruebas de ciclo cerrado fueron empleadas para simular un proceso continuo a través del uso de una serie de reacciones en lote. El mismo aparato descrito anteriormente para las pruebas de lotes fue usado para el trabajo de ciclo cerrado. Para la prueba inicial de cada ciclo, se usó Bayferrox™ 105M (Lanxees) como el material de siembre inicial. Una vez concluida la primera precipitación, se remueven los sólidos precipitados. En ese momento una porción de estos sólidos es separada y usada como material de siembra para la segunda precipitación en la serie. Este proceso es repetido un número de veces, manteniendo a través de las pruebas la misma relación de siembra. El número total de pruebas en el ciclo se selecciona para asegurar que los sólidos de pigmento precipitados de la prueba final sean representativos de lo que se esperaría de un proceso de operación continuo. Se reciclan únicamente los sólidos de cada ensayo para la siguiente prueba en la serie. Los filtrados de las pruebas son analizados y luego desechados.

Después de varias repeticiones (típicamente de 5 a 10), los sólidos iniciales de Bayferrox™ 105M (Lanxees) usados como semillas en la primera precipitación son esencialmente removidos del sistema y reemplazados con el nuevo producto precipitado. Entre mayor sea la relación de siembra usada, mayor el número de repeticiones requeridas en la serie para eliminar de manera efectiva el material inicial de siembra. Los productos de cada prueba (sólidos/líquidos) fueron analizados de acuerdo a los mismos procedimientos que fueron aplicados en los procedimientos por pruebas de lotes. Estos resultados se muestran en las Tablas 18 y 19.

TABLA 18. Resumen de los resultados continuos

Ensayo	Temp (°C)	Semilla (%)	Fe Inicial (g/L)	FA Inicial (g/L)	Repeticiones en series de ensayos
Ciclo Cerrado 1	200	200	42	45	5
Ciclo Cerrado 2	200	80	42	45	5
Ciclo Cerrado 3	200	350	45	45	8

TABLA 19. Resumen de los análisis de color y tamaño de los precipitados obtenidos de las series de ensayos de "ciclo cerrado" en la tabla 18.

Ensayo	L*	a*	b*	d_{60} (micrones)
Ciclo Cerrado 1	49.87	25.14	15.56	0.96
Ciclo Cerrado 2	54.00	20.01	12.50	4.5
Ciclo Cerrado 3	50.71	25.88	16.68	0.90
Bayferrox™	53.15	29.05	24.01	0.60

105M Bayferrox™ 130M	50.67	25.97	16.46	0.70

La serie de pruebas de ciclo cerrado fueron realizadas a 200°C con una relación de siembra variable del 80% al 350%. La Tabla 19 muestra los análisis de tamaño y color para los precipitados finales producidos en cada serie de pruebas. Nuevamente, se incluyeron pigmentos Bayferrox™ 105M/130M (Lanxees) como referencia. La recuperación de hierro de las soluciones en los sólidos precipitados varió de aproximadamente 80-90% para todas las pruebas individuales en cada serie de pruebas de ciclo cerrado.

Los precipitados producidos por la serie de pruebas de ciclo cerrado usando soluciones de lixiviación de magnetita eran más gruesos que aquellos producidos a partir de ensayos de lixiviación única por lotes cuando se utilizaron parámetros similares de precipitación. Los resultados de la simulación de reacción continua también ilustran el hecho de que los parámetros de color y tamaño de partícula pueden ser controlados al variar la relación de siembra para producir sólidos precipitados con calidad pigmento. La mayor relación de siembra usada en los ensayos de ciclo cerrado produjo el precipitado más fino (d50= 0.90 micrones). A medida que la relación de siembra fue reducida, el tamaño de partícula d_{60} del precipitado se incrementó (0.96 para siembra al 200% y 4.5 micrones para siembra al 80%). Los cambios en el tamaño del precipitado fueron acompañados con un correspondiente cambio de color entre materiales mas "amarillo-rojo" a relaciones de siembra altas (partículas mas finas) y más "azul-rojo" a relaciones de siembra inferiores (partículas más gruesas). Estas tendencias son idénticas a aquellas mostradas en el proceso por lotes.

Como lo entenderán aquellos técnicos en la materia, es posible realizar modalidades adicionales comprendidas dentro del objeto y alcance de la presente divulgación de la invención. Las modalidades anteriores pretenden ser ilustrativas y no limitantes. Las modalidades adicionales están comprendidas dentro de las reivindicaciones. Aunque la presente invención ha sido descrita con referencia a modalidades particulares, los técnicos versados en la materia reconocerán que se pueden hacer cambios en su forma y detalle sin apartarse del espíritu y alcance de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la producción de precipitados de óxido férrico que tienen un tamaño de partícula entre 0.1 a 10 micrones, en donde dicho proceso comprende:

a) obtener una solución acuosa de alimentación que comprende hierro solubilizado seleccionado entre el grupo que comprende: ácido nítrico, ácido sulfúrico y ácido clorhídrico, en donde la solución de alimentación tiene un rango de pH de 0.25 a 2.5; y

b) someter la solución acuosa de alimentación a una combinación de

(i) una temperatura entre 100°C a 300°C.

(ii) una relación de siembra entre 20% a 2000%, en donde la relación de siembra es una relación entre el peso de un sólido semilla y el peso del producto precipitado esperado no sembrado, en donde el tamaño de partícula del óxido férrico precipitado es más pequeño que el tamaño de partícula del óxido férrico precipitado obtenido con una relación de siembra del 0%; y

(iii) presiones en un rango de 275.79 KPa a 8963.18 KPa.

para obtener precipitados de óxido férrico con un tamaño de partícula entre 0.1 a 10 micrones.

2. El proceso de la reivindicación 1 en donde la temperatura es de 175°C a 240°C.

3. El proceso de la reivindicación 1 en donde la relación de siembra es del 50% al 500%.

4. El proceso de la reivindicación 1 en donde el tamaño de partícula seleccionado es de 0.15 a 2.5 micrones.

5. El proceso de la reivindicación 1 en donde los precipitados de óxido férrico son obtenidos en un tiempo de un minuto a 6 horas.

6. El proceso de la reivindicación 1 en donde los precipitados de óxido férrico son obtenidos en un tiempo de 30 minutos a 1 hora.

7. El proceso de la reivindicación 1 en donde dicho proceso es realizado a una presión de 689.47 Mpa a 3447.38 KPa.

8. El proceso de la reivindicación 1 en donde la solución acuosa de alimentación es ácido nítrico.

9. El proceso de la reivindicación 1 en donde la solución de alimentación tiene una concentración de hierro de 5 g/L hasta el inicio de la cristalización de la sal férrica.

10. El proceso de la reivindicación 1 en donde la solución de alimentación tiene una concentración de hierro de 10 g/L hasta 100 g/L.

11. El proceso de la reivindicación 1 en donde la solución de alimentación tiene una concentración de hierro de 30 g/L hasta 60 g/L

12. El proceso de la reivindicación 1 en donde la solución de alimentación tiene una concentración de ácido libre de 5g/L hasta 150 g/L.

13. El proceso de la reivindicación 1 en donde la solución de alimentación tiene una concentración de ácido libre de 30 g/L hasta 70 g/L

14. El proceso de la reivindicación 1 en donde los precipitados de óxido férrico tienen una L* de 40 a 60.

15. El proceso de la reivindicación 1 en donde los precipitados de óxido férrico tienen una L* de 49 a 55.

16. El proceso de la reivindicación 1 donde los precipitados de óxido férrico tienen una a* de 10 a 40.

17. El proceso de la reivindicación 1 en donde los precipitados de óxido férrico tienen una a* de 19 a 33.

18. El proceso de la reivindicación 1 en donde los precipitados de óxido férrico tienen una b* de 5 a 35.

19. El proceso de la reivindicación 1 donde los precipitados de óxido férrico tienen una b* de 12 a 28.

20. El proceso de la reivindicación 1 realizado en forma de lotes o en forma continua.

21. El proceso de la reivindicación 1 en donde los precipitados de óxido férrico tienen una morfología esférica.

RESUMEN

Métodos mejorados para el tratamiento de composiciones metalúrgicas que involucran hacer reaccionar una composición metalúrgica con una solución acuosa de ácido nítrico. La reacción es realizada a una presión de al menos 1516.85 KPa (220 psig) y a una temperatura de al menos 100°C. La composición metalúrgica comprende hierro y uno o más metales no ferrosos. La reacción disuelve al menos una parte de los compuestos metálicos no ferrosos en la solución, la cual está en contacto con el óxido férrico sólido. La reacción puede ser repetida sobre los sólidos aislados para aumentar la pureza de los sólidos de óxido férrico. El zinc puede ser removido de las soluciones de metales mezclados obtenidas de los polvos provenientes de hornos, mediante la adición de una base para precipitar hidróxido de zinc.

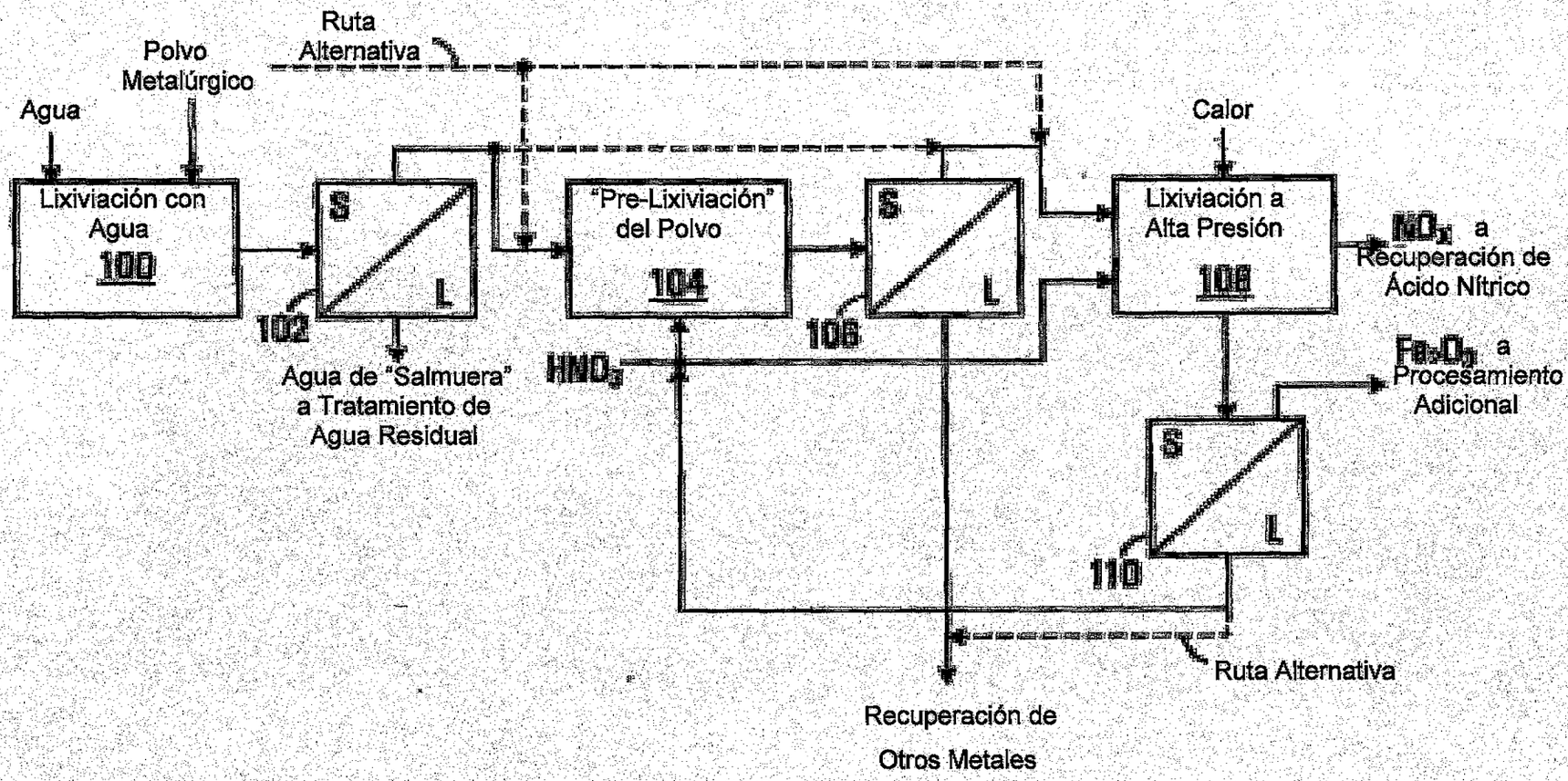

Ruta
Alternativa
Polvo
Metalúrgico
Agua
Calor
Lixiviación con
Agua
100
S
L
102
Agua de "Salmuera"
a Tratamiento de
Agua Residual
"Pre-Lixiviación"
del Polvo
104
HNO_3
S
L
106
Lixiviación a
Alta Presión
108
NO_x a
Recuperación de
Ácido Nítrico
Fe_2O_3 a
Procesamiento
Adicional
S
L
110
Ruta Alternativa
Recuperación de
Otros Metales

FIG. 1

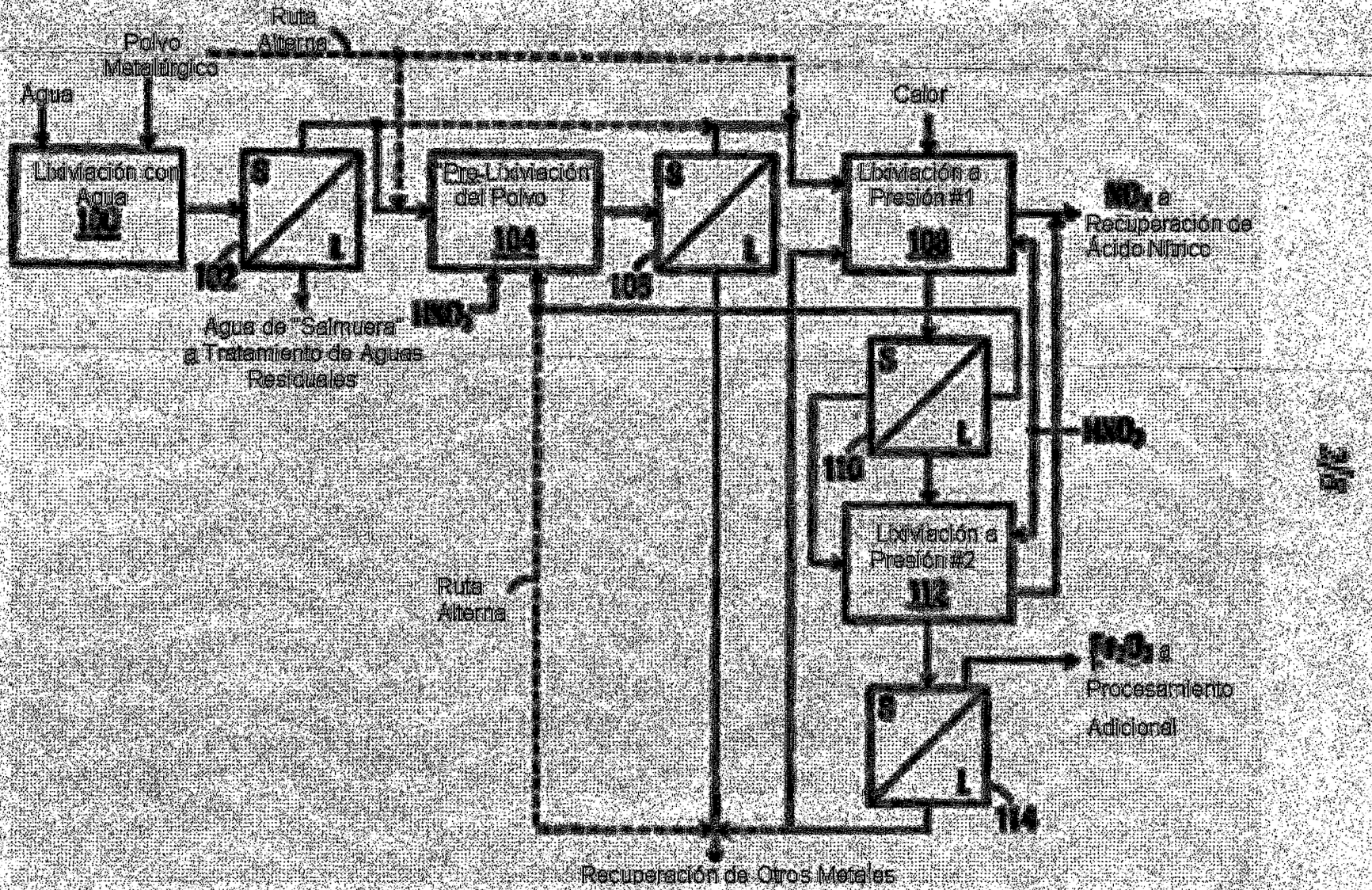

Ruta Alterna
Polvo Metalúrgico
Agua
Calor
Lixiviación con Agua
102
Pre-Lixiviación del Polvo
104
Lixiviación a Presión #1
108
NO_x a Recuperación de Ácido Nítrico
HNO_3
Agua de "Salmuera" a Tratamiento de Aguas Residuales
105
110
Lixiviación a Presión #2
112
H_2O_2 a Procesamiento Adicional
114
Ruta Alterna
Recuperación de Otros Metales

FIG. 2

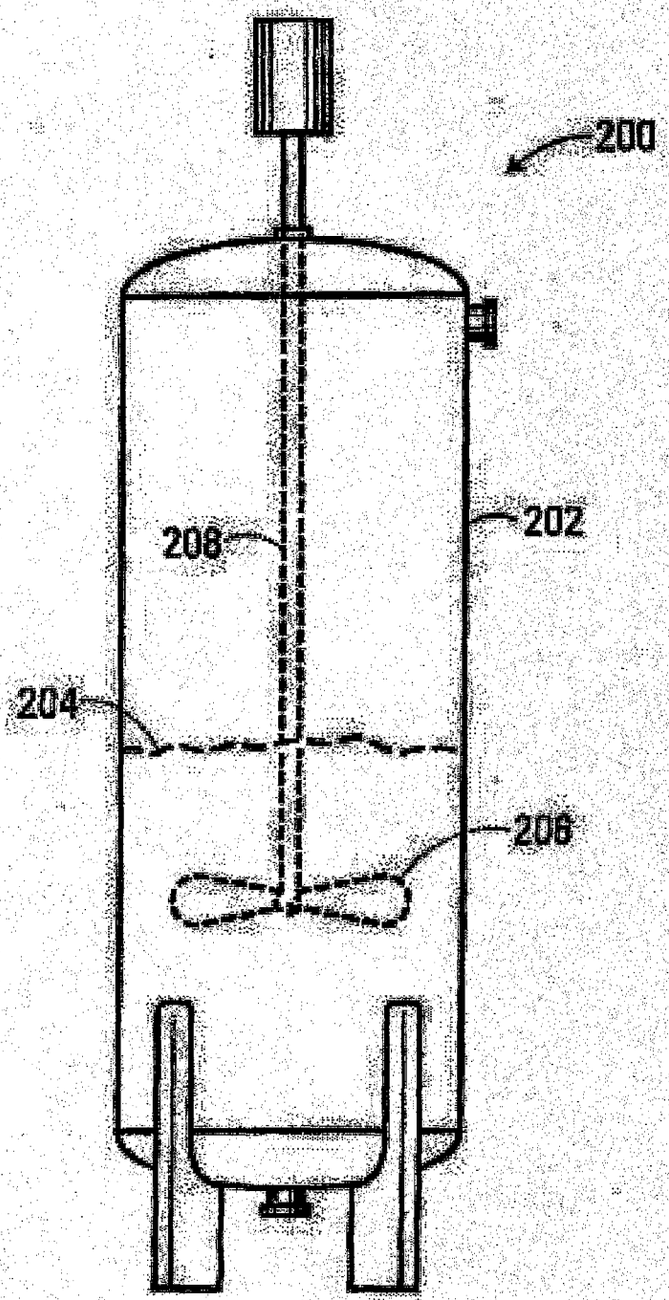


FIG. 3

225
225
254

4/8

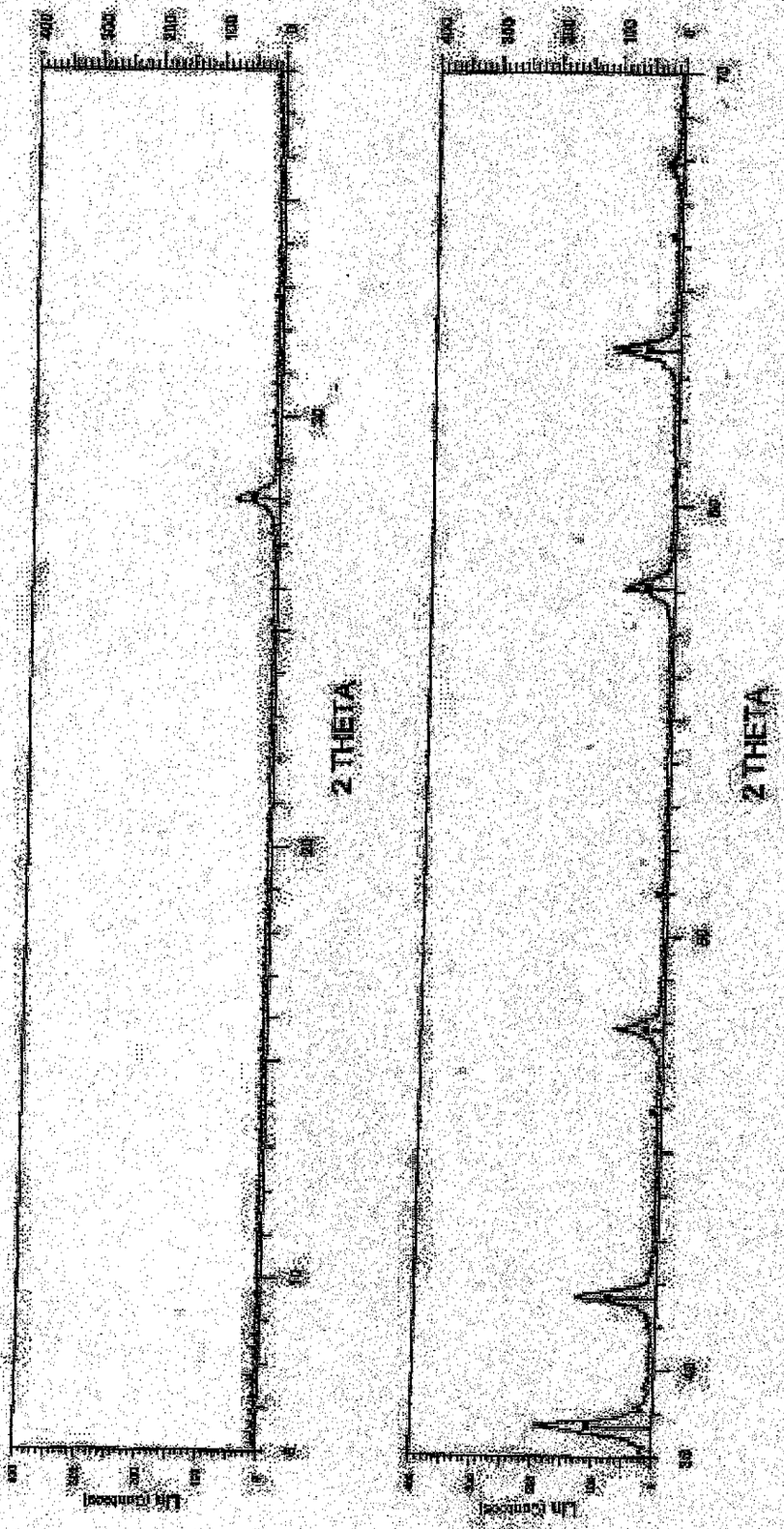


FIG. 4

HOJA ENMENDADA (REGLA 26)

226
226

5/8

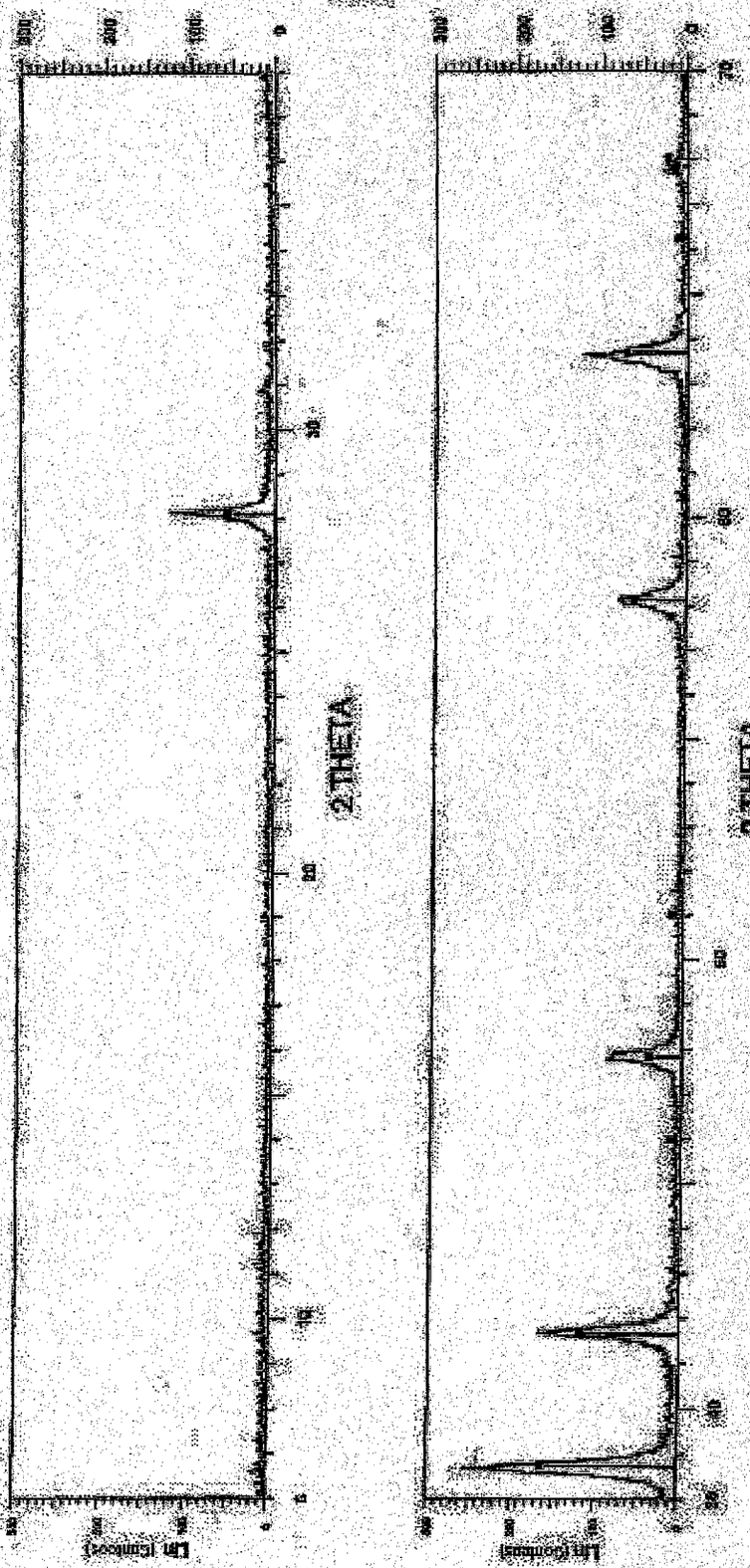


FIG. 5

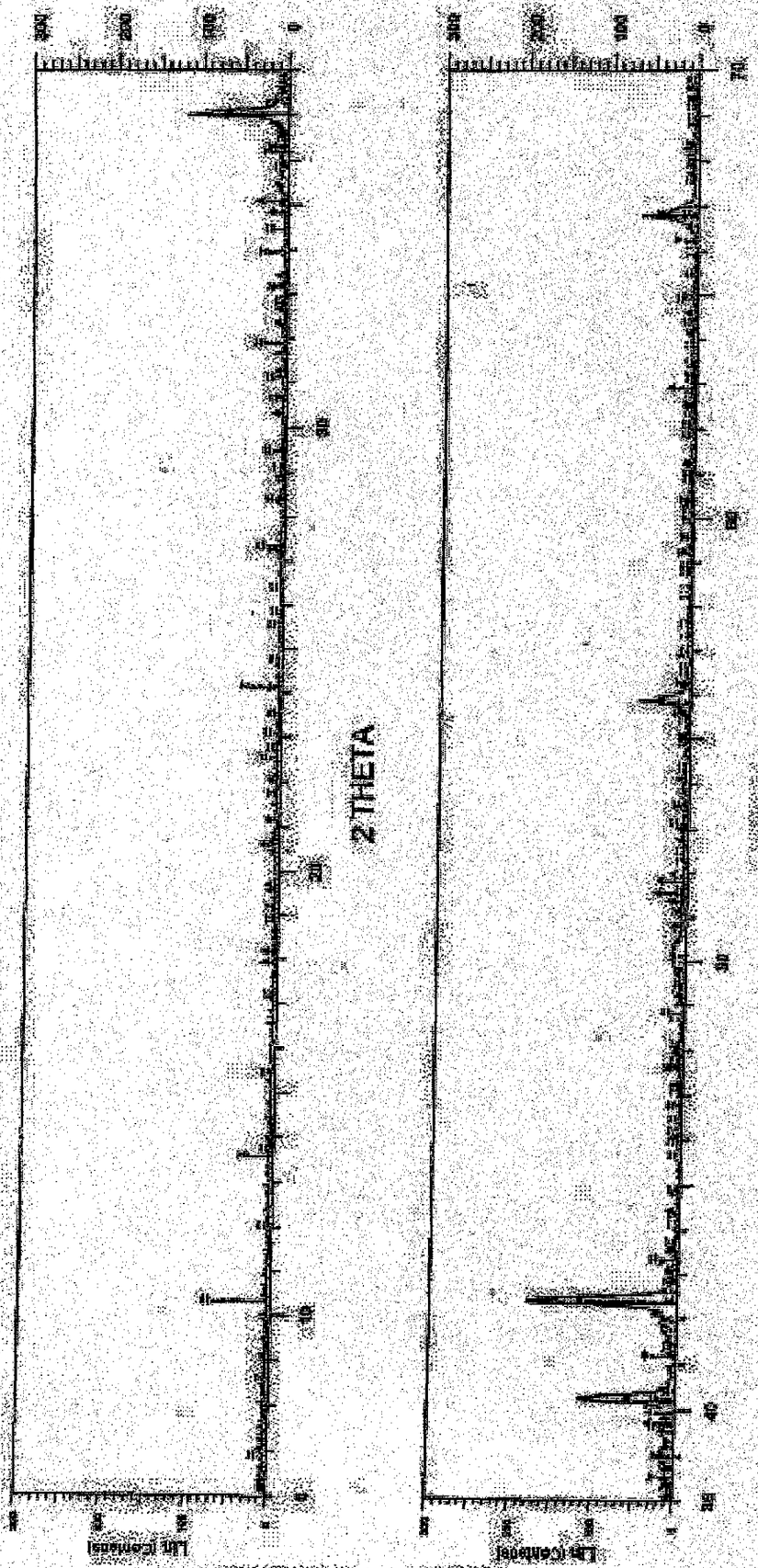


FIG. 6

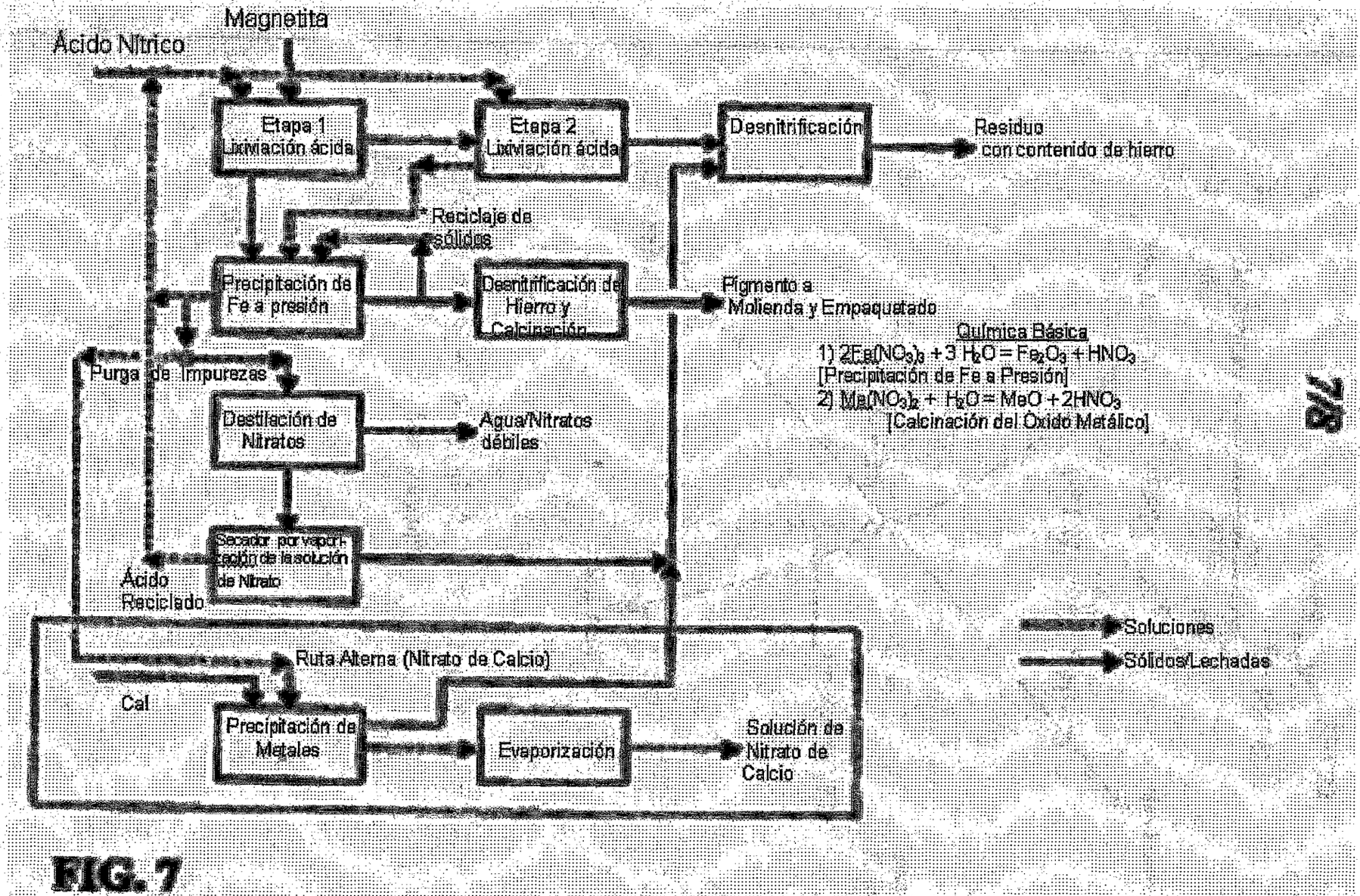

Magnetita
Ácido Nítrico
Etapa 1
Lixiviación ácida
Etapa 2
Lixiviación ácida
Desnitrificación
Residuo
con contenido de hierro
Reciclaje de
sólidos
Precipitación de
Fe a presión
Desnitrificación de
Hierro y
Calcinación
Pigmento a
Molienda y Empaquetado
Química Básica
1) 2Fe(NO3)3 + 3 H2O = Fe2O3 + HNO3
[Precipitación de Fe a Presión]
2) Me(NO3)2 + H2O = MeO + 2HNO3
[Calcinación del Óxido Metálico]
Purga de Impurezas
Destilación de
Nitratos
Agua/Nitratos
débiles
Secador por vaporización de la solución
de Nitrato
Ácido
Reciclado
Ruta Alterna (Nitrato de Calcio)
Cal
Precipitación de
Metales
Evaporización
Solución de
Nitrato de
Calcio
Soluciones
Sólidos/Lechadas

FIG. 7

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800174034-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 09 - 58,947
FECHA : JULIO 27 DE 2009

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
No. 06-120219- 00005-0000
Fecha: 2010-01-28 16:40:49 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 444 RESPUESTAREQUE Folios: 59

**** C O N S I G N A C I O N ****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAG	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	042784387	1284025173	27/07/2009	$4,414,220.00

**** C O N C E P T O ****

CANT.	REFERENCIA	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-05 TITULOS	12 MARCAS Y LEMAS COMERCIALES	$250,000.00
1	50005-01-05 TITULOS	44 PUBLICACION DE TITULO	$36,000.00
		TOTAL : $	$286,000.00

SON: DOSCIENTOS OCHENTA Y SEIS MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Coco 15666 - 841 - 001 = 2.

S9

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

Radicación No. **06-120219**
Clasificación Internacional (IPC): **C 22 B 003/022**
Concepto Técnico No. **787**

Patente de Invención [X] Patente de Modelo de Utilidad [ ]
Vía Nacional [ ]
Vía PCT (fase nacional) [X] Cap. I [ ] Cap. II [X]

No. Sol. Internacional **PCT/CA2005/000654**
Fecha de Presentación Internacional **29 de abril de 2005**

Como resultado del examen definitivo, realizado con fundamento en el artículo 48 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica:

1. Documentos estudiados

1.1.	Descripción:	Folios:	59 a 117	tal como se radicó inicialmente
		Folios	179 a 218	tal como se modificó el 28 de enero de 2010
1.2.	Reivindicaciones:	Folios	118 a 120	tal como se radicó inicialmente
		Folios	219 a 220	tal como se modificó el 28 de enero de 2010
1.3.	Dibujos:	Folios	122 a 129	tal como se radicó inicialmente
		Folios	222 a 229	tal como se modificó el 28 de enero de 2010
1.4.	Prioridad:		Fecha	29 de abril de 2004
			País	Estados Unidos
			Número	10/834522

2. Modificaciones *(artículo 34 D.486 y art. 22 Tratado PCT)*

Se aceptan las modificaciones realizadas por el solicitante toda vez que no amplían el objeto inicial de la solicitud.

3. Análisis de la Prioridad

Se aceptan las prioridades relacionadas, toda vez que corresponden a la misma materia de la solicitud en estudio

4. Objeto de la invención

- Título de la solicitud *quedará*
  Precipitación de óxido de hierro a partir de soluciones de sales de hierro en medio ácido
- Las reivindicaciones 1 a 21 de la solicitud en estudio se refieren a

un proceso para la producción de precipitados de óxido férrico que tienen un tamaño de partícula entre 0.1 a 10 micrones, en donde dicho proceso comprende:

a) Obtener una solución acuosa de alimentación que comprende hierro solubilizado seleccionado entre el grupo que comprende ácido nítrico, ácido sulfúrico y ácido clorhídrico , en donde la solución de alimentación tiene un rango de pH de 0.25 a 2.5; y

b) Someter la solución acuosa de alimentac

(i) Una temperatura entre 100°C a

(ii) Una relación de siembra entr
relación de siembra es una rela
semilla y el peso del prod
sembrado, en donde el tamañ
precipitado es más pequeño
óxido férrico precipitado obten
del 0%, y

(iii) Presiones en un rango de 275.7

Para obtener precipitados de óxido férri
entre 0.1 a 10 micrones

El título se modifica de acuerdo a las reivindicaciones

- El anterior procedimiento busca *formas*
  hierro obtenido de desechos industriales.
- La Clasificación Internacional de Patentes (IPC) para esta solicitud es *C22B003/022.*

5. De la solicitud de Patente

5.1. Descripción *(artículo 28 D. 486)*

Realizadas las modificaciones a la descripción según los requerimientos realizados en el art. 45, la presente solicitud ya cumple con el requisito de claridad o divulgación completa en la descripción. Por lo anterior, la descripción sí cumple con el requisito de claridad o comprensión de acuerdo al art. 28 de la Decisión 486.

5.2. Reivindicaciones *(artículo 30 D 486)*

Realizadas las modificaciones al capítulo reivindicatorio, este define, es claro y conciso y además está lo suficientemente sustentado por la descripción. Por lo anterior, las reivindicaciones sí cumplen con el art. 30 de la Decisión 486.

6. Unidad de invención *(artículo 25 D 486)*

El capítulo reivindicatorio estudiado se refiere a una invención o a un grupo de invenciones relacionadas pero que conforman un único concepto inventivo. Por lo anterior, la presente solicitud cumple con el requisito de unidad de invención de acuerdo al art. 25 de la Decisión 486.

7. Es una invención *(artículo 15 D 486 literal a)-f))*

Estudiado el capítulo reivindicatorio, el objeto de la solicitud puede considerarse como invención por no encontrarse dentro de lo estipulado en el art. 15 de la Decisión 486.

8. Excepción a la patentabilidad *(artículo 20 D486 literal a)-d))*

Estudiado el capítulo reivindicatorio, el objeto de la solicitud no se encuentra dentro del alcance de las excepciones señaladas en la legislación, por lo que el objeto de la solicitud puede ser patentable de acuerdo a lo estipulado en el art. 20 de la Decisión 486.

9. Reivindicaciones relativas a un uso o a un segundo uso *(artículos 14 y 21 D 486)*

En la presente solicitud no se encuentran reivindicaciones de uso; el objeto de la solicitud corresponde a un producto y/o un procedimiento. Por lo anterior, la materia contenida en las reivindicaciones son invenciones.

10. Determinación del Estado de la Técnica

- La fecha que se ha tenido en cuenta para determinar el estado de la técnica es *29 de abril de 2004*

11. Análisis de patentabilidad (artículo 14 D486)

11.1. Novedad (artículo 16 D486)

- *Las reivindicaciones estudiadas corresponden de la número 1 a la 21 contenida en los folios 219 a 220*
- *No se encontró dentro del estado de la técnica, documento alguno que evidenciara la existencia de la invención.*
- *Por consiguiente se concluye que la presente solicitud es novedosa de acuerdo a lo estipulado en el art. 16 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina.*

11.2. Nivel inventivo

- *Las reivindicaciones estudiadas corresponden de la número 1 a la 21 contenida en los folios 219 a 220*
- *No se encontró dentro del estado de la técnica, documento alguno que afecte el nivel inventivo.*

  Si bien el arte previo revela procesos para la precipitación de óxidos de hierro en las temperaturas y presiones enseñados por el solicitante, estos habitualmente se desarrollan en medio básicos o con álcalis. No se encontró un documento que relacionara o sugiriera soluciones acuosas con ácido nítrico, sulfúrico o clorhídrico y aún menos que manejaran pH's entre 0.25 y 2.5, lo cual representa una diferencia importante con el arte conocido.

- *Por consiguiente se concluye que la presente solicitud tiene nivel inventivo de acuerdo a lo estipulado en el art. 18 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina.*

11.3. Aplicación industrial *(artículo19 D 486)*

- *Las reivindicaciones estudiadas corresponden de la número 1 a la 21 contenida en los folios 219 a 220*
- *La presente invención sí tiene Aplicación Industrial ya que su objeto puede ser aplicado en la industria de la metalurgia*

12. Conclusión

En consecuencia y por todo lo expuesto anteriormente, se recomienda **Conceder** las reivindicaciones: *1 a la 21 contenida en los folios 219 a 220*

Bogotá, D.C., 25 de febrero de 2010

202003