

REIVINDICACIONES

1. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos, que comprende al menos las etapas de
 - a) preparar una solución de nitrato de hierro (II) por reacción de 0,4 a 10 moles de hierro por mol de ácido nítrico a una temperatura de 60 °C o menos, produciendo de este modo una primera corriente que contiene óxido de nitrógeno,
 - b) preparar una suspensión de núcleo de hematita acuosa por reacción del hierro con ácido nítrico a una temperatura de reacción de al menos 90 °C, produciendo de este modo una segunda corriente que contiene óxido de nitrógeno,
 - c) preparar una suspensión de pigmento de hematita
 - I. haciendo reaccionar la suspensión acuosa de núcleo de hematita de la etapa b) con la solución de nitrato de hierro (II) de la etapa a) y al menos un precipitante alcalino en presencia de al menos un gas que contiene oxígeno, y/o
 - II. haciendo reaccionar la suspensión de núcleo de hematita acuosa de la etapa b) con la solución de nitrato de hierro (II) de la etapa a) y al menos un gas que contiene oxígeno, produciendo de este modo una tercera corriente que contiene óxido de nitrógeno,
 - d) aislar de la fase acuosa el pigmento de hematita presente en la suspensión acuosa de pigmento de hematita,
 - e) oxidar la segunda corriente que contiene óxido de nitrógeno de la etapa b), produciendo de este modo una segunda corriente que contiene óxido de nitrógeno oxidada,
 - f) poner en contacto la primera corriente que contiene óxido de nitrógeno y/o la tercera corriente que contiene óxido de nitrógeno oxidada y/o la segunda corriente que contiene óxido de nitrógeno oxidada de la etapa e) con una fase de lavado acuosa, produciendo de este modo una corriente de gas previamente purificada y una fase de lavado enriquecida con ácido nítrico,
 - g) retirar el monóxido de dinitrógeno y/o los gases nitrosos de la corriente de gas purificada previamente de la etapa f) mediante calentamiento a una temperatura de 200 a 1400 °C

2. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además la etapa:

h) eliminar de la fase acuosa de la etapa d) al menos los compuestos de amonio y/o los compuestos de nitrito y/o los compuestos de nitrato, produciendo de este modo un agua residual purificada y opcionalmente un agua residual enriquecida con sal.

3. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, que comprende adicionalmente una o más de las etapas de

i) devolver la fase de lavado de ácido nítrico formada en la etapa f) a las etapas a), b) y/o c), y/o

j) utilizar la corriente de gas purificada calentada de la etapa g) para precalentar la corriente de gas purificada previamente de la etapa f), formando una corriente de gas purificada previamente precalentada y un gas residual purificado enfriado.

4. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde la etapa a) se hace a una temperatura de 10 a 60 °C, para dar una solución de nitrato de hierro (II).

5. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde la etapa b) se hace a una temperatura de reacción de 90 a 99 °C.

6. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde la etapa b) comprende al menos las etapas de

i) proporcionar una mezcla de hierro y agua que tiene una temperatura de 60-120 °C, y

ii) añadir ácido nítrico a la mezcla de la etapa i), y

iii) opcionalmente separar posteriormente cualquier hierro sin reaccionar de la suspensión de núcleo de hematita acuosa preparada de este modo,

donde los núcleos de hematita presentes en la suspensión de núcleo de hematita acuosa tienen un tamaño de partícula de menos de o igual a 100 nm y un área de superficie específica BET de 40 m²/g a 150 m²/g, medida de acuerdo con DIN 66131.

7. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con la reivindicación 6, donde la etapa b) comprende además

iii) separar posteriormente cualquier hierro sin reaccionar de la suspensión de núcleo de hematita acuosa preparada de este modo,

donde los núcleos de hematita presentes en la suspensión de núcleo de hematita acuosa tienen un tamaño de partícula de menos de o igual a 100 nm y un área de superficie específica BET de 40 m²/g a 150 m²/g, medida de acuerdo con DIN 66131.

8. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con la reivindicación 6 o 7, donde en la etapa ii) la adición de ácido nítrico diluido a la mezcla de la etapa i) tiene lugar a una velocidad de adición tal que la mezcla de reacción se calienta por lo menos hasta 15 °C en menos de 120 minutos después del final de la adición de ácido nítrico, preferentemente también sin suministro de calor externo.

9. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, donde en la variante I. de la etapa c), la temperatura durante la reacción es de 70 a 100 °C, y la solución de nitrato de hierro (II) de la etapa a) y al menos un precipitante alcalino se dosifican y la mezcla de reacción se oxida con al menos un gas que contiene oxígeno con de 0,2 a 100 litros, por hora y por litro de suspensión, hasta que el pigmento de óxido de hierro rojo logra el tono de color deseado.

10. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde en la variante II. de la etapa c), la suspensión de pigmento de hematita se prepara mediante la reacción de la suspensión de núcleo de hematita con hierro y solución de nitrato de hierro (II) a temperaturas de 70 a 100 °C, y mediante oxidación con de 0,2 a 100 litros de al menos un gas que contiene oxígeno, por hora y por litro de la suspensión, hasta que el pigmento de óxido de hierro rojo logra el tono de color deseado.

11. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, donde en la etapa d), el aislamiento del hierro pigmento de óxido de hierro rojo presente en la suspensión se lleva a cabo mediante filtración y/o sedimentación y/o centrifugación, y/o una o más etapas de cribado, se llevan a cabo antes de aislar el pigmento de óxido de hierro rojo de la fase acuosa.

12. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, donde en la etapa d) se añaden al menos una sal sulfato, a la suspensión de pigmento de hematita durante o antes del cribado y/o durante o antes del aislamiento.

13. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, donde en la etapa e) la segunda corriente que contiene óxido de nitrógeno de la etapa b) se pone en contacto para la oxidación con al menos un agente oxidante.

14. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con la reivindicación 13, en el que el al menos un agente oxidante es aire, oxígeno, ozono y/o peróxido de hidrógeno.

15. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con la reivindicación 13, en el que la radiación de alta energía es radiación UV.

16. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en el que la segunda corriente que contiene óxido de nitrógeno de la etapa b) contiene de 1 a 2.000 g/m³ de gases nitrosos (calculado como g/m³ de NO₂) y/o de 0,5 a 2.000 g/m³ de monóxido de dinitrógeno.

17. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, en el que la segunda corriente que contiene óxido de nitrógeno oxidada obtenida después de la etapa f) contiene no más del 50 %, de la fracción original de monóxido de nitrógeno presente antes de la etapa f).

18. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, donde en la etapa g), la corriente de gas purificada previamente de la etapa f) se pone en contacto con amoníaco o con un compuesto químico que se descompone para dar amoníaco en presencia de uno o más catalizadores.

19. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, donde en la etapa g), el gas residual purificado tiene una concentración de 0,001 a 0,3 g/m³ de gases nitrosos (calculado como NO₂), y/o de 0,001 a 0,3 g/m³ de monóxido de dinitrógeno.

20. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 3 a 19, donde en la etapa h), los compuestos de amonio, los compuestos de nitrato o los compuestos de nitrito, se eliminan de la fase acuosa de la etapa d) mediante precipitación oxidativa y/o desnitrificación y/o coagulación y/o floculación y/o sedimentación y/o filtración y/o ultrafiltración y/u ósmosis inversa.

21. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20, donde en la etapa g), la temperatura de la corriente de gas purificada previamente obtenida de acuerdo con la etapa f) del proceso de la invención se aumenta a 250 a 500 °C, y posteriormente a 800 a 1400 °C.

22. Proceso de producción de pigmentos de óxido de hierro rojos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 21, donde la etapa c) y/o la etapa d) se llevan a cabo usando sales de sulfato y el agua residual enriquecida en sal obtenida en la etapa h) se recicla en la etapa c) y/o la etapa d).

23. Dispositivo para la producción de pigmentos de óxido de hierro rojos, que comprende al menos

- al menos un reactor (1), y
- al menos un reactor (2), y
- al menos un reactor (3), y

- al menos un depurador (4), donde
 - (a) el al menos un reactor (1) se comunica a través de al menos una línea (L-3a) con el al menos un depurador (4) o (6), y
 - (b) el al menos un reactor (3) se comunica a través de al menos una línea (L-3b) con el al menos un depurador (4) o (6), y
 - (c) el al menos un reactor (2) se comunica a través de al menos una línea (L-4) con al menos una unidad de oxidación (5) y la al menos una unidad de oxidación (5) se comunica a través de al menos una línea (L-5) con el al menos un depurador (4) o (6), y
- al menos una unidad de purificación de gas residual (9) y al menos un calentador (8), la al menos una unidad de purificación de gas residual (9) se comunica a través de al menos una línea (L-8) con al menos un calentador (8) y el al menos un calentador (8) se comunica a través de al menos una línea (L-7) con el al menos un depurador (4) o (6).

24. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 23 que comprende además al menos una unidad de purificación aguas residuales (10), que se comunica a través de al menos una línea (L-10) con al menos un reactor (3) o con al menos un medio de aislamiento (34).

25. Dispositivo de acuerdo con las reivindicaciones 23 o 24, que además comprende al menos un intercambiador de que se comunica a través de al menos una línea (L-6a), con el al menos un depurador (4), a través de al menos una línea (L-6b) con el al menos un depurador (6), a través de al menos una línea (L-7) con el al menos un calentador (8) y a través de al menos una línea (L-9) con la al menos una unidad de purificación de gas residual (9).

26. Dispositivo de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 23 a 25, que además comprende al menos un medio de aislamiento (34) que se comunica a través de al menos una línea (L-10) con al menos una unidad de purificación de aguas residuales (10) y a través de al menos una línea (L-32) con al menos un reactor (3).

RESUMEN

La presente invención se refiere a un proceso mejorado para la producción de pigmentos de óxido de hierro rojos mediante el proceso de Penniman con nitrato (también denominado proceso de nitrato o proceso de rojo directo), donde dicho proceso consta de las siguientes etapas:

- a) preparar una solución de nitrato de hierro (II) por reacción de 0,4 a 10 moles de hierro por mol de ácido nítrico a una temperatura de 60 °C o menos, produciendo de este modo una primera corriente que contiene óxido de nitrógeno,
- b) preparar una suspensión de núcleo de hematita acuosa por reacción del hierro con ácido nítrico a una temperatura de reacción de al menos 90 °C, produciendo de este modo una segunda corriente que contiene óxido de nitrógeno,
- c) preparar una suspensión de pigmento de hematita
 - I. haciendo reaccionar la suspensión acuosa de núcleo de hematita de la etapa b) con la solución de nitrato de hierro (II) de la etapa a) y al menos un precipitante alcalino en presencia de al menos un gas que contiene oxígeno, y/o
 - II. haciendo reaccionar la suspensión de núcleo de hematita acuosa de la etapa b) con la solución de nitrato de hierro (II) de la etapa a) y al menos un gas que contiene oxígeno, produciendo de este modo una tercera corriente que contiene óxido de nitrógeno,
- d) aislar de la fase acuosa el pigmento de hematita presente en la suspensión acuosa de pigmento de hematita,
- e) oxidar la segunda corriente que contiene óxido de nitrógeno de la etapa b), produciendo de este modo una segunda corriente que contiene óxido de nitrógeno oxidada,
- f) poner en contacto la primera corriente que contiene óxido de nitrógeno y/o la tercera corriente que contiene óxido de nitrógeno oxidada y/o la segunda corriente que contiene óxido de nitrógeno oxidada de la etapa e) con una fase de lavado acuosa, produciendo de este modo una corriente de gas previamente purificada y una fase de lavado enriquecida con ácido nítrico,

g) retirar el monóxido de dinitrógeno y/o los gases nitrosos de la corriente de gas purificada previamente de la etapa f) mediante calentamiento a una temperatura de 200 a 1400 °C

La invención también se refiere a un aparato o dispositivo para la aplicación de este proceso.