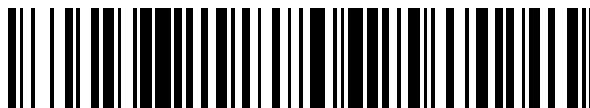


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 408 854**

21 Número de solicitud: 201230952

51 Int. Cl.:

C04B 33/10 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

19.06.2012

43 Fecha de publicación de la solicitud:

21.06.2013

71 Solicitantes:

INDUSTRIAS DEL CUARZO, S.A. (100.0%)
Paseo de la Castellana, 77
28046 Madrid ES

72 Inventor/es:

FRESNILLO GONZÁLEZ, Lorenzo

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Nuria

54 Título: **Método de reducción del contenido en óxido de hierro en feldespatos**

57 Resumen:

Método de reducción del contenido en óxido de hierro en feldespatos.

Los feldespatos se encuentran en la naturaleza mezclados con otros minerales, que se eliminan habitualmente por técnicas de cribado, flotación, concentración, separación magnética y purificación. Sin embargo con estas técnicas se eliminan las impurezas que no forman parte del grano de feldespato, en el grano del feldespato así tratado aparecen comúnmente restos de óxido de hierro adheridos a su superficie, que es conveniente eliminar en ciertas aplicaciones específicas dentro de los sectores industriales del vidrio y la cerámica. El método de la invención permite eliminar ese óxido de hierro adherido a la superficie del grano, y consiste en tratar el grano feldespato con una solución de ácido clorhídrico diluido en agua mediante mezcla y agitación. El producto así obtenido, con una concentración de sólidos del orden del 60%, se somete a una fase de escurrido para la recuperación parcial del medio ácido y a un posterior lavado con una disolución de agua alcalina para eliminar el residuo ácido en el feldespato y neutralizar el líquido remanente, obteniéndose por un lado feldespato con un bajo contenido en óxido de hierro, inferior al 0,04%, y como producto residual agua ya neutralizada.

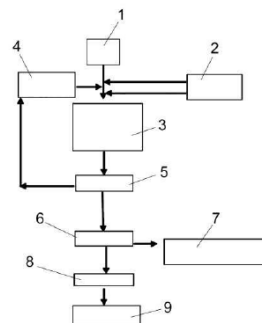


FIG. 1

**MÉTODO DE REDUCCIÓN DEL CONTENIDO EN ÓXIDO DE
HIERRO EN FELDESPATOS**

5

DESCRIPCIÓN

OBJETO DE LA INVENCION

10 La presente invención se refiere a un nuevo método para
reducción del contenido en óxido de hierro en feldespatos, mediante el
tratamiento de éstos últimos con ácido clorhídrico.

15 El método de la invención se sitúa en el ámbito de los minerales
industriales utilizados en las industrias cerámicas y del vidrio, entre otras.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

20 Como es sabido, los feldespatos se encuentran en la naturaleza
mezclados con otros minerales, que es preciso separar. Para conseguir esta
separación de los feldespatos, existen distintas técnicas de concentración y
purificación.

25 Con cualquiera de estas técnicas el grano de feldespato aparece
comúnmente con restos de óxido de hierro adheridos a su superficie, restos
que consecuentemente aumentan el porcentaje en óxido de hierro del
producto, y que es conveniente eliminar para ciertas aplicaciones
específicas dentro de los citados sectores del vidrio y la cerámica.

Los tratamientos aplicados hasta la fecha, aunque eliminan el resto de sustancias que incrementan el porcentaje de hierro en el producto final, no consiguen, ninguno de ellos, la eliminación del óxido que contamina la superficie del grano.

5

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

El método que la invención propone resuelve de forma plenamente satisfactoria la problemática anteriormente expuesta, consiguiendo una drástica reducción del contenido en óxido de hierro en el producto final.

Para ello y de forma mas concreta, la invención consiste en tratar los feldespatos obtenidos del medio natural mediante concentración por técnicas de flotación, con ácido clorhídrico (HCl), en una concentración molar comprendida entre 2 y 10, a una temperatura comprendida entre los 5° C y los 70° C, y durante un tiempo en función de la temperatura alcanzada, todo ello con agitación constante en acondicionadores de pulpa.

20

Específicamente, el feldespato se mezcla con el ácido clorhídrico, diluido en agua, en una concentración de sólidos del 60%, y se mantiene en agitación durante un tiempo adecuado para conseguir el valor deseado del óxido de hierro final.

25

Posteriormente la pulpa se pasa a través de un agotador, para su escurrido, y el agua obtenida en el mismo se recircula para ser utilizada de nuevo en la dilución del ácido clorhídrico, mientras que el feldespato escurrido se lava con una disolución neutralizadora alcalina hasta pH 6 - 8.

Como resultado de esta fase de lavado se obtiene por un lado agua ácida, que debe ser neutralizada, y por otro el feldespato con un bajo contenido en óxido de hierro (Fe_2O_3).

5

Se consiguen de esta manera feldespatos con un porcentaje en óxido de hierro inferior al 0,04%.

10 **DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS**

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características del invento, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica del mismo, se acompaña como parte integrante de dicha descripción, un único dibujo en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado un diagrama de bloques correspondiente al método de reducción del contenido en óxido de hierro en feldespatos que constituye el objeto de la presente invención.

20

REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION

A la vista de la figura reseñada puede observarse como el método de la invención parte de la utilización como materia prima de feldespatos (1), obtenidos bien directamente del medio natural o bien posteriormente purificados y concentrados mediante técnicas de flotación y/o separación magnética, como ya se ha apuntado con anterioridad, feldespatos que son tratados posteriormente con una mezcla (2) de ácido clorhídrico y agua, en

la que el ácido clorhídrico representa una proporción entre el 10% y el 37%.

5 Esta combinación pasa a la fase de mezcla (3) con una concentración molar entre 2 y 12, y a una temperatura comprendida entre los 5° C y los 70° C, siendo el tiempo de dicha fase operativa en función de la temperatura alcanzada con agitación constante en acondicionadores de pulpa.

10 El feldespatos se mezcla con el ácido clorhídrico diluido en agua, más el agua de recirculación (4) que se obtiene en una fase de escurrido (5) de la mezcla, todo ello con una concentración de sólidos entorno al 60%.

15 La fase de agitación se mantiene durante el tiempo necesario para conseguir el valor deseado de óxido de hierro final.

20 Tras la fase de escurrido (5), se somete el feldespatos a una fase de lavado (6), que da como resultado el feldespatos (7) de bajo contenido en óxido de hierro, y como producto residual agua ácida (8), que debe ser neutralizada (9).

La citada fase de lavado se lleva a cabo con una disolución neutralizadora alcalina de hasta un pH 6 - 8.

25

EJEMPLO DE REALIZACIÓN PRÁCTICA DE LA INVENCION

Se parte de una determinada cantidad de feldespatos, con una concentración de óxido de hierro del orden de 0,1%.

30

Se añade ácido clorhídrico diluido en agua al 18,5% hasta obtener una concentración de sólidos entorno al 60%.

5 Mezclado se mantiene en agitación durante un tiempo no inferior a 4 horas y a una temperatura superior a 20° C. Un incremento en la temperatura reduce exponencialmente el tiempo de permanencia necesario.

10 Posteriormente se realiza el escurrido del feldespato con un agotador, e inmediatamente a continuación un lavado del producto con un volumen de agua con cal, de pH 12, en una proporción de 5:1 para obtener un pH resultante comprendido entre 6 y 8 unidades.

15 El resultado del porcentaje de óxido de hierro en el feldespato resulta inferior al 0,04%, es decir del orden de 3 veces inferior al del feldespato original.

REIVINDICACIONES

1^a.- Método de reducción del contenido en óxido de hierro en feldespatos, que teniendo como finalidad eliminar el óxido que contamina la superficie del grano de feldespato, se caracteriza porque consiste en un tratamiento del feldespato con ácido clorhídrico (HCl).

2^a.- Método de reducción del contenido en óxido de hierro en feldespatos, según reivindicación 1, caracterizado porque en el mismo se establecen las siguientes fases operativas:

- Mezcla del feldespato con ácido clorhídrico diluido y agua, y agitación de dicha mezcla.
- Escurrido del feldespato.
- Lavado con agua con cal obteniéndose un feldespato con un porcentaje de óxido de hierro inferior al 0,04%.
- Neutralización del agua ácida obtenida como producto residual en la fase anterior.

3^a.- Método de reducción del contenido en óxido de hierro en feldespatos, según reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el agua y el ácido clorhídrico obtenidos en la fase del escurrido son recirculados hacia el punto de mezcla del feldespato utilizado como materia prima con ácido clorhídrico diluido en agua.

4^a.- Método de reducción del contenido en óxido de hierro en feldespatos, según reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el ácido clorhídrico está diluido en agua a una concentración entre el 10% y el 37%.

5^a.- Método de reducción del contenido en óxido de hierro en feldespatos, según reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la mezcla del feldespato inicial con el ácido clorhídrico diluido en agua se realiza hasta un estado en que la concentración del sólidos sea del 60%.

5

6^a.- Método de reducción del contenido en óxido de hierro en feldespatos, según reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el ácido clorhídrico utilizado tiene una concentración molar comprendida entre 2 y 12.

10

7^a.- Método de reducción del contenido en óxido de hierro en feldespatos, según reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se realiza a una temperatura comprendida entre 5° C y 70° C, durante un tiempo variable en función de la temperatura elegida.

15

8^a.- Método de reducción del contenido en óxido de hierro en feldespatos, según reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el agua con cal utilizada para la neutralización del efluente final tiene un pH superior a 7.

20

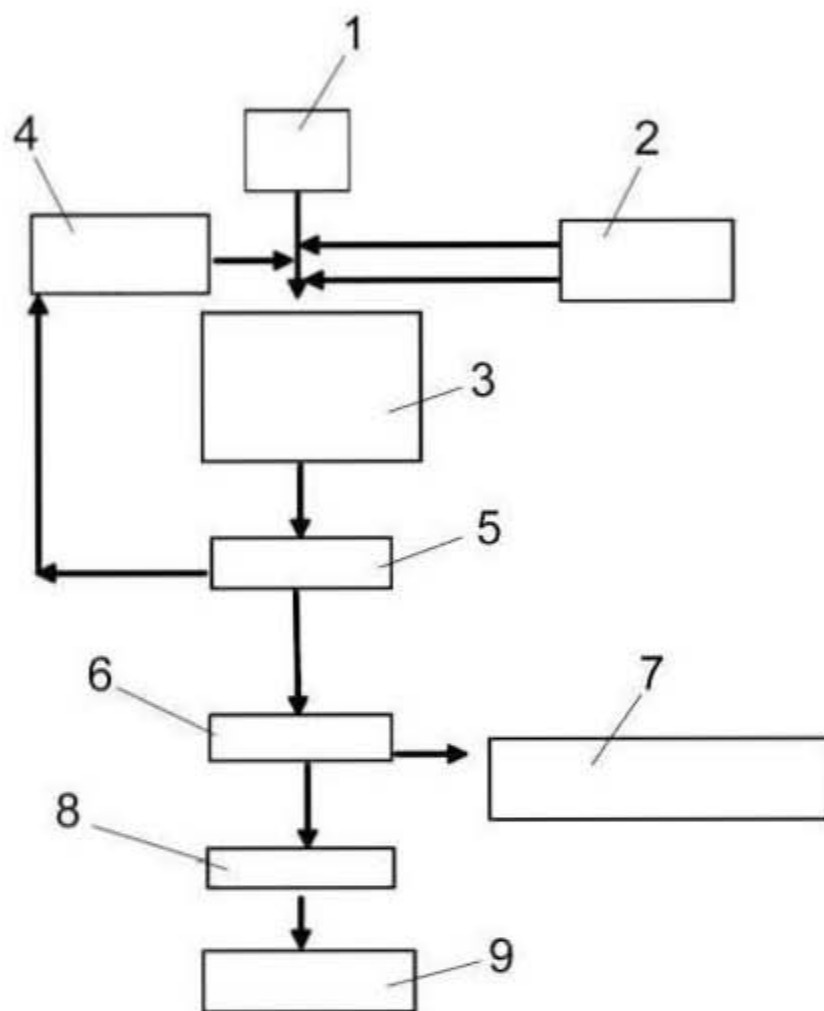


FIG. 1



- ②① N.º solicitud: 201230952
②② Fecha de presentación de la solicitud: 19.06.2012
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: **C04B33/10** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	WEI L et al. Effects of mechanical activation on the HCl leaching behavior of plagioclase, ilmenite and their mixtures. Hydrometallurgy, 01/10/2009, Volumen: 99, No: 1-2, Pags: 39-44. Resumen, Parte experimental, Figuras 5-7.	1-6,8
X	US 4405588 A (CABALLERO ALEJANDRO J et al.) 20.09.1983, columna 4, líneas 27-41; columna 5, líneas 46-61; reivindicaciones 1,4,8.	1-6,8
X	ES 2069163 T3 (CONSIGLIO NAZIONALE RICERCHE) 01.05.1995, página 3 líneas 1-9; Tabla 4; reivindicaciones 1-7.	1-8
X	ES 371382 A1 (BRITISH IND SAND LTD) 16.10.1971, página 3, línea 18 – página 5, línea 22; reivindicaciones 1-3,11.	1-8
A	SNALL S et al. Leachability of major elements from minerals in strong acids. Journal of Geochemical Exploration 10.2000, Volumen: 71 No: 1 Pags: 1-12. Resumen, 2.3 Lixiviación, Tablas 7 y 9.	1-8
A	GB 1464990 A (DYNAMIT NOBEL AG) 16.02.1977, página 1, líneas 9-31; página 1, línea 64 – página 2, línea 53; reivindicaciones 1,2,5.	1-8

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
11.02.2013

Examinador
M. González Rodríguez

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C04B

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, XPESP, COMPENDEX, INSPEC.

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 11.02.2013

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-8	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-8	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	WEI L et al. Effects of mechanical activation on the HCl leaching behavior of plagioclase, ilmenite and their mixtures.	01.10.2009
D02	US 4405588 A (CABALLERO ALEJANDRO J et al.)	20.09.1983
D03	ES 2069163 T3 (CONSIGLIO NAZIONALE RICERCHE)	01.05.1995
D04	ES 371382 A1 (BRITISH IND SAND LTD)	16.10.1971

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la presente invención es un procedimiento para la reducción del contenido de óxido de hierro en feldespatos mediante su tratamiento con ácido clorhídrico.

El documento D01 se considera el más próximo del estado de la técnica al objeto de la invención y divulga un tratamiento para la eliminación de hierro de plagioclasa (feldespato) mediante la mezcla del mineral con una disolución de ácido clorhídrico del 20% w/w (6M) a temperaturas entre 85-105°C. El contenido de hierro de la muestra se reduce hasta en un 50%. (Ver Resumen, Parte experimental, Figuras 5-7).

El Documento D02 divulga un procedimiento para eliminar impurezas de hierro de minerales, que consiste en la molienda, lavado y secado del mineral y su tratamiento con ácido clorhídrico al 35% w/w para convertir las impurezas de hierro en hierro soluble y así eliminarlas tras el lavado del producto. (Ver columna 4 líneas 27-41, columna 5 líneas 46-61, Reivindicaciones 1, 4 y 8).

El documento D03 divulga un procedimiento para la eliminación de hierro de caolín, cuarzo y otros minerales cerámicos, en el cual el material se suspende en una disolución de ácido clorhídrico 0,1-5 M, que se mantiene agitada con o sin calentamiento (20-120°C) durante un tiempo de 6-48 horas. (Ver página 3 líneas 1-9, Tabla 4, Reivindicaciones 1-7).

El documento D04 divulga un procedimiento para la eliminación de impurezas de hierro de arena que consiste en la puesta en contacto de la muestra con ácido clorhídrico en una concentración entre el 15-25% w/w a temperaturas entre 70-120°C, lavado con agua y recuperación de los reactivos. El producto final obtenido tiene concentraciones de hierro inferiores de 0.025-0.03% w/w. (Ver página 3, línea 18 - página 5, línea 22, reivindicaciones 1-3, 11).

Por lo tanto, el objeto de la invención tal y como se recoge en las reivindicaciones 1 y 2 ha sido divulgado en los documentos D01, D02, D03 y D04 considerados individualmente y carece de novedad (Art. 6.1 LP).

El objeto de las reivindicaciones dependientes 3-8, relativas a las condiciones de reacción (concentración de disolución de ácido clorhídrico, concentración de sólidos en la mezcla y temperatura de reacción) y a etapas de neutralización y recirculación de reactivos, o bien ha sido divulgado en los documentos citados, o bien constituye modificaciones de técnicas ampliamente conocidas en el campo técnico.

En consecuencia, el objeto de la invención tal y como se recoge en las reivindicaciones 3-8 no cumple con los requisitos de novedad y actividad inventiva (Art. 6.1 y 8.1 LP).