



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

1 Número de publicación: $2\ 359\ 318$

(51) Int. Cl.:

C01G 49/14 (2006.01)

C09C 1/24 (2006.01)

C05D 9/02 (2006.01)

C04B 22/14 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

Т3

- 96 Número de solicitud europea: 05740658 .9
- 96 Fecha de presentación : **23.05.2005**
- 97 Número de publicación de la solicitud: 1756008 97 Fecha de publicación de la solicitud: 28.02.2007
- 🗿 Título: Sulfato de hierro aglomerado, capaz de corrimiento, con un material de soporte, procedimiento para su producción y su utilización.
- (30) Prioridad: **28.05.2004 DE 10 2004 026 695**
- 73 Titular/es: SACHTLEBEN CHEMIE GmbH Dr. Rudolf-Sachtleben-Strasse 4 47198 Duisburg, DE
- (45) Fecha de publicación de la mención BOPI: 20.05.2011
- (72) Inventor/es: Amirzadeh-Asl, Djamschid
- 45) Fecha de la publicación del folleto de la patente: 20.05.2011
- (74) Agente: Elzaburu Márquez, Alberto

ES 2 359 318 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Sulfato de hierro aglomerado, capaz de corrimiento, con un material de soporte, procedimiento para su producción y su utilización

El invento se refiere a un sulfato de hierro aglomerado, capaz de corrimiento, con un material de soporte, a un procedimiento para su producción y a su utilización, entendiéndose como sulfato de hierro el sulfato de hierro(II) o el sulfato de hierro(III) o una mezcla de ellos.

El sulfato de hierro(II) encuentra utilización p.ej. en la industria del cemento para la reducción de Cr(VI) a la forma de Cr(III). El sulfato de hierro encuentra utilización en general en la agricultura (como agente fertilizante y para la destrucción del musgo), en la medicina, en la farmacia y en el tratamiento de aguas residuales. En este caso, es necesario con frecuencia que el sulfato de hierro se presente en estado aglomerado, y sea bien capaz de fluir y transportable neumáticamente.

10

15

35

40

En el documento de solicitud de patente europea EP 1 314 706 A2 se describe un sulfato de hierro(II) que se compone de la sal verde, a la que se había añadido un material de soporte inerte (p.ej. gel de sílice), teniendo la mezcla obtenida una granulación con un residuo en el tamiz sobre un tamiz de 0,2 mm, que es menor o igual que 30 %. De manera, preferida el material de soporte inerte es añadido en una proporción de 5 a 15 % en peso relativamente a la cantidad de la sal verde; es especialmente preferida una proporción de aproximadamente 10 % en peso.

Resulta desventajoso en esta mezcla de sulfato de hierro(II) el hecho de que este material con frecuencia se puede transportar neumáticamente sólo con dificultades. Además, la capacidad de corrimiento del material no está garantizada. Por lo demás, el material, en el caso de un prolongado almacenamiento, puede absorber humedad, con lo que se forman grumos. Éstos pueden conducir a un taponamiento de la instalación de transporte o respectivamente de la instalación dosificadora. Además de esto, una formación de grumos conduce a una reducción de la actividad del sulfato de hierro(II). También, la estabilidad en almacenamiento no está garantizada suficientemente con ello. Una desventaja adicional de la mezcla conocida a base de sulfato de hierro(II) y de un material de soporte inerte es el contenido, por regla general demasiado alto, de materiales de soporte. Por medio del contenido demasiado alto de materiales de soporte, se necesita una dosificación más alta de la mezcla de sulfato de hierro(II), con el fin de llevar a la cantidad deseada de la sustancia activa sulfato de hierro dentro del respectivo sistema de uso. De esta manera se arrastran dentro del sistema de uso demasiadas sustancias ajenas indeseadas, con lo cual se influye desventajosamente sobre la calidad final del producto.

Es una misión del invento superar las desventajas del estado de la técnica y en particular proporcionar un sulfato de hierro aglomerado, capaz de corrimiento, que se distinga por un contenido lo más bajo que sea posible de materiales de soporte.

El problema planteado por esta misión se resuelve mediante un sulfato de hierro, que contiene un material de soporte inerte en una proporción de 0,5 a 4,5 % en peso, referida a la cantidad de sulfato de hierro empleado, realizándose que el sulfato de hierro que contiene el material de soporte tiene una granulación con un residuo en el tamiz sobre un tamiz de 0,2 mm, que es mayor que 35 % en peso y con un residuo en el tamiz sobre un tamiz de 10 mm, que es menor que 1 % en peso. El sulfato de hierro puede presentarse en forma de sulfato de hierro(II) o de sulfato de hierro(II) o como una mezcla de ellos.

Se encontró que un sulfato de hierro con estas propiedades, a pesar del contenido del material de soporte inerte, más pequeño en comparación con el estado de la técnica, tiene los deseados aglomerados, es capaz de corrimiento y mediante la disminuida proporción de materiales finos no presenta las desventajas arriba mencionadas.

El sulfato de hierro empleado puede ser anhidro o contener agua de hidratación (p.ej. de 1 a 7 moles de agua de hidratación por cada mol de sulfato de hierro). En una preferida forma de realización del invento, el sulfato de hierro(II) se presenta en forma de la sal verde o de la sal del filtro procedente de la producción de dióxido de titanio.

Según sea el grado de pureza, el sulfato de hierro empleado puede contener todavía más o menos impurezas, p.ej. 45 compuestos de Mg, Al, Si, Ca o Ti, que pueden presentarse p.ej. en forma de un óxido o sulfato.

El sulfato de hierro empleado, junto al agua de hidratación, puede contener todavía agua combinada físicamente (humedad), p.ej. en un intervalo de 1 a 45 % en peso. De manera preferida, el sulfato de hierro húmedo tiene un contenido de 5 a 40 % en peso, de manera especialmente preferida de 10 a 35 % en peso. También se puede emplear un sulfato de hierro seco.

El material de soporte inerte puede actuar como agente desecante y de separación. Como material de soporte inerte se puede emplear p.ej.: SiO₂ (p.ej. en la forma de ácido silícico o gel de sílice), silicato de sodio, silicato de calcio, silicato de magnesio, silicato de sodio y aluminio, silicato de potasio y aluminio, óxido de aluminio (activado), pentóxido de fósforo, CaSO₄ (anhidrita), zeolita o cemento. Se prefieren en este caso un gel de sílice producido sintéticamente o un

ácido silícico producido sintéticamente (p.ej. por vía pirógena). El material de soporte empleado tiene de manera preferida un tamaño medio de granos d_{50} de 10 nm a 1 mm, de manera especialmente preferida de 100 nm a 300 μ m y de manera muy especialmente preferida de 1 μ m a 200 μ m.

Una proporción añadida mínima preferida del material de soporte inerte es la de 1 % en peso. Una proporción añadida máxima preferida del material de soporte inerte es la de 4 % en peso, y es especialmente preferida la de 3,5 % en peso (en cada caso referida a la cantidad del sulfato de hierro empleado).

10

15

De manera preferida, el sulfato de hierro conforme al invento tiene un tamaño inferior de granos en el que el residuo en el tamiz sobre un tamiz de 0,2 mm, es mayor que 40 % en peso. En el caso de un tamaño de granos superior preferido, el residuo en el tamiz sobre un tamiz de 5 mm, es menor que 2 % en peso y, en el caso de un tamaño de granos superior especialmente preferido, el residuo en el tamiz sobre un tamiz de 2 mm, es menor que 2 % en peso.

El sulfato de hierro conforme al invento, que contiene un material de soporte inerte, se puede producir de la siguiente manera: Un sulfato de hierro seco o húmedo (con un contenido de agua p.ej. de 1 a 45 % en peso, calculado sin agua de hidratación) se mezcla con 0,5 a 4,5 % en peso (referido a la cantidad del sulfato de hierro empleado) de un material de soporte inerte. Cuanto más fino se presente el material de soporte inerte, tanto más pequeña se puede escoger la proporción añadida del material de soporte. La mezcladura se puede efectuar en equipos mezcladores usuales (p.ej. un mezclador de tambor, un mezclador de reja de arado, un mezclador de paletas, un mezclador de espiral y cinta transportadora, un mezclador de paletas planas o un mezclador de tornillo sinfín).

- La mezcla puede también ser granulada por compresión. En este caso, en un tambor de granulación o en un plato de granulación se puede ajustar la granulación deseada mediante la adición del material de soporte. Los tambores de granulación son unos tubos rotatorios ligeramente inclinados con o sin construcciones internas incorporadas, en los cuales mediante un movimiento de rotación resulta un granulado esférico con diversos diámetros. En el caso del plato de granulación, el material a granular es añadido sobre la parte central de un plato rotatorio inclinado y es conformado mediante el movimiento rodante en una fase de trabajo para dar el aglomerado deseado.
- Con el fin de llegar a los tamaños de granos deseados, eventualmente a partir del producto obtenido se pueden separar los tamaños de granos que no sean deseados. P.ej. el sulfato de hierro aglomerado, que contiene un material de soporte inerte, puede ser tamizado, con el fin de separar el material con un tamaño de granos no deseado. En la mayor parte de los casos, no obstante, mediante elección de los parámetros del procedimiento (el contenido de humedad del sulfato de hierro empleado, la proporción añadida del soporte inerte, el ajuste del equipo mezclador) se puede obtener directamente un producto con el deseado tamaño de granos.
- La mezcla aglomerada, capaz de corrimiento, a base de sulfato de hierro y de un material de soporte inerte, puede ser sometida a un tratamiento térmico. Esto se puede llevar a cabo de manera preferida a una temperatura de 40 a 150 °C. La duración del tratamiento térmico es de manera preferida de 5 minutos hasta de 2 días. De esta manera, se puede eliminar por completo, o eliminar parcialmente el agua combinada físicamente, o respectivamente el agua de hidratación.
- El sulfato de hierro(II) conforme al invento encuentra utilización en la agricultura como aditivo para agentes fertilizantes, como agente destructor del musgo, como agente fitoprotector y como fertilizante de céspedes, en el tratamiento de aguas residuales (como agente de precipitación y floculación), en la producción de productos a base de un óxido de hierro, en particular pigmentos de óxidos de hierro, y como aditivo a un pienso para animales.
- Como agente aditivo para cemento, mortero y hormigón, el sulfato de hierro(II) puede reducir al cromo(VI) soluble, que está presente en cantidades trazas en el cemento, para dar cromo(III) insoluble. La proporción añadida preferida del sulfato de hierro(II) aglomerado, que contiene un soporte inerte, está situada entre 0,01 a 4% en peso, referida a la cantidad de cemento, mortero u hormigón.
- El sulfato de hierro(III) conforme al invento encuentra utilización en el caso de la fijación de sulfuro de hidrógeno, en el caso de la precipitación de fosfatos y en general en caso de la purificación mecánica de aguas residuales (como agente de precipitación y floculación) y en la producción de productos de óxidos de hierro, en particular pigmentos de óxidos de hierro. Otras posibilidades de utilización son la adición a un pienso de animales y al empleo como agente destructor del musgo y agente fertilizante de céspedes.

El objeto del invento es explicado con mayor detalle con ayuda de los siguientes Ejemplos:

Ejemplo 1: Producción de sulfato de hierro(II) aglomerado, capaz de corrimiento, con gel de sílice

50 En un mezclador por cargas se dispusieron previamente 10 kg de sulfato de hierro(II) heptahidrato con una humedad de 30 % en peso y, después de haber añadido 0,35 kg de gel de sílice (análisis con tamiz 99 % < 100 μm), se mezclaron

ES 2 359 318 T3

durante 5 minutos. La capacidad de corrimiento se ajustó ya después de 2 minutos. El producto obtenido tenía el siguiente análisis de tamiz (granulométrico)

> 2 mm 1,1 % en peso

> 1 mm 11 % en peso

5

> 0,5 mm 45 % en peso > 0,2 mm 75 % en peso.

El sulfato de hierro(II) aglomerado, obtenido de esta manera, mostró una sobresaliente capacidad de corrimiento y se puede transportar muy bien por medios neumáticos.

REIVINDICACIONES

- 1. Sulfato de hierro, **caracterizado porque** contiene un material de soporte inerte en una proporción de 0,5 a 4,5 % en peso, referida a la cantidad de sulfato de hierro empleado, teniendo el sulfato de hierro, que contiene el material de soporte inerte, una granulación con un residuo en el tamiz sobre un tamiz de 0,2 mm, que es mayor que 35 % en peso y un residuo en el tamiz sobre un tamiz de 10 mm, que es menor que 1 % en peso.
- 5 2. Sulfato de hierro de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el sulfato de hierro se presenta en forma de sulfato de hierro(II).
 - 3. Sulfato de hierro de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el sulfato de hierro se presenta en forma de sulfato de hierro(III).
- 4. Sulfato de hierro de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el sulfato de hierro se presenta como una mezcla de sulfato de hierro(III) y de sulfato de hierro(III).
 - 5. Sulfato de hierro de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado porque** como sulfato de hierro(II) se emplea la sal verde o la sal del filtro.
 - 6. Sulfato de hierro de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** el sulfato de hierro empleado contiene agua de hidratación.
- 15 7. Sulfato de hierro de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** el sulfato de hierro empleado contiene, junto al agua de hidratación, todavía agua combinada físicamente (humedad).
 - 8. Sulfato de hierro de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado porque** el sulfato de hierro húmedo tiene un contenido de agua de 1 a 45 % en peso.
- 9. Sulfato de hierro de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado porque** el sulfato de hierro húmedo tiene 20 un contenido de agua de 5 a 40 % en peso.
 - 10. Sulfato de hierro de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 9, **caracterizado porque** como material de soporte inerte se emplea(n) una o varias de las siguientes sustancias: SiO₂, silicato de sodio, silicato de calcio, silicato de magnesio, silicato de sodio y aluminio, silicato de potasio y aluminio, un óxido de aluminio (activado), pentóxido de fósforo, CaSO₄ (anhidrita), zeolita o cemento.
- 25 11. Sulfato de hierro de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 10, **caracterizado porque** como material de soporte inerte se emplea un gel de sílice producido sintéticamente o un ácido silícico producido sintéticamente.
 - 12. Sulfato de hierro de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 11, **caracterizado porque** la proporción añadida mínima del material de soporte inerte es de 1 % en peso, referida a la cantidad del sulfato de hierro empleado.
- 13. Sulfato de hierro de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 12, **caracterizado porque** la proporción añadida máxima del material de soporte inerte es de 4 % en peso, referida a la cantidad del sulfato de hierro empleado.
 - 14. Sulfato de hierro de acuerdo con la reivindicación 13, **caracterizado porque** la proporción añadida máxima del material de soporte inerte es de 3,5 % en peso.
- 15. Procedimiento para la producción de un sulfato de hierro aglomerado, capaz de corrimiento, que contiene un material de soporte inerte, **caracterizado porque** se mezcla un sulfato de hierro seco o húmedo con 0,5 a 4,5 % en peso (referido a la cantidad del sulfato de hierro empleado) de un material de soporte inerte, y el producto obtenido tiene una granulación con un residuo en el tamiz sobre un tamiz de 0,2 mm, que es mayor que 35 % en peso y con un residuo en el tamiz sobre un tamiz de 10 mm, que es menor que 1 % en peso, siendo ajustada la granulación del producto eventualmente por separación de los tamaños de granos no deseados.
- 16. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 15, **caracterizado porque** la mezcladura se efectúa en un mezclador de reja de arado, un mezclador de paletas, un mezclador de espiral y cinta transportadora, un mezclador de paletas planas, un mezclador de tornillo sinfín, un tambor de granulación o un plato de granulación.
 - 17. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 15 ó 16, **caracterizado porque** la mezcla aglomerada, capaz de corrimiento, a base de sulfato de hierro y de un material de soporte inerte, es sometida a un tratamiento térmico.

- 18. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 17, **caracterizado porque** el tratamiento térmico se lleva a cabo a una temperatura de 40 a 150°C.
- 19. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 17 ó 18, **caracterizado porque** el tratamiento térmico se lleva a cabo a lo largo de un período de tiempo de 5 minutos hasta de 2 días.
- 5 20. Utilización de un sulfato de hierro correspondiente a una de las reivindicaciones 1 a 14, en la agricultura y en el sector de la jardinería como aditivo a agentes fertilizantes, como destructor del musgo, como agente fitoprotector y como agente fertilizante de céspedes, en el tratamiento de aguas residuales como agente de precipitación y floculación, en la producción de productos de óxidos de hierro, en particular pigmentos de óxidos de hierro, como aditivo a un pienso para animales y como agente aditivo para cemento, mortero y hormigón.