

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 386 867**

51 Int. Cl.:

**A62D 3/36** (2007.01)

**C22B 3/10** (2006.01)

**C22B 3/44** (2006.01)

**C22B 7/00** (2006.01)

12

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **09750046 .6**

96 Fecha de presentación: **06.05.2009**

97 Número de publicación de la solicitud: **2285455**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **23.02.2011**

54 Título: **Procedimiento de tratamiento de un sólido amiantado**

30 Prioridad:  
**07.05.2008 FR 0802546**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**04.09.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**04.09.2012**

73 Titular/es:  
**Institut National Polytechnique De Toulouse  
(INPT)  
6 allée Emile Monso Zone d'activités du Palays  
B.P. 34038  
31029 Toulouse Cedex 4, FR**

72 Inventor/es:  
**DENIS, Ghislain y  
DELMAS, Michel**

74 Agente/Representante:  
**Mir Plaja, Mireia**

**ES 2 386 867 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

Procedimiento de tratamiento de un sólido amiantado

- 5 **[0001]** La invención se refiere a un procedimiento de tratamiento de un sólido amiantado que como tal procedimiento de tratamiento está adaptado para realizar el reciclaje total de dicho sólido amiantado para así transformarlo en especies químicas separadas directamente utilizables como materias primas en aplicaciones industriales.
- 10 **[0002]** El vocablo "amianto" designa a rocas de origen metamórfico que son naturalmente fibrosas y que han sido utilizadas en la industria, y sobre todo en la industria de la construcción, en razón de su elevado punto de fusión, de su resistencia a la tracción, de su estabilidad química y de su aptitud para la hilatura.
- 15 **[0003]** Sin embargo, han sido descritas patologías respiratorias humanas debidas a la utilización del amianto y a la exposición al mismo. Estas patologías están ligadas a la naturaleza del amianto y a su aptitud para liberar partículas microscópicas que reciben el nombre de fibras de amianto y son susceptibles de ser vehiculadas por vía aérea y de llegar, por inhalación, a los alvéolos pulmonares y de migrar hasta la pleura induciendo patologías benignas o malignas.
- 20 **[0004]** Si bien la prohibición que alude a la utilización del amianto en los materiales de construcción se remonta a más de diez años, quedan importantes cantidades de materiales de construcción que contienen amianto a la espera de ser tratadas para neutralizar la peligrosidad del mismo y los riesgos del mismo para la salud humana.
- 25 **[0005]** Se conocen distintos procedimientos que están dirigidos a tratar desechos de amianto, ya sea en solitario o bien en mezcla con otros compuestos, y están adaptados para modificar las propiedades físicas del amianto, y en particular las características agresivas de las fibras de amianto, para transformar estos desechos en materiales que no presenten la toxicidad del amianto.
- 30 **[0006]** Así, se ha propuesto realizar una vitrificación total de desechos de amianto mediante tratamiento térmico a una temperatura de más de 1000°C. Se ha propuesto también un tratamiento de desechos de amianto por vitrificación superficial de granulados adaptado para aislar un desecho que contenga amianto residual por medio de un espesor de lava. Tales soluciones son costosas en materia de energía y no permiten reciclar los componentes químicos de estos desechos de amianto poniéndolos en forma de materiales valorizables. Estas soluciones plantean asimismo problemas de realización práctica. En particular, exigen instalaciones de calentamiento a alta temperatura y un consumo de energía que no puede verse compensado por el valor del producto generado.
- 35 **[0007]** Un segundo tipo de solución conocida consiste en atacar químicamente un espesor superficial de los desechos de amianto para modificar en superficie la morfología de las fibras de amianto a fin de hacerlas menos tóxicas aislando por revestimiento las partículas sólidas de desecho de amianto.
- 40 **[0008]** La US 5 562 585 propone realizar una cocción de los desechos de amianto en medio acuoso en presencia de una composición susceptible de producir iones hidróxidos, a alta temperatura y a alta presión, para así destruir las estructuras fibrosas del amianto.
- 45 **[0009]** La US 5 686 365 propone un tratamiento de disolución química total de fibras de amianto en dos etapas. La primera etapa consiste en un ataque por una solución acuosa de hidróxido sódico, seguido de una separación del residuo no atacado. La segunda etapa es un ataque del residuo no atacado por una solución acuosa de ácido nítrico hasta la total disolución de las fibras ricas en sílice.
- 50 **[0010]** La CA 2 240 082 propone un procedimiento de tratamiento de residuos de amianto procedentes de minas de amianto mediante ácido clorhídrico que está dirigido a descomponer estos residuos de amianto y a aislar sales de magnesio en solución y sílice.
- [0011]** La CA 2 378 721 describe el tratamiento ácido en caliente de un polvo obtenido por molienda y separación magnética a partir de un mineral de serpentina tal como un desecho minero procedente de una mina de amianto.
- 55 **[0012]** Estos procedimientos no permiten separar eficazmente los constituyentes químicos del amianto, y en particular los metales y la sílice y particularmente el hierro, el magnesio y la sílice, en productos de alto valor añadido con vistas a reutilizarlos en forma de especies químicas separadas en distintas aplicaciones industriales.
- 60 **[0013]** La invención pretende paliar estos inconvenientes proponiendo un procedimiento de tratamiento de un sólido amiantado con vistas a descomponerlo en materias primas no tóxicas aptas para ser reutilizadas en utilizaciones industriales.
- [0014]** La invención pretende asimismo proponer un procedimiento de este tipo en el cual el amianto, que es un desecho, sirva de materia prima para la producción de sustancias de base para la industria, sin dejar un último desecho.

- 5 [0015] La invención pretende asimismo proponer un procedimiento de tratamiento de este tipo que permita un reciclaje del amianto en el cual los elementos químicos oxidados del amianto son disociados y aislados en forma de especies químicas de gran pureza directamente utilizables en la industria, y sobre todo en la industria pesada y en la industria química fina.
- 10 [0016] La invención pretende además proponer un procedimiento de este tipo para el tratamiento de un sólido amiantado por descomposición química de las fibras de amianto para así convertirlas en especies químicas que no presenten la toxicidad de las fibras de amianto, en particular en las vías respiratorias.
- 15 [0017] La invención pretende asimismo proponer un procedimiento de tratamiento de este tipo en el cual los reactivos no consumidos al realizarse el tratamiento son reciclados y son susceptibles de ser utilizados en aplicaciones industriales variadas, y en particular pero no exclusivamente en un mismo procedimiento de tratamiento de un sólido amiantado.
- 20 [0018] Otro objetivo de la invención es el de proponer un procedimiento de este tipo para el tratamiento de un sólido amiantado que no produzca ningún último desecho sólido no reciclado o que requiera un almacenamiento en condiciones de seguridad.
- 25 [0019] La invención pretende asimismo proponer un procedimiento de tratamiento de este tipo que sea sencillo y económico en cuanto a la instalación y a la utilización y que no requiera la construcción de complejas instalaciones de tratamiento.
- [0020] La invención pretende asimismo proponer un procedimiento de tratamiento que sea económicamente rentable y permita la producción de compuestos de alto valor añadido para la industria.
- [0021] La invención pretende en particular proponer un procedimiento de tratamiento de este tipo que no provoque más que un moderado gasto energético.
- 30 [0022] La invención pretende asimismo alcanzar todos estos objetivos a bajo coste, proponiendo un procedimiento de bajo coste de fábrica, realizado a partir de reactivos químicos habituales y poco onerosos.
- [0023] La invención pretende asimismo proponer un procedimiento de tratamiento de este tipo que privilegie la preservación del medio ambiente y el desarrollo duradero.
- 35 [0024] La invención pretende por añadidura proponer un procedimiento de este tipo que preserve los hábitos de trabajo del personal, sea fácil de utilizar y no implique para su puesta en ejecución más que unas pocas manipulaciones.
- 40 [0025] En todo el texto, la expresión "sólido amiantado" designa a toda materia sólida que contenga al menos una cantidad de amianto. Los sólidos amiantados que se encuentran más corrientemente están en general constituidos ya sea por amianto puro, o bien por desechos amiantados. La expresión "desecho amiantado" designa a los desechos sólidos principalmente formados por fibras de amianto y cemento (u otro aglomerante hidráulico). Se trata en particular de chapas y conducciones de amianto-cemento, al que también se llama en general fibrocemento, que contienen una proporción másica minoritaria de amianto puro que está a menudo comprendida entre un 10% y un 15%, y que son inutilizables tal cual. La expresión "desecho amiantado" designa también a desechos sólidos del tipo de los también llamados "flocaje de amianto", que están formados por fibras de amianto en mezcla, a título de aglomerante hidráulico, con yeso en una proporción másica minoritaria comprendida en particular entre un 5 y un 20%.
- 45 [0026] Así pues, la invención se refiere a un procedimiento de tratamiento de un sólido amiantado que comprende al menos una etapa de tratamiento, llamado tratamiento ácido en caliente, del amianto del sólido amiantado a presión atmosférica por una solución acuosa de ácido clorhídrico a una temperatura cercana a la temperatura de ebullición de la solución acuosa de ácido clorhídrico, para así obtener:
- 50 - una solución, llamada solución no silícica, de al menos un constituyente no silícico del amianto en la solución acuosa de ácido clorhídrico y
- 55 - un sólido, llamado sólido silícico, caracterizado por el hecho de que se somete a la solución no silícica a un tratamiento, llamado tratamiento de precipitación, en el cual se realiza una precipitación selectiva de las especies catiónicas del hierro que están presentes en esta solución no silícica.
- 60 [0027] El tratamiento de amianto por una solución acuosa de ácido clorhídrico en caliente, a la presión atmosférica y a una temperatura del orden de la temperatura de ebullición de la solución acuosa de ácido clorhídrico, permite la formación, por una parte, de una solución acuosa que contiene componentes de naturaleza no silícica del amianto y, por otra parte, de un sólido silícico constituido en lo esencial por los constituyentes silícicos del amianto. Así, el tratamiento ácido en caliente de amianto por una solución acuosa de ácido clorhídrico permite mantener a los componentes silícicos

del amianto en una forma sólida, y en particular en forma de sílice amorfa porosa dividida, y extraer los componentes no silícicos del amianto en forma soluble en la solución acuosa de ácido clorhídrico.

5 **[0028]** Así, el tratamiento de amianto con una solución acuosa de ácido clorhídrico en caliente permite descomponer las fibras de amianto, que son por su parte tóxicas por inhalación, en componentes que no presentan la toxicidad de las fibras de amianto de partida. En particular, la sílice amorfa porosa dividida obtenida por tratamiento ácido en caliente del amianto no presenta la toxicidad del amianto.

10 **[0029]** Además los inventores han constatado que, de manera sorprendente, la solución acuosa ácida que contiene componentes no silícicos del amianto, llamada solución no silícica, contiene no solamente especies catiónicas del magnesio, sino que contiene además especies catiónicas del hierro derivadas del ataque del amianto por el ácido clorhídrico y de la solubilización, en la solución no silícica, de los constituyentes no silícicos que resultan de este ataque. Además, el tratamiento ácido en caliente según la invención permite extraer del amianto prácticamente la totalidad de las especies catiónicas del magnesio así como prácticamente la totalidad de las especies catiónicas del hierro, que pasan en solución a la solución no silícica. Las especies catiónicas del magnesio y las especies catiónicas del hierro de la solución no silícica ácida están en forma de cloruro de magnesio y de cloruro de hierro, que son perfectamente solubles en la solución no silícica.

20 **[0030]** Además y de manera totalmente sorprendente, los inventores han constatado que es posible efectuar un tratamiento de precipitación selectiva de las especies catiónicas del hierro de la solución no silícica, que permite ventajosamente separar las especies catiónicas del hierro, que precipitan en forma sólida en la solución no silícica, y las especies catiónicas del magnesio, que permanecen en solución en la solución no silícica.

25 **[0031]** Así, en un procedimiento según la invención, se realiza una separación de los compuestos silícicos, y en particular de la sílice, de los compuestos del hierro y de los compuestos del magnesio contenidos en el amianto, sin recurrir a etapas de molienda, de atrición o de tratamiento químico dirigidas a reducir los compuestos catiónicos del hierro para convertirlos en hierro metálico y de separación magnética del hierro metálico formado.

30 **[0032]** Así, un procedimiento según la invención permite transformar la totalidad del amianto en una pluralidad de materias primas separadas que son todas utilizables en la industria, y en particular separadas en sílice amorfa porosa dividida, en especies catiónicas del hierro y en especies catiónicas del magnesio.

35 **[0033]** Ventajosamente y según la invención, el tratamiento de precipitación se realiza ajustando el pH de la solución no silícica a un valor comprendido entre pH 5 y pH 7, y en particular a un valor del orden de pH 6. En particular, el ajuste del pH de la solución no silícica a un valor cercano al pH 7, pero sin embargo ligeramente ácido, permite precipitar de manera selectiva las especies catiónicas del hierro de la solución no silícica sin provocar significativamente la precipitación de las especies catiónicas del magnesio, que permanecen en solución en la solución no silícica.

40 **[0034]** Los inventores piensan que las especies catiónicas del hierro, presentes en la solución ácida en forma de cloruros de hierro, son específicamente transformadas en hidróxidos de hierro por un mecanismo reaccional que implica una sustitución iónica de los iones cloruros por los iones hidróxidos, siendo dicha sustitución iónica de los iones cloruros de las especies catiónicas del hierro por los iones hidróxidos específicamente asistida por el pH y ocasionando dicha sustitución la precipitación de la cuasi totalidad de las especies catiónicas del hierro en forma de hidróxidos de hierro, sin ocasionar la precipitación de las especies catiónicas del magnesio.

45 **[0035]** Ventajosamente y según la invención, el tratamiento de precipitación consiste en una adición, en la solución no silícica, de una cantidad de al menos un compuesto, llamado compuesto básico, susceptible de aumentar la concentración de iones hidróxidos en la solución no silícica.

50 **[0036]** En particular, se añade a la solución no silícica una cantidad de al menos un compuesto básico susceptible de producir iones hidróxidos en la solución no silícica, en forma de una cantidad de una solución acuosa de dicho compuesto básico, o bien en forma de una cantidad de una suspensión de dicho compuesto básico en agua, o también en forma de una cantidad de un compuesto básico en forma sólida, que se añade directamente a la solución no silícica. Más en particular, se añade a la solución no silícica una cantidad de al menos un compuesto básico susceptible de producir iones hidróxidos en la solución no silícica adaptada para que precipite la cuasi totalidad de las especies catiónicas del hierro y para que no quede compuesto básico libre en la solución no silícica.

60 **[0037]** Ventajosamente y según la invención, el compuesto básico se elige de entre los miembros del grupo que consta de los óxidos de los metales alcalinotérreos, los hidróxidos de los metales alcalinos y los hidróxidos de los metales alcalinotérreos. En efecto, los inventores han observado que los óxidos y los hidróxidos de los metales alcalinotérreos y los hidróxidos de los metales alcalinos que son compuestos susceptibles de producir iones hidróxidos están en particular adaptados para realizar una sustitución iónica a un valor pH comprendido entre pH 5 y pH 7, y en particular del orden de pH 6.

- 5 **[0038]** Además, es de particular interés elegir el compuesto básico de forma tal que esté adaptado para liberar en la solución no silícica, además de los iones hidróxidos, cationes metálicos propios de la composición atómica elemental de al menos uno de los componentes no silícicos del amianto. Así, la adición del (de los) compuesto(s) básico(s) a la solución no silícica no aporta una cantidad significativa de un elemento atómico nuevo con respecto a la composición atómica del amianto.
- 10 **[0039]** Ventajosamente y según la invención, el compuesto básico es elegido de entre los miembros del grupo formado por el óxido de magnesio seco y el hidróxido de magnesio. En particular, la adición de una cantidad de óxido de magnesio seco y/o de hidróxido de magnesio permite la neutralización de al menos una parte de la cantidad de ácido clorhídrico no consumido al realizarse el tratamiento ácido del amianto. Esta neutralización va además acompañada de la transformación del óxido de magnesio seco y/o del hidróxido de magnesio, añadido a título de compuesto básico, en cloruro de magnesio. En particular, la adición de una cantidad suplementaria de óxido de magnesio seco y/o de hidróxido de magnesio permite la neutralización de la cantidad residual de ácido clorhídrico no consumido en la fase de tratamiento ácido del amianto, así como la neutralización del carácter ácido de los compuestos catiónicos del hierro. La cantidad de óxido de magnesio seco y/o de hidróxido de magnesio añadida se elige para que, al final de esta adición suplementaria, el pH de la solución no silícica esté comprendido entre pH 5 y pH 7, y sea en particular del orden de pH 6, y para que precipite la totalidad de las especies catiónicas del hierro de la solución no silícica.
- 20 **[0040]** Además es de particular interés elegir el óxido de magnesio seco y/o hidróxido de magnesio que esté adaptado para liberar en solución acuosa ácida, además de los iones hidróxidos, iones de magnesio que sean propios de la composición atómica elemental de al menos uno de los compuestos no silícicos del amianto. Así, la adición del óxido de magnesio seco y/o del hidróxido de magnesio a la solución no silícica no aporta una cantidad significativa de un elemento atómico nuevo con respecto a la composición atómica del amianto.
- 25 **[0041]** La conversión del óxido de magnesio seco (MgO) y/o del hidróxido de magnesio (Mg(OH)<sub>2</sub>) hidratado en cloruro de magnesio en la solución no silícica a un pH comprendido entre pH 5 y pH 7, y en particular a un pH del orden de pH 6, permite la conversión selectiva de las especies catiónicas del hierro en forma de cloruro de hierro, que están disueltas en la solución no silícica, en especies catiónicas del hierro, en forma de hidróxidos, que son especies insolubles en esta solución y que forman un precipitado.
- 30 **[0042]** Así, correlativamente a la transformación de las especies catiónicas del hierro inicialmente en forma de cloruro de hierro en la solución no silícica en especies catiónicas del hierro en forma de hidróxido de hierro que precipitan, se convierte el óxido de magnesio seco y/o el hidróxido de magnesio en una especie química, y en particular en cloruro de magnesio, que es por su parte soluble en la solución no silícica, y que por otro lado está ya presente en la solución no silícica antes de la etapa de precipitación. Así el tratamiento de la solución no silícica por el óxido de magnesio seco y/o el hidróxido de magnesio, que conduce a la precipitación de la cuasi totalidad de las especies catiónicas del hierro, no conduce a la aparición en la solución no silícica de compuestos nuevos distintos de las especies catiónicas del hierro que precipitan. Así el tratamiento por el óxido de magnesio seco y/o el hidróxido de magnesio no afecta a la pureza de las especies catiónicas del hierro y de las especies catiónicas del magnesio presentes en la solución no silícica.
- 40 **[0043]** Además, el tratamiento mediante el óxido de magnesio seco y/o el hidróxido de magnesio, adaptado para ajustar el pH de la solución no silícica a un valor comprendido entre pH 5 y pH 7, y en particular a un valor del orden de pH 6, permite además transformar la totalidad del óxido de magnesio seco y/o del hidróxido de magnesio en cloruro de magnesio, sin dejar en la solución no silícica hidróxido de magnesio residual susceptible de alterar la pureza química del cloruro de magnesio.
- 45 **[0044]** Ventajosamente y según la invención, al realizarse el tratamiento ácido en caliente se prepara una suspensión del sólido amiantado en la solución acuosa de ácido clorhídrico y se calienta la suspensión del sólido amiantado en la solución acuosa de ácido clorhídrico a una temperatura comprendida entre 70°C y 110°C, y en particular a una temperatura del orden de 95°C. Ventajosamente y según la invención, se calienta dicha suspensión del sólido amiantado en la solución acuosa de ácido clorhídrico, en particular a una temperatura adaptada para provocar el reflujo de la solución acuosa de ácido clorhídrico, para así permitir un ataque ácido de los constituyentes no silícicos del sólido amiantado y una disolución de los productos de reacción de este ataque en la solución acuosa de ácido clorhídrico. Hay que señalar que la concentración de ácido clorhídrico de la solución acuosa disminuye a lo largo del tratamiento ácido en caliente debido al consumo de una parte de dicho ácido clorhídrico al tener lugar el ataque ácido, y que la temperatura de ebullición de la solución de ácido clorhídrico aumenta al tener lugar dicho ataque ácido.
- 50 **[0045]** En un particular modo de puesta en ejecución de un procedimiento según la invención, se realiza el tratamiento ácido en caliente del sólido amiantado utilizando un reactor que comprende un recipiente, como por ejemplo un recipiente de vidrio, que permite la realización de dicho tratamiento ácido en caliente a la presión atmosférica, estando este recipiente adaptado para permitir el calentamiento de la suspensión del sólido amiantado en la solución ácida a una temperatura adaptada para permitir la ebullición y el reflujo de la solución ácida. El reactor comprende además un condensador adaptado para permitir la condensación de la totalidad de los vapores formados por el calentamiento de la suspensión del sólido amiantado en la solución ácida, y un circuito de recirculación de estos vapores condensados al
- 60

interior de dicha suspensión de forma tal que los vapores emitidos por la solución ácida quedan confinados en el interior del reactor.

5 **[0046]** En un procedimiento según la invención, al realizarse el tratamiento ácido en caliente se calienta la suspensión del sólido amiantado en la solución ácida a una temperatura del orden de la temperatura de ebullición de la solución ácida.

10 **[0047]** Ventajosamente y según la invención, al realizarse el tratamiento ácido en caliente se calienta la suspensión del sólido amiantado en la solución acuosa de ácido clorhídrico durante un periodo de tiempo comprendido entre 30 min. y 300 min., y en particular del orden de 150 min.

15 **[0048]** Ventajosamente y según la invención, la concentración de ácido clorhídrico en la solución acuosa de ácido clorhídrico de un tratamiento ácido en caliente es superior a 100 g/l, y está en particular comprendida entre 100 g/l y 150 g/l. Una concentración así está adaptada para que la solución siga siendo ácida al final del ataque ácido de los constituyentes no silícicos del sólido amiantado y para que los constituyentes no silícicos de la solución no silícica permanezcan en solución.

20 **[0049]** Ventajosamente y según la invención, se realiza el tratamiento ácido en caliente a partir de un sólido amiantado que presenta una granulometría inferior a 20 mm, y en particular comprendida entre 1 mm y 10 mm. Una granulometría así se obtiene mediante la utilización de medios en sí conocidos, y en particular por medio de la molienda del sólido amiantado. Una granulometría de este tipo favorece la desestructuración de las fibras de amianto al tener lugar el ataque ácido en caliente del sólido amiantado aumentando el área de la superficie del sólido amiantado que es susceptible de sufrir este ataque ácido. Así, en un procedimiento según la invención, previamente al tratamiento ácido en caliente se prepara un granulado de amianto mediante molienda del sólido amiantado en seco o bien preferiblemente en presencia de una cantidad de agua para así evitar la producción de polvos del sólido amiantado. Se realiza esta fragmentación con dispositivos de molienda mecánica dotados de medidas de seguridad que son en sí conocidos y están en particular equipados con filtros adaptados para retener los eventuales polvos de amianto tóxicos en el interior del dispositivo, o bien según la técnica del molino húmedo, más conocida por la expresión "wet mill", es decir, en medio húmedo sin producir polvo.

30 **[0050]** Ventajosamente y según la invención, el tratamiento ácido en caliente está adaptado para que la solución no silícica quede exenta de compuesto silícico. En particular, se ajustan las condiciones operatorias del tratamiento ácido en caliente, y en particular la concentración de ácido clorhídrico en la solución ácida, la duración y la temperatura del tratamiento ácido en caliente, de forma tal que la solución no silícica esté exenta de constituyente silícico en solución y que el sólido silícico obtenido al final del tratamiento ácido en caliente esté exento de óxidos de hierro, de óxidos de magnesio y de especies catiónicas del magnesio y/o del hierro no solubilizados.

40 **[0051]** En particular, las condiciones operatorias se ajustan para obtener sílice amorfa porosa dividida de gran calidad y de gran pureza y que sea industrialmente valorizable, y para obtener una solución no silícica que esté exenta de sílice.

45 **[0052]** Ventajosamente y según la invención, previamente al tratamiento de precipitación se realiza una separación de sólido/líquido del sólido silícico y de la solución no silícica. Se separa el sólido silícico que contiene la totalidad de los constituyentes silícicos del sólido amiantado y la solución no silícica que contiene la totalidad de los constituyentes no silícicos del sólido amiantado. Puede realizarse esta separación de sólido/líquido utilizando cualquier dispositivo en sí conocido.

50 **[0053]** A título de ejemplo, en un primer modo particular de realización de la invención se separan el sólido silícico y la solución no silícica mediante filtración con un filtro adaptado para retener el sólido silícico y para dejar pasar la solución no silícica. Se obtiene en el filtro un residuo de filtración que contiene los constituyentes silícicos del amianto. Para eliminar las trazas residuales de ácido procedentes de la solución ácida, se lava el sólido silícico obtenido por filtración con una cantidad de agua, estando dicha cantidad de agua adaptada para que el valor del pH de la solución de lavado a la salida del filtro poroso sea prácticamente del orden del valor del pH del agua utilizada para el lavado.

55 **[0054]** En otro modo particular de realización de la invención, se separan el sólido silícico y la solución no silícica mediante filtración bajo presión reducida, con un dispositivo de filtración que comprende un filtro adaptado para retener el sólido silícico y un receptáculo, bajo presión reducida, al interior del cual es aspirada la solución no silícica que pasa a través del dispositivo de filtración. Se obtiene un residuo de filtración escurrido en el filtro poroso que contiene los constituyentes silícicos del amianto. Para eliminar las trazas residuales de ácido en el sólido silícico, se lava el sólido silícico con una cantidad de agua adaptada para que el valor del pH de la solución que pasa a través del dispositivo de filtración sea prácticamente del orden del valor del pH del agua utilizada para el lavado.

60 **[0055]** Ventajosamente y según la invención, previamente al tratamiento de precipitación se extrae de la solución no silícica al menos una parte del ácido clorhídrico no consumido al realizarse el tratamiento ácido en caliente. En particular, previamente al tratamiento de precipitación se realiza una extracción por evaporación/condensación bajo

5 presión reducida de una cantidad de ácido clorhídrico no consumido que quedó en la solución no silícica. En este modo particular de realización de la invención, el ácido clorhídrico extraído mediante esta evaporación/condensación y que no es un desecho es una materia prima susceptible de ser reutilizada en tratamientos ulteriores. Además, el ácido clorhídrico es extraído al tener lugar esta etapa de evaporación/condensación en forma de una solución acuosa de ácido clorhídrico que contiene una cantidad de ácido clorhídrico.

10 **[0056]** Ventajosamente y según la invención, se utiliza el ácido clorhídrico no consumido, extraído de la solución no silícica, en la solución ácida de un tratamiento ácido en caliente ulterior. Ventajosamente, el ácido clorhídrico residual es reutilizado en la solución ácida de un tratamiento ácido en caliente de un procedimiento según la invención. En particular, el ácido clorhídrico residual es reutilizado en una solución ácida para el ulterior tratamiento ácido en caliente de un sólido silícico destinado a acrecentar la pureza de dicho sólido silícico obtenido en un anterior tratamiento ácido.

15 **[0057]** Ventajosamente y según la invención, después de la etapa de precipitación se realiza una separación de sólido/líquido de un precipitado formado por especies catiónicas del hierro y de una solución residual, llamada solución magnésica, que contiene una cantidad de al menos una especie iónica del magnesio. En particular, la etapa de separación de sólido/líquido de las especies catiónicas del hierro precipitadas y de la solución magnésica se realiza mediante filtración de las especies catiónicas del hierro por medio de un dispositivo de filtración, y en particular por medio de un dispositivo de filtración a presión atmosférica o a presión superior a la presión atmosférica o a presión reducida, o bien también mediante sedimentación acelerada de las especies catiónicas del hierro, en particular por centrifugación, y toma de la solución magnésica.

20 **[0058]** Ventajosamente y según la invención, se extrae el agua de la solución magnésica para así formar una composición de sales de magnesio cristalizadas. Esta extracción del agua de la solución magnésica se realiza mediante la utilización de medios en sí conocidos, y en particular mediante evaporación del agua por calentamiento, mediante destilación del agua, y en particular mediante destilación a presión reducida.

25 **[0059]** Ventajosamente y según la invención, después de la separación de sólido/líquido del precipitado formado por las especies catiónicas del hierro y de la solución magnésica, para realizar una solubilización de las especies catiónicas del hierro se añade al precipitado formado por las especies catiónicas del hierro una cantidad de una solución acuosa de ácido clorhídrico para así formar una solución acuosa de las especies catiónicas del hierro. En particular, una solución acuosa de este tipo de las especies catiónicas del hierro en la cual las especies catiónicas del hierro están en forma de cloruro de hierro férrico está adaptada para una utilización ulterior, sobre todo como floculante en un procedimiento de tratamiento destinado al saneamiento de las aguas.

30 **[0060]** Un procedimiento según la invención permite separar y reutilizar no solamente la totalidad de los constituyentes químicos del amianto, y en particular la sílice, las especies catiónicas del magnesio y las especies catiónicas del hierro, sino también los reactivos utilizados pero no consumidos, y en particular el ácido clorhídrico en exceso y el óxido de magnesio que es transformado en cloruro de magnesio. En particular, un procedimiento según la invención permite reciclar los constituyentes químicos del amianto transformándolos en reactivos de gran pureza que son directamente utilizables como materias primas en la industria. Hay que señalar que las materias primas salidas de la descomposición del amianto ya no son desechos que presenten la toxicidad del amianto, y que las mismas pueden ser transportadas reglamentariamente a su sitio de utilización.

35 **[0061]** Ventajosamente y según la invención, el sólido amiantado es amianto para el cual se aplica dicho tratamiento ácido en caliente. Un procedimiento según la invención puede así ser aplicado a un sólido amiantado hecho de amianto puro, y por ejemplo a desechos sólidos elegidos de entre los miembros del grupo que consta de los desechos de amianto procedentes de la extracción minera y los desechos de amianto procedentes de la industria del automóvil, por ejemplo en forma de guarniciones de automóviles o de cualquier otra pieza de amianto, y de los desechos procedentes de la industria de la construcción, por ejemplo en forma de aislantes térmicos.

40 **[0062]** En esta primera aplicación de un procedimiento según la invención, se realiza directamente el tratamiento del amianto puro con una solución de ácido clorhídrico en caliente, y después se separa por filtración el sólido silícico de la solución no silícica. Se realiza a continuación un tratamiento de precipitación selectiva de las especies catiónicas del hierro de la solución no silícica para así separar dichas especies catiónicas del hierro que precipitan especies catiónicas del magnesio que permanecen en solución.

45 **[0063]** Hay que señalar que en esta primera aplicación de un procedimiento según la invención se separan un sólido silícico que contiene sílice amorfa porosa dividida que presenta una elevada tasa de pureza, las especies catiónicas del hierro y las especies catiónicas del magnesio, y se reutiliza el ácido clorhídrico no consumido al realizarse el tratamiento ácido.

50 **[0064]** Un procedimiento según la invención puede ser aplicado a un sólido amiantado, tal como un desecho amiantado, que contenga fibras de amianto. El procedimiento según la invención comprende entonces un previo tratamiento de separación del amianto de dicho sólido amiantado antes del tratamiento ácido en caliente.

5 **[0065]** Así, ventajosamente y según la invención, al ser el sólido amiantado un desecho amiantado que contiene una proporción másica de amianto comprendida entre un 10% y un 15%, previamente al tratamiento ácido en caliente se realiza una separación del amianto de dicho desecho amiantado. Ventajosamente, este tratamiento de separación está adaptado para permitir la descomposición del desecho amiantado para su conversión, por una parte, en amianto, y por otra parte, en productos totalmente exentos de amianto.

10 **[0066]** Es posible realizar este tratamiento de separación del amianto de dicho desecho amiantado por medio de una solución de ácido clorhídrico a temperatura ambiente y a presión atmosférica que es apta para realizar específicamente un ataque ácido de al menos una parte de los constituyentes no amiantados del desecho amiantado y ocasiona una disolución de al menos una parte de estos compuestos no amiantados del desecho amiantado.

15 **[0067]** Ventajosamente y según la invención, para la separación del amianto del desecho amiantado se realiza al menos un tratamiento, llamado tratamiento ácido en frío, en el cual se sumerge el desecho amiantado en una solución acuosa que contiene ácido clorhídrico a una concentración superior a 200 g/l, y en particular del orden de 250 g/l, a temperatura ambiente y a presión atmosférica, y se incuba la mezcla bajo agitación por espacio de un periodo de tiempo de más de 1 h, y en particular comprendido entre 2 h y 3 h. En particular, la duración del tratamiento ácido en frío se ajusta de forma tal que la totalidad del desecho amiantado, y en particular los fragmentos más grandes de dicho desecho amiantado, sean transformados en una suspensión pastosa prácticamente homogénea.

20 **[0068]** Así, en esta segunda aplicación de un procedimiento según la invención se trata inicialmente el desecho amiantado, y en particular se tratan las chapas y las conducciones de fibrocemento, que contienen una proporción másica de un 10% a un 15% de amianto puro, por medio de una solución de ácido clorhídrico en frío, después se separa la solución así obtenida que contiene los productos del ataque ácido de los constituyentes del cemento y un sólido que contiene el amianto y la sílice constitutiva del cemento, y se disocian ulteriormente, por medio de un tratamiento ácido en caliente del amianto sólido y de la sílice constitutiva del cemento, la sílice y los compuestos no silícicos del amianto sólido.

25 **[0069]** Así, en esta segunda aplicación de un procedimiento según la invención, se realiza inicialmente una separación del amianto de un desecho amiantado que comprende un tratamiento del desecho amiantado en una solución acuosa de ácido clorhídrico a temperatura ambiente, al cual se denomina tratamiento ácido en frío, y después se realiza una descomposición del amianto, obtenido al realizarse el previo tratamiento ácido en frío, por medio de un tratamiento ácido en caliente.

30 **[0070]** En esta segunda aplicación de un procedimiento según la invención, al realizarse el tratamiento ácido en frío se realiza un ataque ácido selectivo de una parte de los componentes no amiantados del desecho amiantado que como tal ataque ácido es apto para ocasionar una disolución de una parte de estos compuestos no amiantados, y se preservan de este ataque ácido y de esta disolución los componentes de las fibras de amianto y de la sílice que está de manera natural presente en el cemento, que quedan en forma sólida en el medio de tratamiento ácido en frío. Hay que señalar que el tratamiento ácido en frío del sólido amiantado ataca poco al amianto y no ocasiona prácticamente la disolución de los componentes del amianto, que se mantiene sólido. Además, el tratamiento ácido en frío del sólido amiantado no ataca a la sílice contenida en el cemento, que se mantiene sólido con el amianto. En cambio, el ulterior tratamiento ácido en caliente del amianto en mezcla con la sílice del cemento conduce a un ataque ácido y a la disolución de los compuestos no silícicos del amianto en la solución no silícica, preservando a la sílice, que permanece en forma de un sólido silícico. Así, se extraen sucesivamente, mediante ataque ácido y solubilización, los componentes no amiantados del sólido amiantado al realizarse un tratamiento ácido en frío, después se extraen los componentes no silícicos del amianto en mezcla con la sílice del cemento al realizarse un tratamiento ácido en caliente, y se separan las especies catiónicas del hierro y las especies catiónicas del magnesio de la solución no silícica precipitando selectivamente las especies catiónicas del hierro mediante aumento de la concentración de iones hidróxidos en la solución no silícica.

35 **[0071]** Ventajosamente, el desecho amiantado se trata de forma tal se le extraen los constituyentes no amiantados y se produce un sólido que contiene amianto en mezcla con sílice de la que está de manera natural presente en la arcilla del cemento, que ulteriormente se somete a un tratamiento ácido en caliente de ataque y descomposición de las fibras de amianto, adaptado para formar sílice y al menos un compuesto elegido de entre los miembros del grupo que consta de las especies catiónicas del hierro y de las especies catiónicas del magnesio.

40 **[0072]** Además, el tratamiento de separación del amianto de un desecho amiantado permite reducir en aproximadamente un 75% la masa del desecho que requiere un tratamiento ácido en caliente de detoxificación de las fibras de amianto mediante ácido clorhídrico. En particular, la fracción del desecho amiantado que no contiene amianto no requiere un tratamiento ácido en caliente de detoxificación de las fibras de amianto.

45 **[0073]** Al final del tratamiento de separación, preferiblemente se extrae el ácido clorhídrico no consumido y se reutiliza esta cantidad de ácido clorhídrico en una solución acuosa al realizarse una ulterior etapa de tratamiento ácido en caliente o de tratamiento ácido en frío.

**[0074]** La invención se refiere asimismo a un procedimiento caracterizado en combinación por la totalidad o parte de las características anteriormente mencionadas o que se mencionan de aquí en adelante.

5 **[0075]** Otras finalidades, características y ventajas de la invención quedarán de manifiesto al proceder a la lectura de la siguiente descripción de sus ejemplos de puesta en práctica que se dan a título no limitativo y se refieren a las adjuntas figuras 1 y 2, que representan modos preferenciales de realización de la invención que se aportan únicamente a título de ejemplos no limitativos.

10 - la figura 1 es un esquema sinóptico que ilustra una primera variante de una primera aplicación de un procedimiento de tratamiento de un sólido amiantado hecho de amianto puro según la invención,

- la figura 2 es un esquema sinóptico que ilustra una variante de una segunda aplicación de un procedimiento de tratamiento de un sólido amiantado hecho de un desecho de amianto según la invención.

15 **[0076]** En una primera variante, representada en la figura 1, de una primera aplicación de un procedimiento según la invención, se transforma por fragmentación 2 un sólido amiantado 1 constituido por amianto puro, y en particular placas o cordones o lana aislantes, para formar un granulado 3 de amianto cuya granulometría media es inferior a 20 mm, y está en particular comprendida entre 1 mm y 10 mm. Se realiza esta fragmentación 2 del sólido amiantado 1 por molienda en seco o bien, preferiblemente, en presencia de agua utilizando dispositivos mecánicos de molienda que son en sí conocidos. Para el tratamiento de un sólido amiantado a escala experimental, se pone al granulado 3 de amianto en contacto con una solución acuosa 5 de ácido clorhídrico en un recipiente, y en particular en un recipiente de vidrio adaptado para permitir el tratamiento ácido en caliente 4 y en el cual el granulado 3 de amianto y la solución ácida son mezclados mediante agitación mecánica o mediante agitación magnética. Se efectúa calentamiento a una temperatura cercana a la temperatura de ebullición de dicha solución acuosa 5 de ácido clorhídrico y se mantiene el tratamiento ácido 4 por calentamiento en reflujo de la suspensión del granulado de amianto en la solución acuosa de ácido clorhídrico por espacio de un periodo de tiempo adaptado para formar una suspensión amiantada 6 de un sólido silíceo 9 en una solución no silícea 8. A escala industrial, preferiblemente el tratamiento ácido en caliente 4 se realiza en un dispositivo mezclador, también llamado malaxadora, adaptado para calentar la suspensión del granulado de amianto 3 en la solución ácida evitando expulsar los vapores de ácido a la atmósfera. Al final del tratamiento ácido en caliente 4, se obtiene una suspensión 6 de sílice que forma un sólido en una solución acuosa de ácido clorhídrico que contiene los componentes no silíceos del sólido amiantado. Se realiza una separación 7 de sólido/líquido del sólido silíceo 9 y de la solución no silícea 8 mediante filtración en un filtro inerte adaptado para que la solución no silícea 8 pase a través del filtro y para que la sílice constitutiva del sólido silíceo 9 quede totalmente retenida en el filtro.

35 **[0077]** En esta primera variante, representada en la figura 1, de una primera aplicación de un procedimiento según la invención, se extrae de la solución no silícea 8, exenta de sílice 9, por evaporación/condensación 10 bajo presión reducida la totalidad o parte del ácido clorhídrico no consumido al realizarse el tratamiento ácido en caliente 4 y que permanece en la solución no silícea. Para realizar esta evaporación/condensación 10, se utiliza un dispositivo de destilación herméticamente cerrado a los vapores que comprende un recipiente provisto de un sistema de calentamiento adaptado para elevar la temperatura de la solución no silícea 8 dentro de dicho recipiente y para permitir la evaporación de la cuasi totalidad del ácido clorhídrico no consumido al realizarse el tratamiento ácido en caliente 4 así como del agua, un condensador adaptado para permitir la condensación de los vapores de dicha parte de ácido clorhídrico y del agua en un receptáculo, separado del recipiente de calentamiento, al interior del cual pasa el ácido clorhídrico, y una trompa inyectora de agua conectada al dispositivo herméticamente cerrado y adaptada para establecer, en el interior del mismo, una presión cuyo valor está comprendido entre 100 y 150 hPa. Se recircula esta cantidad de ácido clorhídrico no consumido extraído por destilación 10 pasándola a una solución acuosa 5 de ácido clorhídrico para un ulterior tratamiento 4 de un granulado 3 de amianto o para un tratamiento 20 de afinamiento de la pureza química de un sólido silíceo 9 para su conversión en sílice amorfa porosa 23 dividida y pura.

50 **[0078]** Además, por evaporación/condensación 10 de una cantidad de ácido clorhídrico de una solución no silícea 8, se obtiene, aparte de esta cantidad de ácido clorhídrico, una cantidad de un residuo 11 que está prácticamente desprovisto de ácido clorhídrico y contiene constituyentes no silíceos del sólido amiantado 1.

55 **[0079]** Se somete a este residuo 11 no silíceo a un tratamiento de precipitación 13 en el cual se añade al residuo 11 una cantidad de una suspensión acuosa que contiene al menos un compuesto básico susceptible de aumentar la concentración de iones hidróxidos en el residuo 11. A lo largo del tratamiento de precipitación 13 por el compuesto básico 12, el ácido clorhídrico no extraído de la suspensión 11 no silícea al realizarse la destilación 10 es neutralizado y las especies catiónicas 16 del hierro precipitan en forma de hidróxido de hierro, formando una suspensión 14 de las especies catiónicas 16 del hierro en una solución 18 de las especies catiónicas del magnesio. Esta precipitación 13 se realiza a temperatura ambiente y a presión atmosférica. Se realiza una separación 15 de sólido/líquido de las especies catiónicas 16 del hierro precipitadas y de la solución 17 de las especies catiónicas del magnesio mediante filtración en un filtro inerte adaptado para que la solución 17 de las especies catiónicas del magnesio pase a través del filtro y para que el sólido constituido por las especies catiónicas 16 del hierro sea retenido en el filtro. Se recogen los hidróxidos de hierro 16 precipitados en el filtro.

5 [0080] En esta primera variante, representada en la figura 1, de una primera aplicación de un procedimiento según la invención, se lavan los hidróxidos de hierro 16 precipitados en el filtro con una cantidad de agua y se realiza un ataque ácido de los hidróxidos de hierro 16 precipitados con una cantidad de una solución acuosa de ácido clorhídrico adaptada para realizar una solubilización 30 de los hidróxidos de hierro 16 precipitados y para formar una solución acuosa 31 de cloruro de hierro.

10 [0081] Por otra parte, se elimina el agua de la solución 17 por evaporación 18 en caliente y bajo presión reducida. Al final de esta evaporación 18, las especies catiónicas del magnesio de la solución 17 forman un precipitado 19 de cloruro de magnesio  $MgCl_2$  hidratado o anhidro, según las condiciones de temperatura y de tiempo de secado.

15 [0082] Por otro lado, se somete al sólido silícico 9 a al menos una etapa de tratamiento ácido en caliente 20 del sólido silícico, llamado tratamiento de refinación, con una cantidad de una solución acuosa 5 de ácido clorhídrico adaptada para realizar una extracción 20 complementaria de las especies catiónicas del magnesio residuales del sólido silícico 9 en una suspensión silícica 21 de afinado. Así se realiza un tratamiento 20 del sólido silícico 9 en reflujo de la solución de ácido clorhídrico 5. Se fracciona la suspensión silícica 21 de afinado obtenida por medio de un tratamiento de separación de sólido/líquido 22 adaptado para separar una cantidad de sílice amorfa porosa 23 de una solución de refinación 24 que contiene ácido clorhídrico no consumido en solución en el agua y especies catiónicas del magnesio en pequeña cantidad. Por destilación 25 bajo presión reducida por una trompa inyectora de agua de la solución de refinación 24, se obtiene un destilado que contiene una cantidad de ácido clorhídrico separado de un residuo de destilación que contiene las especies catiónicas del magnesio 19, y en particular el cloruro de magnesio  $MgCl_2$  hidratado o anhidro en función de las condiciones de secado.

25 [0083] En una segunda variante, representada en la figura 2, de una segunda aplicación de un procedimiento según la invención, se realiza un tratamiento de detoxificación de un sólido amiantado en el cual el sólido amiantado es un desecho amiantado 40 constituido por amianto-cemento o fibrocemento. Así, se realiza un tratamiento 41 de separación por una parte de las fibras amiantadas y por otra parte de los constituyentes no amiantados del desecho amiantado 40, previamente a la detoxificación de las fibras de amianto al realizarse un tratamiento ácido en caliente. Para esta separación 41 de las fibras de amianto y de los constituyentes no amiantados, se realiza primeramente una etapa 32 de humidificación y de fragmentación del desecho amiantado 40 para su conversión en un granulado 33. Esta fragmentación se realiza mediante la utilización de medios en sí conocidos, y en particular mediante molienda en presencia de agua. El granulado 33 de amianto-cemento húmedo y fragmentado así obtenido es puesto en contacto, bajo agitación, a presión atmosférica y a temperatura ambiente, con una solución acuosa 35 de ácido clorhídrico a una concentración prácticamente del orden de 250 g/l, durante 150 min. para un tratamiento ácido en frío 34 de ataque ácido y de disolución química de los componentes no amiantados y de los componentes no silícicos del desecho amiantado 40. Por ataque ácido y disolución de las especies químicas no silícicas constitutivas del cemento, se obtiene una suspensión 36 de un granulado 3 que está formado por una parte por fibras de amianto exentas de compuestos no amiantados del desecho amiantado, y por otra aparte por sílice habitualmente presente en la arcilla constitutiva del cemento, en una solución acuosa ácida 38 que contiene los constituyentes no amiantados y los constituyentes no silícicos del desecho amiantado 40. Se realiza una etapa 37 de separación de sólido/líquido en particular por filtración, del granulado 3 formado por fibras de amianto para someterlo ulteriormente a un tratamiento ácido en caliente 4 de descomposición en sílice y en especies catiónicas del magnesio y especies catiónicas del hierro. Esta etapa 37 de separación de sólido/líquido se realiza por filtración utilizando medios de filtración en sí conocidos, bajo presión atmosférica, o bien bajo una presión superior a la presión atmosférica, o bien bajo presión reducida. Al final de la etapa 37 de separación de sólido/líquido, se obtiene, además del amianto sólido acompañado de la sílice procedente del cemento, en forma de un granulado 3, una solución acuosa 38 de los constituyentes no amiantados del desecho amiantado 40 que contiene una cantidad de ácido clorhídrico no consumido durante el tratamiento 34 de ataque ácido en frío. Se extrae, por destilación 39 de la solución 38, una cantidad de una solución acuosa de ácido clorhídrico. La destilación 39 se realiza bajo presión reducida, y en particular a una presión comprendida entre 100 hPa y 150 hPa por medio de una trompa inyectora de agua o de otro dispositivo susceptible de generar esta gama de presiones.

50 [0084] Así, en un procedimiento según la invención, se reutiliza la cantidad de ácido clorhídrico no consumido extraído por destilación 39 en una solución acuosa 35 de ácido clorhídrico para un ulterior tratamiento ácido en frío 34 de una etapa 41 de separación del amianto 3 de un desecho amiantado 40.

55 [0085] En una segunda variante, representada en la figura 2, de una segunda aplicación de un procedimiento según la invención, se produce por destilación 39 de la solución 38 una solución 42 residual de la destilación 39 que contiene las especies catiónicas constitutivas del cemento, y en particular del calcio, del aluminio y del hierro en forma de cloruros. Se somete a esta solución 42 residual a un tratamiento de precipitación 43 de las especies catiónicas del hierro y del aluminio añadiendo una cantidad de una solución acuosa 44 que contiene al menos un compuesto básico susceptible de aumentar la concentración de iones hidróxidos en la solución 42 residual. Esta precipitación 43 de las especies catiónicas del hierro y de las especies catiónicas del aluminio se realiza a temperatura ambiente y a presión atmosférica. Se obtiene una suspensión 45 de las especies catiónicas precipitadas del hierro y de las especies catiónicas precipitadas del aluminio en una solución acuosa que contiene las especies catiónicas del calcio. Se realiza una separación 46 por filtración de la suspensión 45 en un sólido 47 que contiene las especies catiónicas precipitadas del

5 hierro y las especies catiónicas precipitadas del aluminio en forma de hidróxidos y en una solución acuosa 50 de cloruro de calcio. Esta separación 46 por filtración se realiza mediante la utilización de un medio de filtración en sí conocido, adaptado para permitir una filtración a presión atmosférica, o bien a una presión inferior a la presión atmosférica, o bien a una presión superior a la presión atmosférica. Se elimina por evaporación 51 en caliente el agua de la solución acuosa 50 de cloruro de calcio y se obtiene un residuo sólido 52, prácticamente seco, formado por cloruro de calcio. Se realiza un tratamiento 48 de solubilización del sólido 47 que contiene en mezcla las especies catiónicas precipitadas del hierro y las especies catiónicas precipitadas del aluminio con una solución acuosa de ácido clorhídrico en una solución 49 de las especies catiónicas del hierro y de las especies catiónicas del aluminio, en forma de cloruros, y en particular en forma de  $\text{FeCl}_3$  y de  $\text{AlCl}_3$ .

10 **[0086]** En una tercera variante no representada de una primera aplicación de un procedimiento según la invención, se lava el sólido silícico 9 retenido en el filtro poroso con una cantidad de agua que pasa a la solución no silícica 8. Así se elimina del sólido silícico prácticamente la totalidad del ácido clorhídrico no consumido al realizarse el tratamiento ácido en caliente 4 y se recupera este ácido clorhídrico no consumido en la solución no silícica 8. Se obtiene así un sólido silícico 9 que está constituido por sílice amorfa porosa dividida y está prácticamente exento de toda traza de ácido clorhídrico y de constituyente no silícico del sólido amiantado.

15 **[0087]** En una cuarta variante, no representada, de una primera aplicación de un procedimiento según la invención, se realiza directamente la etapa de precipitación 13 de las especies catiónicas del hierro de la solución no silícica 8, sin realizar extracción 10 por destilación del ácido clorhídrico. Así, se adapta la cantidad de compuesto básico 12 susceptible de aumentar la concentración de iones hidróxidos en la solución 8 no silícica de forma tal que esta cantidad sea suficiente para neutralizar el ácido clorhídrico no consumido en la solución no silícica 8 y para realizar la precipitación de las especies catiónicas 16 del hierro. Así, no se reutiliza la cantidad de ácido clorhídrico no consumido en la solución no silícica 8 en forma de una solución acuosa 5 de ácido clorhídrico, sino que se transforma esta cantidad de ácido clorhídrico no consumido en cloruro de magnesio y en agua mediante adición de una cantidad de un óxido de magnesio 12 al realizarse la precipitación 13.

20 **[0088]** En una quinta variante, no representada, de una primera aplicación de un procedimiento según la invención, se reutiliza directamente la solución de refinación 24, que contiene una muy pequeña cantidad de las especies catiónicas del hierro y del magnesio, en una solución de ácido clorhídrico 5.

25 **[0089]** En una sexta variante, no representada, de una segunda aplicación de un procedimiento según la invención, se realiza una separación de las especies catiónicas del hierro y de las especies catiónicas del aluminio por medio de un procedimiento que es en sí conocido y está adaptado para solubilizar específicamente las especies catiónicas del aluminio y para mantener a las especies catiónicas del hierro en forma sólida. Por ejemplo, se utiliza el método de disolución específica, mediante sosa caústica, del aluminio contenido en la bauxita, seguida de una separación de las especies catiónicas del aluminio disueltas y de las especies catiónicas del hierro no disueltas y sólidas.

#### 40 **EJEMPLO 1 - Tratamiento de placas aislantes de amianto**

**[0090]** Mediante fragmentación de placas aislantes usadas, se prepara un granulado de amianto cuya granulometría está prácticamente comprendida entre 1 y 10 mm. Se ponen 100 g del granulado de amianto obtenido en un reactor en el cual se introduce 1 l de una solución acuosa que contiene ácido clorhídrico a una concentración de 105 g/l. Se pone a la suspensión obtenida en agitación y se calienta el reactor a una temperatura apta para provocar y mantener el reflujo de la solución clorhídrica acuosa durante 150 min. a presión atmosférica.

45 **[0091]** Se filtra la mezcla obtenida para así separar un sólido silícico retenido en el filtro y un filtrado líquido ácido. Se lava el sólido silícico retenido en el filtro con 0,250 l de agua. Se recoge el agua de lavado con el filtrado líquido ácido que contiene el ácido clorhídrico no consumido, el agua así como las sales de hierro y de magnesio en forma de cloruros. Se extrae del filtrado líquido ácido, mediante destilación bajo una presión reducida por medio de una trompa inyectora de agua, un destilado que contiene aproximadamente 40 gramos de cloruro de hidrógeno no consumidos en la fase de solubilización, así como agua. Se recupera además un residuo almibarado de destilación que contiene las sales de hierro y de magnesio en forma de cloruros.

50 **[0092]** Se añade al residuo de destilación una suspensión que contiene aproximadamente 2 g de magnesia ( $\text{MgO}$ ) en agua para así ajustar el pH del residuo de destilación a un valor de aproximadamente 6 unidades de pH. Se evalúa el pH del residuo almibarado mediante la utilización de medios que son en sí conocidos y están adaptados para permitir medir el pH de una solución concentrada, en particular utilizando un indicador universal de pH, y en particular, un indicador universal de pH aplicado como impregnación a papel. Los hidróxidos de hierro formados por sustitución iónica a pH 6 aproximadamente precipitan. Se filtra, se lava con agua y se seca el precipitado así formado. Se pesan 1,4 g de estos compuestos de hierro.

[0093] Se elimina el agua del filtrado por evaporación bajo presión reducida por medio de una trompa inyectora de agua. Se seca y después se pesa la sal de magnesio  $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  así cristalizada. Se recuperan así 171 g de cloruro de magnesio hidratado.

5 [0094] Por otro lado, con el fin de acrecentar la pureza de la sílice contenida en el sólido de filtración, se retoma el sólido retenido en el filtro y se le lava con agua. Se pone este sólido en un reactor al cual se añade 1 l de una solución acuosa de ácido clorhídrico a una concentración de 105 g/l. Se pone la mezcla obtenida bajo agitación y se calienta el reactor a una temperatura apta para mantener el reflujo de la solución clorhídrica acuosa durante 150 min.

10 [0095] Se filtra la mezcla obtenida y se obtiene un sólido que está constituido exclusivamente por sílice amorfa y queda retenido en el filtro y una solución ácida que se eluye del filtro. Se lava el sólido de sílice retenido en el filtro con 250 ml de agua. Tras secado en estufa, se pesan 42 g de sílice amorfa porosa dividida. La sílice producida está caracterizada por difracción de los rayos X por medio de un modelo de difractómetro XRD 3000TT de la marca SEIFERT y presenta un carácter de sílice amorfa. La superficie específica de la sílice producida se mide por el método de BET en 5 puntos por medio de un porosímetro ASAP2010 de la marca MICROMETRICS. Se mide que la superficie específica de la sílice producida es de  $186 \text{ m}^2/\text{g}$  de sílice.

15 [0096] El agua de lavado es recogida con la solución ácida que contiene el ácido clorhídrico no consumido, el agua así como sales de magnesio en forma de cloruros. Se obtienen, por evaporación de la solución ácida bajo una presión reducida por medio de una trompa inyectora de agua y condensación 104 g de cloruro de hidrógeno no consumido, así como 0,06 g de  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  que cristaliza.

20 [0097] El tratamiento de 100 g de placas aislantes de amianto con 210 g de ácido clorhídrico en agua conduce a la producción de 171,6 g de cloruro de magnesio, 1,4 g de hidróxido de hierro y 42 g de sílice amorfa porosa. Además, al final de este tratamiento de placas aislantes han sido consumidos 66 g de ácido clorhídrico y han sido reutilizados 144 g de ácido clorhídrico.

#### EJEMPLO 2 - Tratamiento de cordones aislantes de amianto

25 [0098] Mediante fragmentación de los cordones aislantes usados, se prepara un granulado de amianto cuya granulometría es prácticamente del orden de 1 y 10 mm. Se ponen 100 g de este granulado en un reactor en el cual se introduce 1 l de una solución acuosa de ácido clorhídrico a una concentración de 128 g/l. Se pone la suspensión obtenida en agitación y se calienta el reactor a una temperatura apta para mantener el reflujo de la solución clorhídrica acuosa durante 150 min. a presión atmosférica.

30 [0099] Se filtra la mezcla obtenida de forma tal que se separan un sólido silícico retenido en el filtro y un filtrado líquido ácido. Se lava el sólido silícico retenido en el filtro con 0,250 l de agua. Se recoge el agua de lavado con el filtrado líquido ácido que contiene el ácido clorhídrico no consumido, el agua así como las sales de hierro y de magnesio en forma de cloruros. Se extrae del filtrado líquido ácido, por destilación bajo una presión reducida por medio de una trompa inyectora de agua, un destilado que contiene aproximadamente 62 gramos de cloruro de hidrógeno no consumidos al realizarse la fase de solubilización y agua. Se recupera además un residuo de destilación que contiene las sales de hierro y de magnesio en forma de cloruros.

35 [0100] Se añade al residuo de destilación una suspensión que contiene aproximadamente 2 g de magnesia en agua para así ajustar el pH del residuo de destilación a un valor de aproximadamente 6 unidades de pH. Los hidróxidos de hierro formados por sustitución iónica a pH 6 aproximadamente precipitan. Se filtra, se lava con agua y se seca el precipitado así formado. Se pesan 1,7 g de estos compuestos de hierro.

40 [0101] Se elimina el agua del filtrado por evaporación bajo presión reducida por medio de una trompa inyectora de agua. Se seca y después se pesa la sal de magnesio  $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  que cristaliza. Se recuperan así 172 g de cloruro de magnesio hidratado.

45 [0102] Por otro lado, con la finalidad de acrecentar la pureza de la sílice contenida en el sólido de filtración, se retoma el sólido retenido en el filtro y se le lava con agua. Se pone a este sólido en un reactor en el interior del cual se introduce 1 l de una solución acuosa de ácido clorhídrico a una concentración de 128 g/l. Se pone la mezcla obtenida en agitación y se calienta el reactor a una temperatura apta para mantener el reflujo de la solución clorhídrica acuosa durante 150 min.

50 [0103] Se filtra la mezcla obtenida y se obtiene un sólido, que está constituido exclusivamente por sílice amorfa y queda retenido en el filtro, y una solución ácida que se eluye del filtro. Se lava el sólido de sílice retenido en el filtro con 250 ml de agua. Tras secado en estufa, se pesan 43 g de sílice amorfa contenida en el sólido silícico. La sílice producida se caracteriza por difracción de los rayos X por medio de un modelo de difractómetro XRD 3000TT de la marca SEIFERT y presenta un carácter de sílice amorfa. La superficie específica de la sílice producida medida como se ha indicado anteriormente es de  $186 \text{ m}^2/\text{g}$ .

[0104] El agua de lavado se recoge con la solución ácida que contiene el ácido clorhídrico no consumido, el agua así como las sales de magnesio en forma de cloruros. Se obtienen por evaporación de la solución ácida bajo una presión reducida y después por condensación 127 g de cloruro de hidrógeno no consumido, así como 0,3 g de  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  que cristaliza.

[0105] El tratamiento de 100 g de cordones aislantes de amianto con 256 g de ácido clorhídrico en agua conduce a la producción de 172,3 g de cloruro de magnesio, 1,7 g de hidróxido de hierro y 43 g de sílice amorfa porosa. Además, al final de este tratamiento de cordones aislantes han sido consumidos 67 g de ácido clorhídrico y han sido reutilizados 189 g de ácido clorhídrico.

### EJEMPLO 3 - Tratamiento de desechos de amianto-cemento

[0106] 100 g de fibrocemento procedentes de chapas y de conducciones son humidificados con agua, fragmentados en forma de granulado de fibrocemento cuyo granulometría media está comprendida entre 1 mm y 10 mm, y después puestos en un reactor con agitación al cual se añaden 200 ml de agua y después 300 ml de una solución comercial de ácido clorhídrico al 37%. La concentración inicial de ácido clorhídrico en la solución acuosa es de aproximadamente un 25%. Se mantiene la agitación durante 150 min. a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

[0107] Se filtra la mezcla así obtenida de forma tal que se separa un sólido que contiene amianto y sílice procedente del cemento de una solución de ácido clorhídrico no consumido y que contiene las especies catiónicas procedentes de la descomposición del cemento en forma de cloruros. Se extrae de la solución ácida que contiene los productos procedentes de la descomposición del cemento, por destilación bajo presión reducida, un destilado que contiene 45 g de cloruro de hidrógeno no consumido en solución acuosa.

[0108] Se ajusta el pH de la solución residual de destilación a un valor del orden de pH 6 mediante la adición de 1,3 g de hidróxido de calcio ( $Ca(OH)_2$ ) en suspensión en agua. Los hidróxidos de hierro y los hidróxidos de aluminio formados precipitan en la solución acuosa de cloruro de calcio ( $CaCl_2$ ). Se separan por filtración el precipitado y la solución de cloruro de calcio. Tras secado se pesan 7 g de hidróxido de hierro y de hidróxido de aluminio. Bajo presión reducida por una trompa inyectora de agua, se evapora el agua de la solución de cloruro de calcio. Se obtienen 92 g de cloruro de calcio  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  que cristalizan.

[0109] Se pone el sólido que contiene el amianto y la sílice procedente de la descomposición del cemento en un reactor en el cual se introducen 200 ml de agua y después 80 ml de una solución acuosa de ácido clorhídrico al 37%. La concentración inicial de ácido clorhídrico es de aproximadamente 107 g/l. Se pone la suspensión obtenida en agitación a presión atmosférica y se calienta el reactor a una temperatura apta para mantener el reflujo de la solución acuosa de ácido clorhídrico durante 150 min.

[0110] Se filtra la mezcla obtenida para así separar a un sólido silíceo retenido en el filtro de una solución ácida que contiene las especies catiónicas del magnesio en forma de cloruro de magnesio ( $MgCl_2$ ) y se lava con 250 ml de agua el sólido silíceo retenido en el filtro. El sólido silíceo seco pesa 23 g.

[0111] Por destilación bajo presión reducida, se recuperan 28 g de cloruro de hidrógeno en solución acuosa, mientras que cristalizan 2 g de  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ . El  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  cristalizado contiene trazas de hierro que es posible extraer mediante un tratamiento de precipitación al  $MgO$  o al  $Mg(OH)_2$ .

[0112] El tratamiento de 100 g de fibrocemento con 166 g de ácido clorhídrico y 1,3 g de  $Ca(OH)_2$  produce 2 g de cloruro de magnesio, 7 g de hidróxido de hierro y de aluminio que pueden separarse según el método aplicado al tratamiento de la bauxita, 92 g de  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  y 23 g de sílice amorfa porosa. Además, al final de este tratamiento de fibrocemento han sido consumidos 93 g de ácido clorhídrico y han sido reutilizados 73 g de ácido clorhídrico.

### EJEMPLO 4 - Tratamiento de desechos procedentes de flocaje de amianto

[0113] 100 g de flocaje de amianto utilizado antiguamente en calidad de aislante térmico son malaxados con 100 ml de agua para así formar una pasta que no genera polvo. La pasta formada se pone en un reactor con agitación al interior del cual se añaden 1,5 l de una solución acuosa de ácido clorhídrico al 13,1%. Se mantiene la agitación durante 10 min. a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

[0114] Se filtra la mezcla así obtenida para así separar a un sólido que contiene amianto de una solución de ácido clorhídrico no consumido y que contiene las especies catiónicas obtenidas por disolución del yeso del flocaje de amianto. Se evapora por destilación bajo presión reducida dicha solución de ácido clorhídrico que contiene la totalidad (196 g) del ácido clorhídrico inicialmente introducido y forma un residuo de destilación. Este residuo de destilación, que está mayoritariamente formado por sulfato de calcio, es lavado con 80 ml de agua, secado en la estufa y después pesado. La masa de sulfato de calcio obtenida es de 12 g. El sulfato de calcio así obtenido puede ser reutilizado, en

particular en yeso según procedimientos en sí conocidos. Se recoge la solución de lavado del residuo de disolución, que contiene especies solubles en el agua del desecho de amianto.

5 **[0115]** Se pone al sólido que contiene el amianto obtenido por filtración al final del tratamiento ácido a temperatura ambiente en un reactor con agitación en presencia de la solución reciclada al final del tratamiento ácido a temperatura ambiente y que contiene 196 g de ácido clorhídrico. Se pone la suspensión obtenida en agitación a presión atmosférica y se calienta el reactor a una temperatura apta para mantener el reflujo de la solución acuosa de ácido clorhídrico durante 30 min.

10 **[0116]** Se filtra la mezcla obtenida para así separar a un sólido formado por sílice amorfa retenido en el filtro de una solución ácida que contiene las especies catiónicas del magnesio en forma de cloruro de magnesio ( $MgCl_2$ ), las especies catiónicas del hierro en forma de cloruro de hierro ( $FeCl_2$ ) y el ácido clorhídrico no consumido en solución acuosa. El sólido formado por sílice amorfa es lavado con 250 ml de agua, secado y después pesado. Se obtiene una masa de sílice de 35 g.

15 **[0117]** Por destilación bajo presión reducida de la solución ácida, se recuperan 140 g de cloruro de hidrógeno en solución acuosa y se forma un concentrado del hierro y del magnesio en forma de cloruros en una solución acuosa de ácido clorhídrico residual. Se añaden a este concentrado de cloruro de hierro y de cloruro de magnesio la solución de lavado del residuo de destilación, anteriormente recogida, y después 3 g de MgO en forma de una suspensión acuosa de forma tal que el pH de la solución alcance un valor del orden de 6 y que las especies catiónicas del hierro precipiten en forma de hidróxidos de hierro.

20 **[0118]** Por filtración y secado del residuo retenido en el filtro y después pesado se obtienen 1,2 g de hidróxido de hierro. Se trata por evaporación bajo presión reducida la solución obtenida al final de la filtración. 155 g de  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  cristalizan con una pureza del orden de un 95%.

25 **[0119]** El tratamiento de 100 g de flocaje de amianto con 196 g de ácido clorhídrico en solución en agua proporciona 155 g de cloruro de magnesio hidratado, 1,2 g de óxido de hierro, 35 g de sílice amorfa y 12 g de sulfato de calcio del aglomerante hidráulico. Además, al final de este tratamiento de desecho procedente de flocaje de amianto han sido consumidos 56 g de ácido clorhídrico y han sido reutilizados 140 g de ácido clorhídrico.

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de tratamiento de una materia sólida, llamada sólido amiantado (1), que contiene al menos una cantidad de amianto, **caracterizado por el hecho de que** dicho procedimiento comprende al menos una etapa de tratamiento, llamado tratamiento ácido en caliente (4), del amianto del sólido amiantado (1) a presión atmosférica mediante una solución acuosa (5) de ácido clorhídrico a una temperatura cercana a la temperatura de ebullición de la solución acuosa (5) de ácido clorhídrico, para así obtener:
  - 10 - una solución, llamada solución no silícica (8), de al menos un constituyente no silícico del amianto en la solución acuosa (5) de ácido clorhídrico y
  - un sólido, llamado sólido silícico (9),
 y **de que** se somete a la solución no silícica (8) a un tratamiento, llamado tratamiento de precipitación (13), en el cual se realiza una precipitación selectiva de las especies catiónicas del hierro que están presentes en esta solución no silícica (8).
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por el hecho de que** se realiza el tratamiento de precipitación (13) ajustando el pH de la solución no silícica (8) a un valor comprendido entre pH 5 y pH 7, y en particular a un valor del orden de pH 6.
- 20 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizado por el hecho de que** el tratamiento de precipitación (13) consiste en una adición, a la solución no silícica (8), de una cantidad de al menos un compuesto, llamado compuesto básico (12), susceptible de aumentar la concentración de iones hidróxidos en la solución no silícica (8).
- 25 4. Procedimiento según la reivindicación 3, **caracterizado por el hecho de que** se elige el compuesto básico (12) de entre los miembros del grupo que consta de óxidos de los metales alcalinotérreos, hidróxidos de los metales alcalinos e hidróxidos de los metales alcalinotérreos.
- 30 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 3 y 4, **caracterizado por el hecho de que** el compuesto básico (12) se elige de entre los miembros del grupo que consta del óxido de magnesio seco y del hidróxido de magnesio.
- 35 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por el hecho de que**, al realizarse el tratamiento ácido en caliente (4), se prepara una suspensión del sólido amiantado (1) en la solución acuosa (5) de ácido clorhídrico y se calienta la suspensión del sólido amiantado (1) en la solución acuosa (5) de ácido clorhídrico a una temperatura comprendida entre 70°C y 110°C, y en particular del orden de 95°C.
- 40 7. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado por el hecho de que**, al realizarse el tratamiento ácido en caliente (4), se calienta la suspensión del sólido amiantado (1) en la solución acuosa (5) de ácido clorhídrico durante un periodo de tiempo comprendido entre 30 min. y 300 min. y en particular del orden de 150 min.
- 45 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado por el hecho de que** la concentración de ácido clorhídrico en la solución acuosa (5) de ácido clorhídrico de un tratamiento ácido en caliente (4) es superior a 100 g/l, y está en particular comprendida entre 100 g/l y 150 g/l.
- 50 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado por el hecho de que** se realiza el tratamiento ácido en caliente (4) a partir de un sólido amiantado (1) que presenta una granulometría inferior a 20 mm, y en particular comprendida entre 1 mm y 10 mm.
- 55 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado por el hecho de que** el tratamiento ácido en caliente (4) está adaptado para que la solución no silícica (8) quede exenta de compuesto silícico.
- 60 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado por el hecho de que**, previamente al tratamiento de precipitación (13), se realiza una separación de sólido/líquido (7) del sólido silícico (9) y de la solución no silícica (8).
12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado por el hecho de que** después de la etapa de precipitación (13) se realiza una separación de sólido/líquido (15) de un precipitado (16) formado por especies catiónicas del hierro y de una solución residual, llamada solución magnésica (17), que contiene una cantidad de al menos una especie iónica del magnesio.
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado por el hecho de que** el sólido amiantado (1) es amianto para el cual se aplica dicho tratamiento ácido en caliente (4).

14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado por el hecho de que**, al ser el sólido amiantado (1) un desecho amiantado que contiene una proporción másica de amianto comprendida entre un 10% y un 15%, previamente al tratamiento ácido en caliente (4) se realiza una separación (41) del amianto (3) de dicho desecho amiantado.
- 5
15. Procedimiento la reivindicación 14, **caracterizado por el hecho de que** para la separación (41) del amianto (3) del desecho amiantado se realiza al menos un tratamiento, llamado tratamiento ácido en frío (32), en el cual se sumerge el desecho amiantado en una solución acuosa que contiene ácido clorhídrico a una concentración superior a 200 g/l, y en particular del orden de 250 g/l, a temperatura ambiente y a presión atmosférica, y se incuba la mezcla bajo agitación durante un periodo de tiempo superior a 1 h, y en particular comprendido entre 2 h y 3 h.
- 10

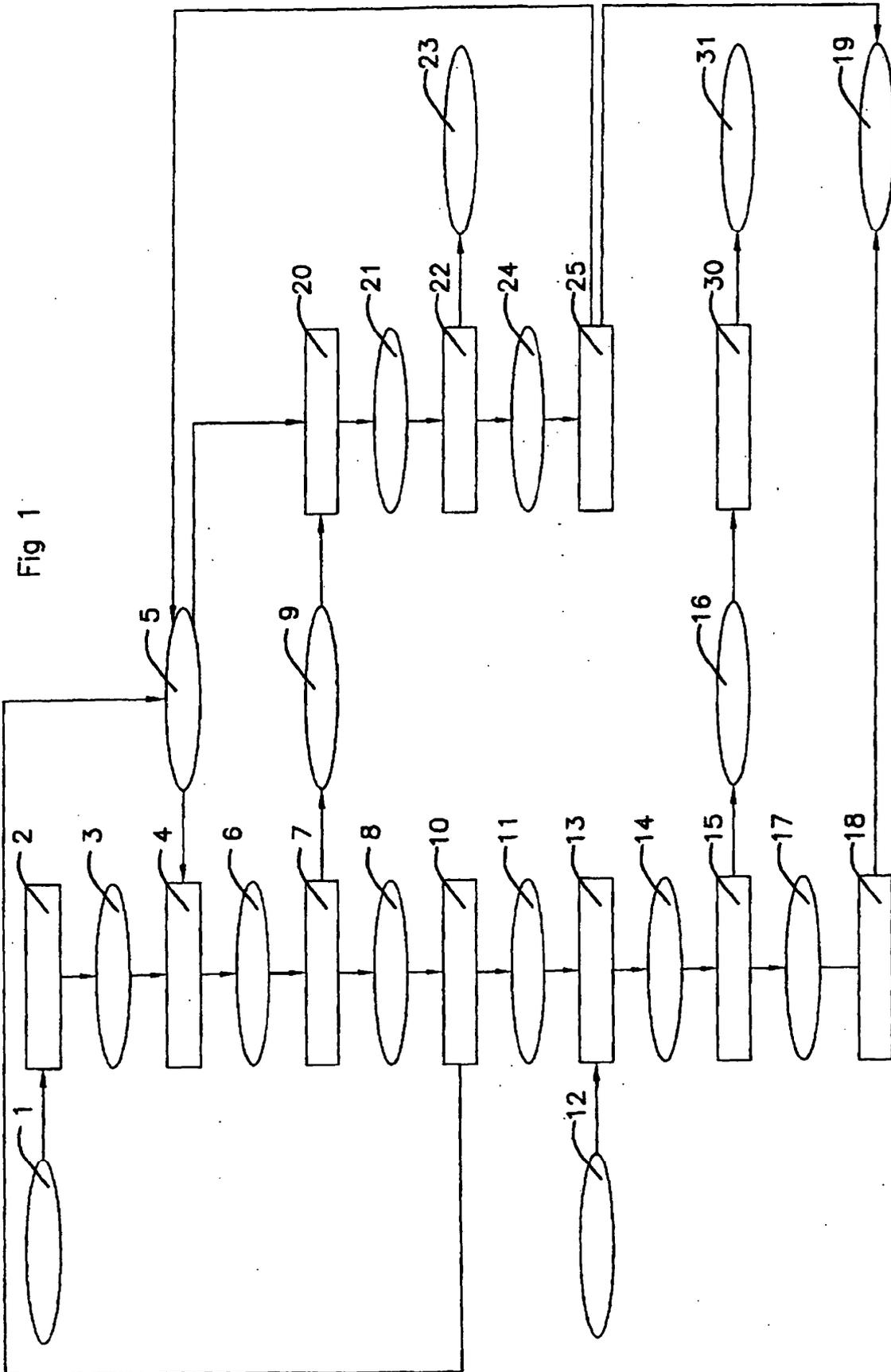


Fig 2

