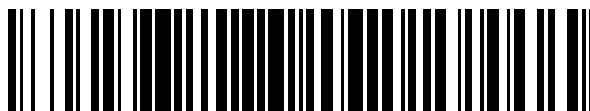


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 390 129**

51 Int. Cl.:
C07C 229/16 (2006.01)
C07F 15/02 (2006.01)
G03C 5/305 (2006.01)
G03C 7/413 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **06772514 .3**
96 Fecha de presentación: **07.06.2006**
97 Número de publicación de la solicitud: **1888608**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **20.02.2008**

54 Título: **Un procedimiento para preparar un complejo de ácido férrico**

30 Prioridad:
07.06.2005 US 147088

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
06.11.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
06.11.2012

73 Titular/es:
BASF CORPORATION (100.0%)
100 CAMPUS DRIVE
FLORHAM PARK, NJ 07932, US

72 Inventor/es:
FRIEDRICH, KLAUS

74 Agente/Representante:
CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 390 129 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

Un procedimiento para preparar un complejo de ácido férrico.

CAMPO DE LA INVENCIÓN

5 La presente invención se refiere, de manera general, a un procedimiento para preparar un complejo férrico y ácido. Más específicamente, la presente invención se refiere a un procedimiento en el que se forma un complejo férrico y ácido a partir de un quelante, un óxido de hierro, una base y un promotor de reacción.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

10 Los complejos férricos y ácidos se conocen en la técnica, y son útiles como reactivos fotoquímicos para revelar película fotográfica. Los complejos férricos y ácidos convencionales se preparan, de manera general, haciendo reaccionar una sal férrica y un quelante de ácido aminocarboxílico en agua. El quelante de ácido aminocarboxílico tiene cuatro funcionalidades ácido carboxílico. Algunas de las funcionalidades ácido carboxílico son desprotonadas con hidróxido de amonio por retirada de un protón. Un ión hidróxido del hidróxido de amonio y una de las funcionalidades ácido carboxílico reaccionan para producir una molécula de agua. Además, las sales férricas reaccionan con las funcionalidades ácido carboxílico para dar como resultado la producción de iones de hierro que tienen una valencia positiva y la retirada de un protón de más de las funcionalidades ácido carboxílico, para producir moléculas de agua. Como resultado, muchas de las funcionalidades ácido carboxílico del quelante se convierten en iones carboxilato, que tienen una valencia negativa. Se forman enlaces coordinados entre uno de los iones de hierro y tres de los iones carboxilato del quelante para producir el complejo férrico y ácido. Después de reaccionar con las funcionalidades ácido carboxílico, las sales férricas proporcionan iones de hierro que tienen una valencia positiva.

20 Uno de los problemas con la producción de los complejos convencionales es que las sales férricas son caras comparadas con otras fuentes de hierro. Como resultado, se han usado óxidos de hierro como fuente de iones de hierro. Para hacer que los iones de hierro estén disponibles para reaccionar con los iones carboxilato del quelante de ácido aminocarboxílico, la fuente de hierro debe ser disuelta en agua junto con el quelante de ácido aminocarboxílico. Sin embargo, los óxidos de hierro son relativamente insolubles en agua y requieren tiempos de mezcla más largos y temperaturas más altas para reaccionar, en comparación con las sales férricas, que se mezclan más fácilmente en el agua debido a su más alta solubilidad. Los tiempos de mezcla más largos y las temperaturas más altas dan como resultado una velocidad acelerada de degradación de los quelantes de ácido aminocarboxílico. La degradación de los quelantes de ácido aminocarboxílico es indeseable, y afecta a la formación del complejo férrico y ácido. También, los subproductos formados a partir de la degradación pueden influir negativamente en el rendimiento deseado del complejo férrico y ácido en, por ejemplo, la aplicación fotoquímica. Se han usado sales ferrosas, que proporcionan iones Fe^{2+} en lugar de iones Fe^{3+} para catalizar la reacción entre el óxido de hierro y los quelantes de ácido aminocarboxílico. La reacción entre ácido aminocarboxílico como quelante, óxido de hierro y una base en presencia de iones Fe^{2+} se describe, p.ej., en la solicitud de patente europea EP 0 471 583 A1.

35 Sigue habiendo una oportunidad de mejorar adicionalmente parámetros de procesamiento para los complejos férricos y ácidos usando promotores de reacción distintos a o en adición a las sales ferrosas para minimizar la degradación del quelante durante el procesamiento.

COMPENDIO DE LA INVENCIÓN Y VENTAJAS

40 La presente invención también proporciona un procedimiento para preparar un complejo férrico y ácido en un recipiente. Para preparar el complejo férrico y ácido, el disolvente, el quelante, la base, el óxido de hierro y el promotor de reacción que tiene el ión Fe^{3+} , en donde el promotor de reacción comprende una sal férrica, se cargan en el recipiente. El disolvente, quelante, base, óxido de hierro y promotor de reacción en el recipiente son calentados hasta una temperatura de al menos 76,7°C durante un periodo de al menos 3 horas para formar el complejo férrico y ácido.

45 Debido al uso del promotor de reacción que tiene el ión Fe^{3+} , el procedimiento para preparar el complejo férrico y ácido da como resultado una degradación minimizada del quelante durante el procesamiento, incluso más que con los iones Fe^{2+} . Por tanto, el uso del promotor de reacción que tiene el ión Fe^{3+} da como resultado un complejo férrico y ácido de calidad más alta que la que ha estado previamente disponible cuando se usa óxido de hierro para preparar el complejo férrico y ácido.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE UNA REALIZACIÓN PREFERIDA

50 Se puede usar un complejo férrico y ácido formado por el procedimiento acorde con la presente invención como reactivo fotoquímico para revelar película. Más específicamente, el complejo férrico y ácido puede ser incluido en un baño en el cual se sumerge una película expuesta a fin de revelar imágenes sobre la película.

55 El complejo férrico y ácido incluye el producto de reacción de un quelante y un óxido de hierro. Como se describirá en más detalle más adelante, la reacción entre el quelante y el óxido de hierro se produce en un disolvente. Preferiblemente, el disolvente es agua; sin embargo, se pueden usar alternativamente otros disolventes. El agua

puede ser agua destilada, agua desionizada, agua de proceso filtrada, etc. El quelante y el óxido de hierro se disuelven en el disolvente para dejar que el quelante y el óxido de hierro reaccionen. Aunque el complejo férrico y ácido puede ser almacenado y envasado en el disolvente, es de apreciar que el complejo férrico y ácido puede ser separado del disolvente en una forma sólida, tal como un polvo.

5 El quelante tiene al menos una funcionalidad ácido carboxílico. Preferiblemente, el quelante es un ácido aminopolicarboxílico. El ácido aminopolicarboxílico puede tener al menos dos funcionalidades ácido carboxílico. Las funcionalidades ácido carboxílico están presentes para la reacción con los iones de hierro, como se describirá en más detalle más adelante. Los átomos de nitrógeno que proporcionan la parte amino del ácido aminopolicarboxílico hacen la función de estabilizar el complejo férrico y ácido final. Sin embargo, es de apreciar que también se pueden
10 usar quelantes adecuados que tengan sólo las funcionalidades ácido carboxílico, estando ausente la funcionalidad amino.

Como se describió anteriormente, los ácidos aminopolicarboxílicos adecuados para la presente invención incluyen los que tienen al menos una funcionalidad ácido carboxílico. Por ejemplo, en una realización, el ácido aminopolicarboxílico puede tener cuatro funcionalidades ácido carboxílico. En otra realización, el ácido
15 aminopolicarboxílico puede tener tres funcionalidades ácido carboxílico. Es de apreciar que el ácido aminopolicarboxílico también puede incluir otras funcionalidades, tales como una funcionalidad hidroxilo. Los ejemplos específicos de ácidos aminopolicarboxílicos adecuados se pueden seleccionar del grupo de ácido etilendiaminotetraacético, ácido nitrilotriacético, ácido iminodiacético, ácido 1,2-propilendiaminotetraacético, ácido *N*-metil-, -etil-, -propil y -butil iminodiacético, ácido 1,3-propilendiaminotetraacético, ácido *N*-hidroxietilendiaminotriacético, ácido trietilentetraaminohexaacético, ácido dietilentriaminopentaacético y combinaciones de los mismos. Otros quelantes adecuados pueden incluir ácidos hidroxicarboxílicos que sean capaces de quelar un ión de hierro. Los ejemplos específicos de tales ácidos hidroxicarboxílicos se pueden
20 seleccionar del grupo de ácido cítrico, ácido tartárico, ácido láctico y ácido glucónico.

Preferiblemente, el quelante está presente, antes de la reacción entre el quelante y el óxido de hierro, en una
25 cantidad de 70 a 90 partes en peso basado en el peso total del complejo férrico y ácido. Por ejemplo, el quelante puede estar presente antes de la reacción en una cantidad de aproximadamente 72,7 partes en peso basado en el peso total del complejo férrico y ácido.

Durante la reacción entre el óxido de hierro y el quelante, los átomos de oxígeno del óxido de hierro y los protones de las funcionalidades ácido carboxílico reaccionan, dando como resultado la producción de iones de hierro
30 complejados con el quelante. También se producen moléculas de agua. Muchas de las funcionalidades ácido carboxílico del quelante se convierten en iones carboxilato que tienen una valencia negativa. En una realización, se forman enlaces coordinados entre uno de los iones de hierro y dos iones carboxilato del quelante, cuando el quelante sólo incluye dos funcionalidades ácido carboxílico, para producir el complejo férrico y ácido. En otra realización, cuando el quelante incluye tres funcionalidades ácido carboxílico, se forman enlaces coordinados entre
35 uno de los iones de hierro y cuatro de los iones carboxilato, quedando la carga negativa sobrante del cuarto grupo carboxilato para formar una sal con una base, a describir en más detalle más adelante.

Los óxidos de hierro adecuados para la presente invención incluyen óxidos de hierro (II, III), p.ej., Fe_3O_4 , y óxidos de hierro (III), p.ej., Fe_2O_3 , así como óxidos de hierro hidratados, tales como óxido de hierro alfa-hidratado, p.ej., alfa- FeOOH , y óxido de hierro gamma-hidratado, p.ej., gamma- FeOOH , y cualquier combinación de los óxidos de hierro.
40 Los ejemplos específicos de óxidos de hierro adecuados se pueden seleccionar del grupo de magnetita, goethita, lepidocrocita, ferrihidrita y combinaciones de los mismos. Debido a la reactividad relativamente más alta de la magnetita en comparación con, por ejemplo, la goethita, la magnetita, que incluye una mezcla de iones hierro (III) y hierro (II), con una mayoría de iones hierro (III), es particularmente adecuada para los fines de la presente invención.

Preferiblemente, los óxidos de hierro están presentes, antes de la reacción entre el quelante y el óxido de hierro, en una cantidad de al menos 16 partes en peso basado en el peso total del complejo férrico y ácido. Por ejemplo, los
45 óxidos de hierro están presentes, lo más preferiblemente, en una cantidad de aproximadamente 17,0 a aproximadamente 18,5 partes en peso, basado en el peso total del complejo férrico y ácido.

Como se mencionó anteriormente, el complejo férrico y ácido incluye además el producto de reacción de una base. Durante la reacción, además de la reacción entre los óxidos de hierro y las funcionalidades ácido carboxílico,
50 algunas de las funcionalidades ácido carboxílico del quelante y la base reaccionan para retirar un protón de la funcionalidad ácido carboxílico. Más específicamente, un ión hidróxido de la base y un protón de una de las funcionalidades ácido carboxílico reaccionan para producir una molécula de agua. Queda un ión de la base después de la reacción entre el grupo hidróxido y el protón de la funcionalidad ácido carboxílico. Como se describió anteriormente, se forman enlaces coordinados entre uno de los iones de hierro y tres de los iones carboxilato del
55 quelante. Uno de los iones de la base reacciona con el cuarto ión carboxilato del quelante para equilibrar las cargas del complejo, que tiene una valencia global neutra.

La base también sirve a funciones distintas a la participación en la reacción para formar el complejo. Más específicamente, la reacción entre el óxido de hierro y el quelante es dependiente del pH. Algo de la base puede ser cargado en diferentes puntos durante la preparación del complejo férrico y ácido a fin de ajustar el valor de pH en un

intervalo deseado, como se describirá en más detalle más adelante. La base también puede ser cargada antes y/o después de cargar el óxido de hierro para ayudar a disolver el quelante y/o el óxido de hierro en el disolvente.

5 Cualquier base convencional es adecuada para los fines de la presente invención. Las bases que son particularmente adecuadas para los fines de la presente invención incluyen bases que se seleccionan del grupo de amoniaco, hidróxido de amonio, alquilaminas, etanolaminas, propanolaminas, hidróxidos alcalinos, hidróxidos alcalinotérreos y combinaciones de los mismos.

10 Preferiblemente, la base se usa en una cantidad de 4 a 14 partes en peso basado en el peso total del complejo férrico y ácido, dependiendo de la base real usada. Por ejemplo, en una realización, la base es hidróxido de amonio y se usa en una cantidad de aproximadamente 8,7 partes en peso, basado en el peso total del complejo férrico y ácido.

15 El complejo férrico y ácido también incluye el producto de reacción de un promotor de reacción que tiene un ión Fe^{3+} , en donde el promotor de reacción incluye una sal férrica. Aunque los iones férricos de la sal férrica participan en la reacción para producir el complejo férrico y ácido, la sal férrica del promotor de reacción está presente en tan mínima cantidad, como se expone más adelante, que proporciona una cantidad despreciable de iones de hierro para formar el complejo férrico y ácido. Sin embargo, la presencia de la sal férrica en el disolvente mientras se disuelve el óxido de hierro aumenta la velocidad de disolución del óxido de hierro en el disolvente y promueve la reacción entre el óxido de hierro y el quelante. Debido a la presencia del promotor de reacción y a la interacción entre el promotor de reacción y el óxido de hierro en el disolvente, los tiempos de ciclo globales para preparar el complejo férrico y ácido son minimizados. El tiempo de ciclo minimizado tanto disminuye el coste de producción para el complejo férrico y ácido como minimiza el tiempo durante el que el quelante tiene oportunidad de degradarse como resultado de la exposición a temperaturas elevadas durante la preparación del complejo férrico y ácido.

20 Las sales férricas adecuadas para los fines de la presente invención incluyen, pero no se limitan a, sulfato férrico, carbonato férrico, cloruro férrico, nitrato férrico, bromuro férrico, citrato férrico, glicolato férrico, hidratos de las sales férricas y combinaciones de los mismos. Son particularmente adecuados como promotores de reacción el sulfato férrico e hidratos del sulfato férrico, debido a la relativa naturaleza no corrosiva de los iones sulfato que pueden quedar en el complejo férrico y ácido después de la reacción. Además, el sulfato férrico es relativamente barato, en comparación con las otras sales férricas, y puede ser almacenado a la vez que mantiene sus propiedades reactivas.

25 Preferiblemente, el promotor de reacción está presente en una cantidad de 0,03 a 3,5 partes en peso basado en el peso total del complejo férrico y ácido. Por ejemplo, en una realización, el promotor de reacción está presente en una cantidad de 0,2 partes en peso basado en el peso total del complejo férrico y ácido.

30 El procedimiento para preparar el complejo férrico y ácido se produce en un recipiente. El recipiente puede ser un reactor, un matraz o cualquier otro tipo de recipiente de reacción que permita la apropiada agitación, transferencia de calor y carga y descarga de los materiales, y la toma de muestras durante la preparación del complejo férrico y ácido. Para el procedimiento, el disolvente, el quelante, la base, el óxido de hierro y el promotor de reacción se cargan, todos, en el recipiente. Como se describe más adelante, el quelante, el óxido de hierro, la base y el promotor de reacción pueden ser cargados juntos o por separado en el recipiente, que incluye el disolvente, en cualquier orden. En una realización, el quelante y el disolvente se mezclan en el recipiente durante un periodo de al menos 10 minutos antes de cargar la base, el óxido de hierro y el promotor de reacción en el recipiente. Más específicamente, el disolvente puede ser cargado en el recipiente antes de cargar el quelante, o, alternativamente, el disolvente y el quelante pueden ser cargados al mismo tiempo en el recipiente. El disolvente y el quelante pueden ser cargados a una temperatura ambiente de aproximadamente 25°C. El quelante y el disolvente se mezclan para disolver al menos parcialmente el quelante en el disolvente y para hacer que el quelante esté disponible para la reacción.

35 Algo de la base se puede cargar en el recipiente antes de cargar el óxido de hierro y el promotor de reacción. Más específicamente, algo de la base se puede cargar en el recipiente que contiene el disolvente y el quelante a fin de ayudar a disolver el quelante en el disolvente. Preferiblemente, la base se carga en el recipiente hasta que el valor de pH dentro del recipiente es menor que aproximadamente 4,5.

40 En una realización, el óxido de hierro y el promotor de reacción se cargan en el recipiente que contiene el disolvente, el quelante disuelto o suspendido en el disolvente, y la base; sin embargo, es de apreciar que el disolvente, el quelante, la base, el óxido de hierro y el promotor de reacción se pueden cargar en el recipiente al mismo tiempo. Alternativamente, el quelante, la base, el óxido de hierro y el promotor de reacción se pueden cargar en el recipiente que contiene el disolvente en cualquier orden. El óxido de hierro y el promotor de reacción se pueden cargar por separado o al mismo tiempo en el recipiente, y se pueden cargar a una temperatura ambiente de aproximadamente 25°C. Se puede cargar base adicional en el recipiente junto con, o después de cargar, el óxido de hierro y el promotor de reacción para obtener un valor de pH dentro del recipiente de 3,6 a 4, lo que ayuda a disolver el óxido de hierro en el disolvente.

45 Una vez que el quelante, el óxido de hierro, la base y el promotor de reacción han sido cargados en el recipiente, estos componentes se calientan en el recipiente hasta una temperatura de al menos 76,7°C durante un periodo de al menos 3 horas para formar el complejo férrico y ácido. Por ejemplo, el calentamiento se produce preferiblemente

dentro de un intervalo de temperaturas de 82,2°C a 100°C durante un periodo de 3 a 12 horas, o a una temperatura de aproximadamente 95°C +/- 2,8°C durante un periodo de aproximadamente 4 horas.

La cantidad de tiempo durante el que se calientan los componentes es dependiente de la progresión de la reacción. La progresión se puede observar visualmente en la forma de un cambio de color de la mezcla en el recipiente y la presencia de sólidos, y se puede ensayar analíticamente en cuanto al valor de pH, el hierro en disolución, la cantidad de quelante libre y/o la cantidad de productos de degradación del quelante. Más específicamente, los componentes, antes de la reacción, tienen un color gris o parduzco. Según progresa la reacción, el contenido vira a un color verdoso y los sólidos en la mezcla disminuyen visiblemente. El valor de pH se puede medir con un medidor de pH estándar.

- 5
- 10 El hierro en disolución se puede medir por espectroscopía de absorción atómica. Preferiblemente, el hierro en disolución se mide después de un purgado y filtración, que se describen en más detalle más adelante. El hierro en disolución indica cuánto del óxido de hierro ha sido consumido mediante la reacción, lo que se traduce en una cantidad del complejo férrico y ácido que se ha formado en la reacción, suponiendo que se ha cargado una cantidad apropiada de quelante. Una cantidad aceptable de hierro en disolución es al menos 98,5 partes en peso basado en el peso total de todo el hierro cargado en el recipiente.

La cantidad de quelante libre indica cuánto del quelante permanece sin reaccionar, y se puede medir por valoración complexométrica. Una cantidad aceptable de quelante libre es de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 5,0 por ciento en peso basado en el peso total de todo el quelante cargado en el recipiente.

- 20 La cantidad de productos de degradación del quelante indica la calidad del complejo férrico y ácido, y se puede medir determinando cromatográficamente las cantidades de productos de degradación conocidos, tales como ácido acético, ácido fórmico, ácido oxálico, o ciertos ácidos aminocarboxílicos inferiores. Una cantidad aceptable de productos de degradación del quelante es aproximadamente 0,3 por ciento en peso o menos, basado en el peso total de todo el quelante cargado en el recipiente.

- 25 Una muestra del complejo férrico y ácido en el disolvente se toma del recipiente y se analiza en cuanto a valor de pH, una cantidad de hierro en disolución y una cantidad de óxido de hierro no disuelto. El valor de pH del complejo férrico y ácido en el disolvente se ajusta después, si fuera necesario, añadiendo base adicional o quelante adicional. El complejo férrico y ácido puede ser purgado con aire para oxidar cualesquiera iones ferrosos que pudieran estar presentes a iones férricos. El complejo férrico y ácido en el disolvente puede ser filtrado y transferido después a almacenamiento.

- 30 Preferiblemente, después de que se ha preparado el complejo férrico y ácido, el complejo férrico y ácido se almacena y envasa en el disolvente. Alternativamente, el complejo férrico y ácido puede ser separado sustancialmente del disolvente por secado por pulverización, secado en tambor o cualquier otra operación de secado adecuada, en cuyo caso el complejo férrico y ácido puede ser almacenado y envasado como un polvo.

- 35 Los siguientes ejemplos, que ilustran el procedimiento para preparar el complejo férrico y ácido de la presente invención, pretenden ilustrar y no limitar la invención.

EJEMPLOS

- Se preparan complejos férricos y ácidos cargando primero el disolvente en un recipiente de 1 litro, que es un matraz, a una temperatura ambiente de aproximadamente 25°C. Después se carga el quelante en el recipiente, junto con una parte de la base hasta que el valor de pH dentro del recipiente es aproximadamente 4. El quelante, el disolvente y la base se mezclan durante un periodo de aproximadamente 10 minutos. Después se cargan en el recipiente el óxido de hierro y el promotor de reacción, a una temperatura ambiente de aproximadamente 25°C, junto con más de la base para obtener un valor de pH dentro del recipiente de 3,6 a 4. Después, el contenido del recipiente se calienta hasta una temperatura de aproximadamente 95°C +/- 2,8°C durante un tiempo de calentamiento, que se especifica en la Tabla 1, hasta que se forma el complejo férrico y ácido en el disolvente. Una muestra del complejo férrico y ácido en el disolvente se toma del recipiente después del tiempo de calentamiento y se analiza en cuanto a hierro en disolución, valor de pH y óxido de hierro no disuelto. La cantidad de óxido de hierro no disuelto se determina gravimétricamente. El valor de pH del complejo férrico y ácido en el disolvente se puede ajustar después añadiendo base adicional o quelante adicional. El complejo férrico y ácido en el disolvente se purga después con aire durante unos 30 minutos para oxidar cualesquiera iones ferrosos en el recipiente a iones férricos. El complejo férrico y ácido en el disolvente se filtra después y se transfiere a almacenamiento.

En la Tabla 1 se exponen los componentes específicos incluidos en o usados para preparar el complejo férrico y ácido de la presente invención. Todas las cantidades son en partes en peso, basado en el peso total del complejo férrico y ácido, a menos que se indique de otro modo.

TABLA 1

	Componente	Ej. A	Ej. B	Ej. C
Complejo férrico y ácido				
	Quelante	72,74	72,73	72,75
	Base A	8,73	8,75	8,57
	Óxido de hierro	18,34	18,35	18,35
	Promotor de reacción A	0,19	0,17	0,00
	Promotor de reacción B	0,00	0,00	0,33
	Total	100,00	100,00	100,00
Complejo férrico y ácido en el disolvente				
	Cantidad total de quelante, base, óxido de hierro y promotor de reacción, partes en peso, basado en la cantidad total de los componentes en el recipiente	26,93	26,92	26,93
	Disolvente, partes en peso, basado en la cantidad total de los componentes en el recipiente	73,07	73,08	73,07
	Total	100,00	100,00	100,00
	Tiempo de calentamiento, horas dentro del intervalo de temperaturas del calentamiento	6	8	6
	Intervalo de temperaturas de calentamiento, °C	95 +/- 2,8	95 +/- 2,8	95 +/- 2,8
	Valor de pH del complejo férrico y ácido final en el disolvente	2,98	3,95	3,66
	Hierro en disolución, partes en peso, basado en el peso total de todo el hierro cargado en el recipiente	99,7	99,5	99,4
	Óxido de hierro no disuelto, partes en peso, basado en el peso total de todo el óxido de hierro cargado en el recipiente	0,3	0,5	0,4

EJEMPLO COMPARATIVO A

5 El Ejemplo Comparativo A se prepara de la misma manera que la descrita anteriormente, excepto que se han usado promotores de reacción diferentes. En la Tabla 2 se exponen los componentes específicos incluidos en o usados para preparar el Ejemplo Comparativo A. Todas las cantidades son en partes en peso, basado en el peso total del

complejo férrico y ácido, a menos que se indique de otro modo.

TABLA 2

	Componente	Ej. Comparativo A
Complejo férrico y ácido		
	Quelante	72,68
	Base A	8,73
	Óxido de hierro	18,32
	Promotor de reacción C	0,27
	Total	100,00
Complejo férrico y ácido en el disolvente		
	Cantidad total de quelante, base, óxido de hierro y promotor de reacción, partes en peso, basado en la cantidad total de los componentes en el recipiente	26,90
	Disolvente, partes en peso, basado en la cantidad total de los componentes en el recipiente	73,10
	Total	100,00
	Tiempo de calentamiento, horas dentro del intervalo de temperaturas del calentamiento	6
	Intervalo de temperaturas de calentamiento, °C	95 +/- 2,8
	Valor de pH del complejo férrico y ácido final en el disolvente	3,7
	Hierro en disolución, partes en peso, basado en el peso total de todo el hierro cargado en el recipiente	98,3
	Óxido de hierro no disuelto, partes en peso, basado en el peso total de todo el óxido de hierro cargado en el recipiente	1,7

EJEMPLO COMPARATIVO B

- 5 El Ejemplo Comparativo B se prepara sin ningún promotor de reacción. Más específicamente, se carga primero el disolvente en un recipiente de 1 litro, que es un matraz, a una temperatura ambiente de aproximadamente 25°C. Después se carga el quelante en el recipiente. Después se carga en el recipiente todo el óxido de hierro a una temperatura ambiente de aproximadamente 25°C. La temperatura de los componentes en el recipiente se eleva hasta una temperatura de aproximadamente 90°C, y se agita durante aproximadamente 2 horas. Se detiene la agitación y la temperatura se mantiene a 90°C durante aproximadamente otras 2 horas. Después, la temperatura se
- 10

5 enfría hasta aproximadamente 54,4°C, y se cargan aproximadamente 5,6 gramos de la base en el recipiente. Después, los componentes en el recipiente se mezclan durante aproximadamente 1 hora. El valor de pH del contenido en el recipiente es aproximadamente 3,00, y se cargan aproximadamente 4,0 gramos de la base en el recipiente. El contenido del recipiente se calienta hasta una temperatura de aproximadamente 75°C durante aproximadamente 2 horas, y el contenido del recipiente experimenta un cambio de color de rojizo a gris. Después se deja que el contenido del recipiente se enfríe hasta aproximadamente la temperatura ambiente durante un periodo de aproximadamente 12 horas. Se carga más de la base en el recipiente, y el valor de pH del contenido del recipiente es aproximadamente 3,72. El contenido del recipiente se calienta hasta una temperatura de aproximadamente 75°C, y se carga más de la base en el recipiente. El contenido del recipiente se mantiene a la temperatura de aproximadamente 75°C durante aproximadamente 1 hora, tiempo después del cual se carga más de la base en el recipiente para llevar el valor de pH del contenido del recipiente hasta aproximadamente 3,74. Después de cinco cargas adicionales de la base a intervalos de 10 minutos, y de mantener el contenido del recipiente en un intervalo de temperaturas de aproximadamente 75°C a aproximadamente 85°C, el contenido del recipiente se deja enfriar hasta una temperatura ambiente de aproximadamente 25°C durante un periodo de aproximadamente 16 horas. Después, el contenido del recipiente se calienta de nuevo hasta una temperatura de aproximadamente 85°C durante aproximadamente 10 horas, tiempo después del cual el contenido del recipiente se analiza en cuanto a hierro en disolución, valor de pH y óxido de hierro no disuelto, como anteriormente.

20 En la Tabla 3 se exponen los componentes específicos incluidos en o usados para preparar el Ejemplo Comparativo B. Todas las cantidades son en partes en peso, basado en el peso total del complejo férrico y ácido, a menos que se indique de otro modo.

TABLA 3

	Componente	Ej. Comparativo B
	Complejo férrico y ácido	
	Quelante	68,92
	Base B	13,71
	Óxido de hierro	17,37
	Total	100,00
	Complejo férrico y ácido en el disolvente	
	Cantidad total de quelante, base, óxido de hierro y promotor de reacción, partes en peso, basado en la cantidad total de los componentes en el recipiente	28,01
	Disolvente, partes en peso, basado en la cantidad total de los componentes en el recipiente	71,99
	Total	100,00
	Tiempo de calentamiento, horas por encima de 82,2°C	14
	Intervalo de temperaturas de calentamiento, °C	75-90
	Valor de pH del complejo férrico y ácido final en el disolvente	3,8
	Hierro en disolución, partes en peso, basado en el peso total de todo el hierro cargado en el recipiente	6,3
	Óxido de hierro no disuelto, partes en peso, basado en el peso total de todo el óxido de hierro cargado en el recipiente	93,7

El quelante es ácido 1,3-propilendiaminotetraacético.

La base A es hidróxido de amonio.

La base B es amoniaco.

El óxido de hierro es magnetita.

El promotor de reacción A es sulfato férrico.

El promotor de reacción B es citrato férrico hidrato.

5 El promotor de reacción C es sulfato ferroso.

El disolvente es agua desionizada.

10 Con referencia a las Tablas 1, 2 y 3, los complejos férricos y ácidos preparados de acuerdo con la presente invención requieren una cantidad de tiempo de calentamiento más corta para obtener mayores cantidades de hierro en disolución, en comparación con los complejos férricos y ácidos de los Ejemplos Comparativos. Como resultado, el complejo férrico y ácido de la presente invención tiene menos óxidos de hierro no disueltos, en comparación con los Ejemplos Comparativos.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para preparar un complejo férrico y ácido, que comprende las etapas de:
cargar un disolvente en un recipiente;
cargar un quelante en el recipiente;
- 5 cargar una base en el recipiente;
cargar un óxido de hierro en el recipiente;
cargar un promotor de reacción que tiene un ión Fe^{3+} , en donde el promotor de reacción comprende una sal férrica, en el recipiente; y
- 10 calentar el disolvente, quelante, base, óxido de hierro y promotor de reacción en el recipiente hasta una temperatura de al menos 76,7°C (170°F) durante un periodo de al menos 3 horas para formar el complejo férrico y ácido.
2. Un procedimiento como el expuesto en la reivindicación 1, que comprende además la etapa de mezclar el quelante y el disolvente en el recipiente durante un periodo de al menos 10 minutos antes de cargar la base, el óxido de hierro y el promotor de reacción en el recipiente.
3. Un procedimiento como el expuesto en la reivindicación 1, en el que el promotor de reacción se carga en una cantidad de 0,03 a 3,5 partes en peso, basado en el peso total del complejo férrico y ácido.
- 15 4. Un procedimiento como el expuesto en la reivindicación 3, en el que el promotor de reacción se carga en una cantidad de 0,2 partes en peso, basado en el peso total del complejo férrico y ácido.
5. Un procedimiento como el expuesto en la reivindicación 1, en el que el quelante comprende un ácido aminopolicarboxílico que tiene al menos dos funcionalidades ácido carboxílico.
- 20 6. Un procedimiento como el expuesto en la reivindicación 1, en el que el disolvente es agua.
7. Un procedimiento como el expuesto en la reivindicación 1, en el que la etapa de calentamiento se produce dentro de un intervalo de temperaturas de 82,2°C (180°F) a 100°C (212°F).
8. Un procedimiento como el expuesto en la reivindicación 1, en el que la etapa de calentamiento se produce durante un periodo de 3 a 12 horas.
- 25 9. Un procedimiento como el expuesto en la reivindicación 1, que comprende además la etapa de cargar base adicional en el recipiente posteriormente a cargar el óxido de hierro y el promotor de reacción hasta que un valor de pH dentro del recipiente es de 3,6 a 4.
10. Un procedimiento como el expuesto en la reivindicación 1, que comprende además la etapa de secar por pulverización el complejo férrico y ácido.