

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 527 469**

51 Int. Cl.:

**C22B 3/10** (2006.01)

**C22B 34/10** (2006.01)

**C22B 34/12** (2006.01)

**C22B 34/14** (2006.01)

**C22B 34/24** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.09.2010 E 10757838 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.10.2014 EP 2475792**

54 Título: **Tratamiento de minerales**

30 Prioridad:

**11.09.2009 ZA 200906343**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**26.01.2015**

73 Titular/es:

**THE SOUTH AFRICAN NUCLEAR ENERGY  
CORPORATION LIMITED (100.0%)**

**Pelindaba  
0250 Brits , ZA**

72 Inventor/es:

**NEL, JOHANNES, THEODORUS;  
DU PLESSIS, WILHELMINA;  
CROUSE, PHILIPPUS, LODEWYK;  
LE ROUX, JOHANNES, PETRUS y  
RETIEF, WILLEM DEMPERS**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 527 469 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

## Tratamiento de minerales

La presente invención se refiere, en términos generales, al tratamiento de minerales. En particular, se refiere a un procedimiento para tratar un mineral y/o un óxido/silicato de metal derivado de un mineral o asociado con el mismo.

- 5 Para fabricar productos químicos downstream [de la fase final; es decir, de refinado, venta y distribución] a partir de minerales naturales o para obtener metales a partir de minerales como material de partida, el mineral debe ser solubilizado, y los productos intermedios solubilizados que se forman se deben purificar, para adecuarse, entre otras, a las especificaciones referidas a la pureza, conforme lo exigen las aplicaciones de uso final. El metal circonio de grado nuclear, por ejemplo, tiene que cumplir hasta las más estrictas especificaciones de pureza. Por lo general, para el metal circonio de grado nuclear, se requiere un contenido de hafnio menor que 100 ppm, desde una perspectiva de la absorción neutrónica térmica por sección transversal. Requisitos de pureza similares se aplican al fluoruro de aluminio empleado como precursor para la producción de aluminio y en la industria del vidrio de fluoroaluminato, así como también, para los compuestos de tantalio y niobio usados en la industria de la electrónica. Sin embargo, los minerales —tales como circón, bauxita, tantalita, pirocloro e ilmenita— son miembros de un grupo de minerales que contienen silicatos y óxidos de metales en abundancia natural y que son notablemente difíciles de solubilizar. Típicamente, para conseguir solubilizar dichos materiales se requieren una digestión a altas temperaturas en ácidos concentrados, durante largos periodos, procedimientos de fusión alcalina a altas temperaturas o procedimientos de carbocloración a altas temperaturas. De tal modo, estos minerales, así como también, los óxidos y silicatos de los elementos asociados con ellos, son extremadamente inertes y difíciles de solubilizar.
- 10
- 15
- 20 El documento con el número RU 2.365.647 revela la fluoración de materias primas que contienen titanio, tales como  $\text{FeTiO}_3$ , mediante el uso de fluoruro de amonio, bifluoruro de amonio o sus mezclas. No involucra el uso de un fluoruro de ácido de amonio, el cual es un líquido.

Constituye un objeto de la presente invención proveer un medio por el cual diversos minerales naturales, así como también sus silicatos y óxidos de metales asociados, se puedan tratar más fácilmente, a fin de obtener a partir de ellos, productos intermedios y finales de utilidad.

25

Por consiguiente, de acuerdo con la invención, se provee un procedimiento para tratar una materia prima, que comprende un mineral y/o un óxido/silicato de metal derivado de un mineral o asociado con el mismo, en donde el procedimiento comprende tratar la materia prima haciendo reaccionar, en un paso de reacción, el mineral y/o el óxido/silicato de metal derivado de un mineral o asociado con el mismo, con un fluoruro de ácido de amonio, que tenga la fórmula genérica  $\text{NH}_4\text{F}\cdot x\text{HF}$ , en la que  $1 < x \leq 5$ , y que es un líquido, para obtener un compuesto de fluorometalato de amonio, como un producto de reacción.

30

Por "óxido/silicato de metal" debe entenderse un óxido de metal, un silicato de metal o tanto un óxido de metal como un silicato de metal.

La materia prima puede comprender un mineral basado en bióxido de circón (circonia), por ejemplo, circonio y/o un óxido/silicato de metal derivado de un mineral basado en bióxido de circón, por ejemplo bióxido de circón y/o sílice. En cambio, la materia prima puede comprender un mineral seleccionado entre tantalita, columbita, pirocloro, ilmenita, rutilo, monacita, bauxita y mezclas de dos cualesquiera de ellos o más y/o un óxido/silicato de metal derivado de tal mineral. Más aún, la materia prima puede comprender una mezcla de diferentes óxidos de metales y/o diferentes silicatos de metales asociados con minerales, que pueden ser los minerales antes descritos. El mineral tantalita tiene la fórmula genérica  $[(\text{Fe},\text{Mn})(\text{Ta},\text{Nb})_2\text{O}_6]$ , en tanto que el pirocloro normalmente se formula como  $(\text{Na},\text{Ca})_2\text{Nb}_2\text{O}_6(\text{OH},\text{F})$ . La bauxita es un mineral que contiene aluminio y silicio; la ilmenita contiene hierro y titanio, y el rutilo contiene óxido de titanio (titania). Los inventores han hallado que todas estas materias primas difíciles de solubilizar son asombrosamente susceptibles a formar fluorometalatos de amonio cuando se las trata con fluoruro de ácido de amonio, de acuerdo con la invención. Se espera, además, como también se indicará en la presente más adelante, que los fluoruros de metal formados por el tratamiento de acuerdo con el procedimiento de la invención se puedan separar y/o purificar por la volatilización selectiva de los mismos.

35

40

45

Tal como se ha mencionado en la presente con anterioridad, el fluoruro de ácido de amonio en un líquido. En consecuencia, el procedimiento es un proceso que se lleva a cabo en condiciones de humedad, en particular porque normalmente se usa un excedente estequiométrico del fluoruro de ácido de amonio.

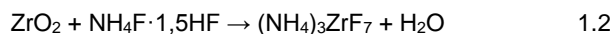
50 Cuando la materia prima está basada en bióxido de circón, puede comprender circón disociado,  $\text{ZrO}_2\cdot\text{SiO}_2$  o 'DZ' [*dissociated zircon*]. El paso de reacción puede continuar luego de acuerdo con una reacción 1.1, en la que  $x = 1,5$  (no equilibrada):



Por ende,  $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$  y  $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$  se obtienen como productos de reacción.

55 En cambio, cuando la materia prima está basada en bióxido de circón, puede comprender circón disociado que esté

desilicatado al menos parcialmente, el cual tiene un componente de bióxido de circón desilicatado,  $ZrO_2$ . El componente de bióxido de circón desilicatado puede reaccionar entonces de acuerdo con la reacción 1.2 (sin equilibrar), en que  $x = 1,5$ :



- 5 Así, se obtiene  $(NH_4)_3ZrF_7$  como un producto de reacción. La materia prima puede comprender circón disociado parcialmente desilicatado o circonio disociado totalmente desilicatado. Se apreciará que cuando el circón disociado está solo parcialmente desilicatado, también se formará algo de  $(NH_4)_2SiF_6$  como un producto de reacción.

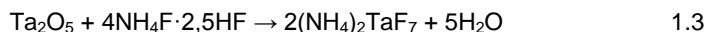
El circón disociado y el circón disociado parcial o totalmente desilicatado son entonces óxidos de metales derivados del mineral circonio.

## 10 Tratamiento de los minerales

El circón disociado, cuando se usa, puede obtenerse mediante cualquier procedimiento adecuado, particularmente mediante un procedimiento térmico. Así, por ejemplo, se puede obtener destruyendo la matriz cristalina del circón ( $ZrSiO_4$ ) calentándola a una temperatura elevada, en un horno de plasma o un generador de plasma, en condiciones oxidantes, inertes o reductoras. El circón es un mineral disponible en abundancia y a un coste relativamente bajo, pero es químicamente inerte. Por tanto, el mineral circón inerte es apto para el procesamiento químico según la invención, mediante la disociación del plasma. Durante la disociación del plasma, el circón se disocia en fases minerales separadas de bióxido de circón ( $ZrO_2$ ) y sílice ( $SiO_2$ ), en donde el producto se designa comúnmente como circón disociado ('DZ', *dissociated zircon*), circón disociado del plasma ('PDZ', *plasma dissociated zircon*), o  $ZrO_2 \cdot SiO_2$ .

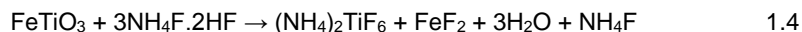
- 15 La reacción, para el PDZ, se puede llevar a cabo a una temperatura inferior a unos 150 °C, típicamente comprendida entre aproximadamente 50 °C y aproximadamente 100 °C; por ejemplo, a una temperatura cercana a los 55 °C, formándose  $(NH_4)_3ZrF_7$  y  $(NH_4)_2SiF_6$  como productos de reacción de acuerdo con la reacción (1.1). El periodo de reacción se establecerá, entre otras cosas, según la materia prima utilizada. De esta manera, para el PDZ, puede variar entre unos pocos segundos —por ejemplo, 5-10 segundos— y 5 minutos; típicamente será de alrededor de 2 minutos, dependiendo del tamaño de partícula del circón disociado y otras condiciones de reacción. Para otras materia primas, tales como la ilmenita, el periodo de reacción puede ser considerablemente más prolongado, y puede ser de al menos 100 minutos, por ejemplo, puede variar entre 100 minutos y 250 minutos.

Condiciones de reacción similares a las anteriormente explicadas se aplican para el tratamiento de otros minerales extremadamente inertes, tales como los antes citados, u óxidos o silicatos de metales extremadamente inertes derivados de dichos minerales o asociados con ellos. A modo de ejemplo, es posible fluorar el óxido de tantalio (que es un óxido de metal natural presente en el mineral tantalita) con fluoruro de ácido de amonio, de acuerdo con la reacción 1.3, en la que  $x = 2,5$ :



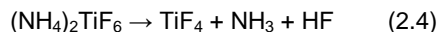
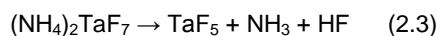
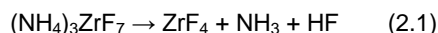
Así, se obtiene  $(NH_4)_2TaF_7$  como un producto de reacción.

- 35 Como otro ejemplo, la ilmenita ( $FeTiO_3$ ) se puede fluorar con fluoruro de ácido de amonio. Esto se puede lograr de acuerdo con la reacción 1.4, en la que  $x = 2$ :



El procedimiento puede incluir tratar térmicamente el producto de reacción del compuesto de fluorometalato de amonio para efectuar la descomposición térmica del mismo, por lo que se puede formar un fluoruro anhidro, por ejemplo  $ZrF_4$ ,  $AlF_3$ ,  $TaF_5$ ,  $NbF_5$ ,  $TiF_4$  etc., a partir del que se puedan obtener los productos deseados.

Así, la descomposición térmica del fluorometalato de amonio puede llevarse a cabo a una temperatura superior a los 300 °C aproximadamente, por lo general, a una temperatura cercana a los 450 °C, de acuerdo con las reacciones siguientes (2).



En el paso de tratamiento térmico, el fluorometalato de amonio se descompone así térmicamente en el correspondiente fluoruro y  $NH_4F$ , liberándose amoníaco ( $NH_3$ ) y fluoruro de hidrógeno ( $HF$ , *hydrogen fluoride*) a partir del  $NH_4F$ , como productos adicionales de la descomposición. Los vapores de  $NH_3$  y  $HF$  liberados durante la descomposición pueden reaccionar, una vez más, entre sí para formar fluoruro de amonio, por ejemplo, en una

trampa condensadora.

En caso de que el silicio esté presente en la matriz mineral, como lo es el caso del circón (a saber, la ecuación 1.1), el procedimiento puede incluir un paso de tratamiento térmico inicial, después del paso de reacción, y previo a la descomposición térmica antes descrita, que luego constituiría un segundo paso de tratamiento térmico. En el paso de tratamiento térmico inicial, la volatilización del compuesto de silicio, por ejemplo  $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ , se lleva a cabo a una temperatura de entre aproximadamente 250 °C y aproximadamente 300 °C, por lo general, a 280 °C aproximadamente, de acuerdo con la reacción (3).



En particular, el procedimiento se puede llevar a cabo en un reactor cerrado, para evitar la pérdida de los componentes gaseosos, tales como HF y  $\text{NH}_3$  reactivos. Típicamente, el reactor puede constar de tres zonas adyacentes y diferenciadas de temperatura, de modo tal que el paso de reacción, el primer paso de tratamiento térmico y el segundo paso de tratamiento térmico se lleven a cabo en una respectiva zona de temperatura, mientras el material pasa secuencialmente de una zona a la siguiente. De esta manera, el paso de reacción se lleva a cabo en una primera zona de temperatura relativamente fría, el primer paso de tratamiento térmico se realiza en una segunda zona de temperatura, que está a una temperatura mayor que la primera zona de temperatura, y el segundo paso de tratamiento térmico se efectúa en una tercera zona de temperatura, adyacente a la segunda zona de temperatura y que está a una temperatura mayor que la segunda zona de temperatura. Preferiblemente, el reactor es un horno rotativo.

La invención se describirá ahora a modo de ejemplo no limitativo, con referencia a los dibujos adjuntos.

En los dibujos:

La FIGURA 1 es un diagrama de flujo simplificado de un procedimiento de acuerdo con la invención, para tratar un mineral.

La FIGURA 2 es un gráfico de conversión porcentual en función del tiempo para el ejemplo 1, es decir, la reacción del PDZ con  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1,5\text{HF}$ , a diferentes temperaturas.

La FIGURA 3 es un gráfico de conversión porcentual en función del tiempo, para el ejemplo 2, es decir, una comparación de la capacidad de fluoración entre el fluoruro de ácido de amonio (AAF, *ammonium acid fluoride*, a 56 °C) y bifluoruro de amonio (ABF, *ammonium bifluoride*), a 148 °C en el PDZ.

La FIGURA 4 es un gráfico de conversión porcentual en función del tiempo, para el ejemplo 3, es decir, la reacción de ilmenita con  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1,5\text{HF}$  y  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 2\text{HF}$  respectivamente.

Y la FIGURA 5 muestra el efecto de la temperatura en la reacción de  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1,5\text{HF}$  con ilmenita.

En la figura 1, la materia prima está en forma de un óxido de circón/silicato de circón, a saber, circón disociado del plasma ('PDZ'), que deriva del mineral circón. El PDZ se trata con  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1,5\text{HF}$  de acuerdo con la reacción (1.1).

En la figura 1, el número de referencia 10, por lo general, incluye un procedimiento para tratar el PDZ.

Antes del procedimiento 10, se provee una etapa de disociación del plasma 12. Una línea de alimentación de circón ( $\text{ZrSiO}_4$ ) 14 conduce a la etapa 12. Una línea de transferencia de PDZ 16 conduce desde la etapa 12 hasta una etapa o paso de reacción 18, que forma parte del procedimiento 10. Una línea de alimentación de fluoruro de ácido de amonio ( $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1,5\text{HF}$ ) 20 también conduce hasta la etapa 18. Una línea de transferencia del producto de reacción 22 conduce desde la etapa 18 hasta un primera paso o una primera etapa de tratamiento térmico 24. Una línea de recuperación de productos volátiles de la primera etapa térmica 25 opcional conduce desde la etapa 24 hasta un medio de tratamiento o recuperación de gas residual (que no se muestra). Una línea de transferencia del producto de la primera etapa térmica 26 conduce desde la etapa 24 hasta un segundo paso o una segunda etapa de tratamiento térmico 28. Una línea del producto de la segunda etapa térmica 30 nace en la etapa 28. Una línea de recuperación de productos volátiles de la segunda etapa térmica 29 opcional conduce desde la etapa 28 hasta un medio de tratamiento o recuperación de gas residual (que no se muestra).

Durante el uso, se introduce  $\text{ZrSiO}_4$ , por la línea de alimentación 14, en la etapa de disociación del plasma 12. En la etapa 12, el circón se disocia, por medio de disociación del plasma, en PDZ. El PDZ pasa por la línea de flujo 16 a la etapa de reacción 18.

Se introduce  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1,5\text{HF}$ , además del PDZ, en la etapa de reacción 18 por la línea de alimentación 20. En la etapa 18, el  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1,5\text{HF}$  y el PDZ reaccionan de acuerdo con la reacción (1.1), a una temperatura de alrededor de 55 °C. El periodo de reacción es típicamente de unos 2 minutos. Así, se forman  $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$  y  $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$  como productos de reacción, que pasan a la primera etapa de tratamiento térmico 24 por la línea de transferencia 22.

En la primera etapa de tratamiento térmico 24, el  $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$  y  $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$  se someten al tratamiento térmico a una temperatura cercana a los 280 °C y durante un periodo de reacción de aproximadamente 5 minutos, lo cual conduce

a la volatilización del  $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ , de acuerdo con la reacción (3). El  $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$  volátil se retira de la etapa 24 mediante la línea de recuperación 25. El  $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$  residual pasa a la segunda etapa de tratamiento térmico 28 por la línea de transferencia 26.

5 En la segunda etapa de tratamiento térmico 28, el  $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$  se somete al tratamiento térmico a una temperatura cercana a los 450 °C y durante un periodo de reacción de aproximadamente 10 minutos, lo cual conduce a la descomposición del  $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$  en  $\text{ZrF}_4$ , de acuerdo con la reacción (2.1). El  $\text{ZrF}_4$  se retira por la línea del producto 30. También se forman HF y  $\text{NH}_3$  gaseosos en la segunda etapa de tratamiento térmico 28, que se retiran de la etapa 28 mediante la línea de recuperación 29.

10 La etapa de reacción 18, la primera etapa de tratamiento térmico 24 y la segunda etapa de tratamiento térmico 28 se proveen típicamente mediante un horno rotativo (no ilustrado) que tiene tres zonas de temperatura diferenciadas, cada una de las cuales representa una de las etapas 18, 24 y 28. Se apreciará que las líneas de transferencia 22 y 26 respectivamente, representan entonces la transferencia del producto de reacción y  $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$  desde una zona de temperatura hasta la siguiente, dentro del horno.

15 En los siguientes ejemplos "conversión porcentual" o "eficiencia de conversión" significa la fracción de material de materia prima que se pierde durante el procedimiento, en términos de productos volátiles, expresados como un porcentaje, es decir:

$$\text{Conversión} = \left[ 1 - \frac{\text{residuo sólido en masa}}{\text{material de alimentación en masa}} \right] \times 100$$

#### Ejemplo 1

20 En un experimento en escala de laboratorio de la etapa o del paso de reacción 18 del procedimiento 10, el PDZ (disociado a un grado de aproximadamente 94 %) como material de partida, se hizo reaccionar con un excedente de la cantidad estequiométricamente requerida de  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1.5\text{HF}$ , para garantizar que se logre la conversión máxima de PDZ. De esta manera, por cada 1 g de PDZ, se utilizaron 10 g de  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1.5\text{HF}$ .

25 En una primera ejecución, el  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1.5\text{HF}$  (suspensión a temperatura ambiente) se colocó en un recipiente de reacción de PTFE (politetrafluoroetileno) o crisol y se precalentó en un baño de agua hasta alcanzar una temperatura de 56 °C. El recipiente de reacción luego se retiró el baño de agua y se añadió PDZ pesado con exactitud al  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1.5\text{HF}$  líquido. El recipiente de reacción se agitó minuciosamente, mientras duró el periodo de reacción de 8 minutos, a una temperatura de 56 °C.

Una vez transcurrido el periodo de reacción, la citada reacción se templó añadiendo una solución de ácido bórico; luego, la solución se filtró, y se determinó la conversión porcentual de PDZ a  $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$  y  $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ .

30 Se descubrió que logró la conversión esencialmente completa dentro de un periodo de reacción de aproximadamente 5 minutos, donde solamente permaneció una porción unidisociada del circón de aproximadamente 6 % del material de partida del PDZ (figura 2), puesto que todos los productos de reacción y el excedente de  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1.5\text{HF}$  son hidrosolubles.

35 En tres ejecuciones más, el paso de reacción 18 se reiteró a temperaturas de reacción de 61, 71 y 81 °C, respectivamente (figura 2), con resultados similares y los correspondientes tiempos de reacción reduciéndose a unos 2 minutos aproximadamente.

#### Ejemplo 2

Cuando se compara la capacidad de fluoración del fluoruro de ácido de amonio (AAF o  $\text{NH}_4\text{F} \cdot x\text{HF}$ ) sobre el PDZ con la del bifluoruro de amonio (ABF o  $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HF}$ ) en el paso o la etapa de reacción 18, puede observarse a las claras una reactividad significativamente mayor de fluoruro de ácido de amonio (figura 3).

#### 40 Ejemplo 3

Se disolvió ilmenita ( $\text{FeTiO}_3$ ) en el fluoruro de ácido de amonio para obtener  $(\text{NH}_4)_2\text{TiF}_6$  hidrosoluble y un residuo insoluble de una composición desconocida.

45 La figura 4 ilustra la eficiencia de conversión de las reacciones de ilmenita con  $\text{NH}_4\text{F} \cdot x\text{HF}$  para  $x = 1,5$  y 2, a una temperatura de reacción de 90 °C. Se halló que, con la ilmenita, la reacción tiene lugar con mucha mayor lentitud que lo que se observa con el PDZ. Esto es porque el PDZ, que está disociado del plasma, ya es más susceptible al tratamiento químico que los minerales naturales, tales como los ilustrados por la ilmenita.

50 La figura 5 ilustra el efecto positivo de la temperatura de reacción sobre la eficiencia de la reacción de ilmenita con  $\text{NH}_4\text{F} \cdot 1.5\text{HF}$ . De esta manera, es previsible que la velocidad de reacción pueda incrementarse aún más si la reacción se lleva a cabo a temperaturas todavía mayores. Esto se puede optimizar mediante la experimentación estándar.

De esta manera, la solicitante ha hallado que inesperadamente, la invención provee una manera más veloz y económica de obtener, a partir de minerales naturales —en particular, el circón aunque no con exclusividad, en su forma disociada, tantalita, pirocloro, ilmenita, bauxita, etc.— productos útiles que son aptos para continuar el procesamiento, por ejemplo, para obtener los metales y/o óxidos de metales relevantes como un producto final.

- 5 Por otro lado, la invención provee una vía anhidra para beneficio de los minerales naturales, lo cual permite la fabricación de fluoruros anhidros. Por ejemplo, el  $ZrF_4$  es el precursor preferido para una serie de aplicaciones, más que el  $ZrF_4 \cdot H_2O$  hidratado, que se forma al usar la vía de solubilización hidratada para tratar dichos materiales, que ha sido el caso hasta el presente.

## REIVINDICACIONES

5 1. Un procedimiento para tratar una materia prima, que comprende un mineral y/o un óxido/silicato de metal derivado de un mineral o asociado con el mismo, en donde el procedimiento comprende tratar la materia prima haciendo reaccionar, en un paso de reacción, el mineral y/o el óxido/silicato de metal derivado de un mineral o asociado con el mismo, con un fluoruro de ácido de amonio que tiene la fórmula genérica  $\text{NH}_4\text{F}\cdot x\text{HF}$ , en la que  $1 < x \leq 5$ , y que es un líquido, para producir un compuesto de fluorometalato de amonio como un producto de reacción.

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la materia prima comprende un mineral basado en bióxido de circón y/o óxido/silicato de metal derivado de un mineral basado en bióxido de circón.

10 3. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la materia prima comprende un mineral seleccionado entre tantalita, columbita, pirocloro, ilmenita, rutilo, monacita, bauxita y mezclas de dos cualesquiera o más de los mismos y/o un óxido/silicato de metal que deriva de dicho mineral.

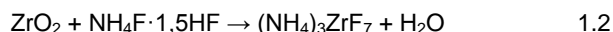
4. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la materia prima comprende una mezcla de óxidos de metales diferentes y/o silicatos de metal diferentes asociados con los minerales.

15 5. Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que la materia prima comprende circón disociado,  $\text{ZrO}_2\cdot\text{SiO}_2$ , donde el paso de reacción procede de acuerdo con la reacción 1.1, en la que  $x = 1.5$ :



Por ende,  $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$  y  $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$  se obtienen como productos de reacción.

20 6. Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que la materia prima comprende circón disociado desilicatado al menos parcialmente, que tiene un componente de bióxido de circón desilicatado,  $\text{ZrO}_2$ , en donde el componente de bióxido de circón desilicatado reacciona luego de acuerdo con la reacción 1.2, en la que  $x = 1.5$ :

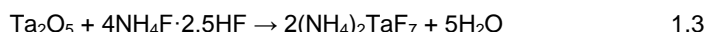


Así, se obtiene  $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$  como un producto de reacción.

7. Un procedimiento según la reivindicación 6, en el que reacción se lleva a cabo a una temperatura inferior a  $150\text{ }^\circ\text{C}$  aproximadamente.

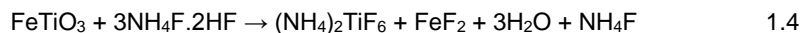
25 8. Un procedimiento según la reivindicación 6 o la reivindicación 7, en el que la reacción se lleva a cabo durante un periodo de reacción comprendido entre unos pocos segundos y 5 minutos.

9. Un procedimiento según la reivindicación 3, en el que la materia prima comprende óxido de tantalio, que está fluorado con el fluoruro de ácido de amonio, de acuerdo con la reacción 1.3 en la que  $x = 2,5$ :



30 Así, se obtiene  $(\text{NH}_4)_2\text{TaF}_7$  como un producto de reacción.

10. Un procedimiento según la reivindicación 3, en el que la materia prima comprende ilmenita, que está fluorada con el fluoruro de ácido de amonio, de acuerdo con la reacción 1.4 en la que  $x = 2$ :



35 11. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 inclusive, que incluye tratar térmicamente el compuesto del producto de reacción de fluorometalato de amonio, para llevar a cabo la descomposición térmica del mismo, para formar así el fluoruro anhidro.

40 12. Un procedimiento según la reivindicación 11, en el que el tratamiento térmico del compuesto de fluorometalato de amonio se efectúa a una temperatura superior a  $300\text{ }^\circ\text{C}$  aproximadamente, en donde el compuesto de fluorometalato de amonio se descompone térmicamente en el correspondiente fluoruro y  $\text{NH}_4\text{F}$ , y donde el amoníaco,  $\text{NH}_3$ , y el fluoruro de hidrógeno,  $\text{HF}$ , se liberan a partir del  $\text{NH}_4\text{F}$  como otros productos de descomposición.

13. Un procedimiento según la reivindicación 12, que se lleva a cabo en un reactor cerrado, para evitar la pérdida de los componentes gaseosos.

14. Un procedimiento según la reivindicación 13, en el que el reactor es un horno rotativo.

45 15. Un procedimiento según la reivindicación 5, en el que la reacción se realiza a una temperatura inferior a  $150\text{ }^\circ\text{C}$  aproximadamente.

16. Un procedimiento según la reivindicación 5 o la reivindicación 15, en el que la reacción se lleva a cabo durante

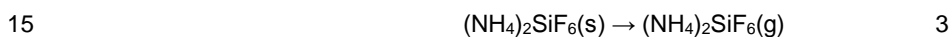
un periodo de reacción de entre 5 segundos y 5 minutos.

17. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 5, 15 o 16, que incluye tratar térmicamente el compuesto del producto de reacción de fluorometalato de amonio para efectuar la descomposición térmica del mismo, para formar así un fluoruro anhidro.

5 18. Un procedimiento según la reivindicación 17, en el que el tratamiento térmico del compuesto de fluorometalato de amonio se efectúa a una temperatura superior a 300 °C aproximadamente, donde el compuesto de fluorometalato de amonio se descompone térmicamente en el correspondiente fluoruro y  $\text{NH}_4\text{F}$ , y donde el amoníaco,  $\text{NH}_3$ , y el fluoruro de hidrógeno,  $\text{HF}$ , se liberan a partir del  $\text{NH}_4\text{F}$  como otros productos de descomposición.

10 19. Un procedimiento según la reivindicación 17 o con la reivindicación 18, en el que el tratamiento térmico incluye un primer paso de tratamiento térmico, posterior al paso de reacción, y que antecede a la descomposición térmica del compuesto de fluorometalato de amonio, que constituye un segundo paso de tratamiento térmico.

20. Un procedimiento según la reivindicación 19, en el que el primer paso de tratamiento térmico comprende la volatilización del  $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$  a una temperatura variable entre aproximadamente 250 °C y alrededor de 300 °C de acuerdo con la reacción 3:



21. Un procedimiento según la reivindicación 19 o la reivindicación 20, que se lleva a cabo en un reactor cerrado, para evitar la pérdida de los componentes gaseosos.

20 22. Un procedimiento según la reivindicación 21, en el que el reactor tiene tres zonas de temperatura adyacentes y diferenciadas, de manera tal que el paso de reacción, el primer paso de tratamiento térmico y el segundo paso de tratamiento térmico, cada uno de ellos, tengan lugar en una zona de temperatura separada, en las que los productos de reacción pasan secuencialmente de una zona a la otra, en donde el paso de reacción se efectúa en una primera zona de temperatura relativamente fría, el primer paso de tratamiento térmico se efectúa en una segunda zona de temperatura, que se encuentra a una temperatura mayor que la primera zona de temperatura, y el segundo paso de tratamiento térmico se efectúa en una tercera zona de temperatura, adyacente a la segunda zona de temperatura y que se encuentra a una temperatura mayor que la segunda zona de temperatura.

25

23. Un procedimiento según la reivindicación 21 o la reivindicación 22, en el que el reactor es un horno rotativo.



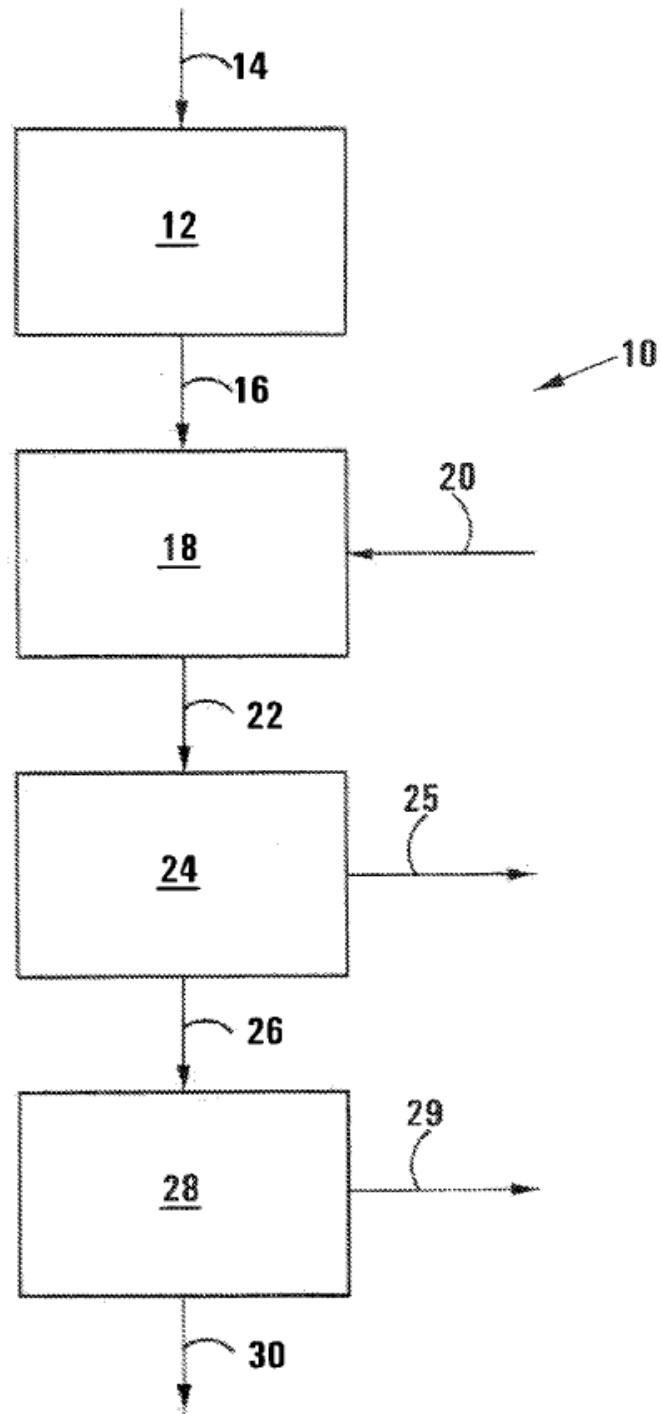


FIG 1

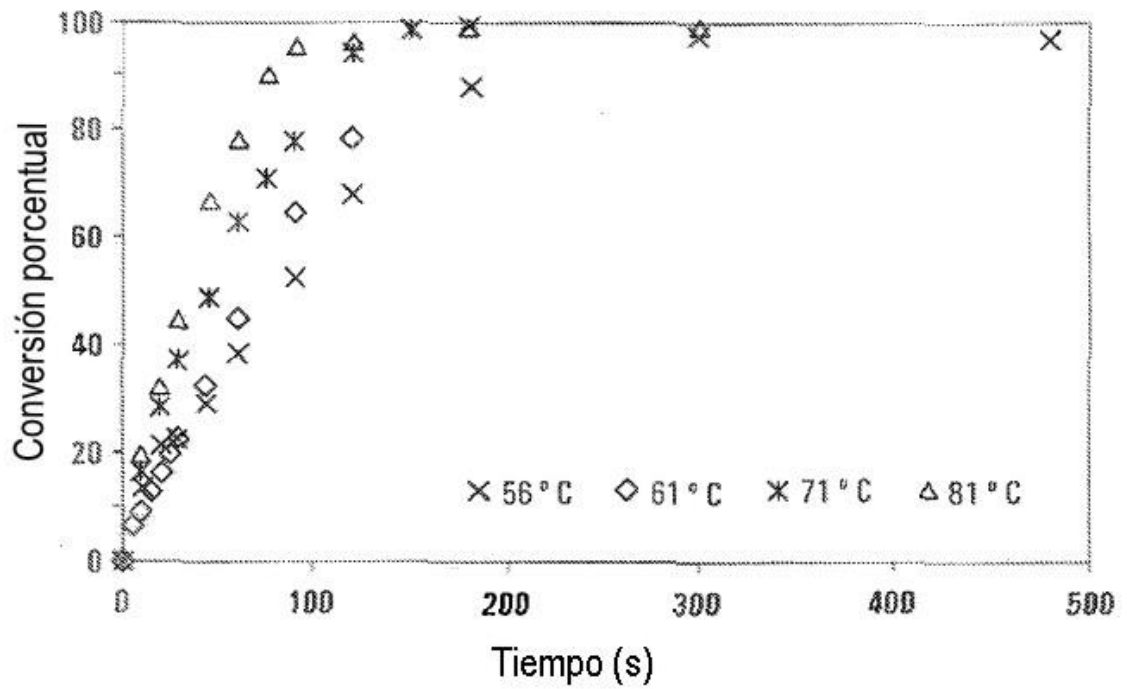


FIG 2

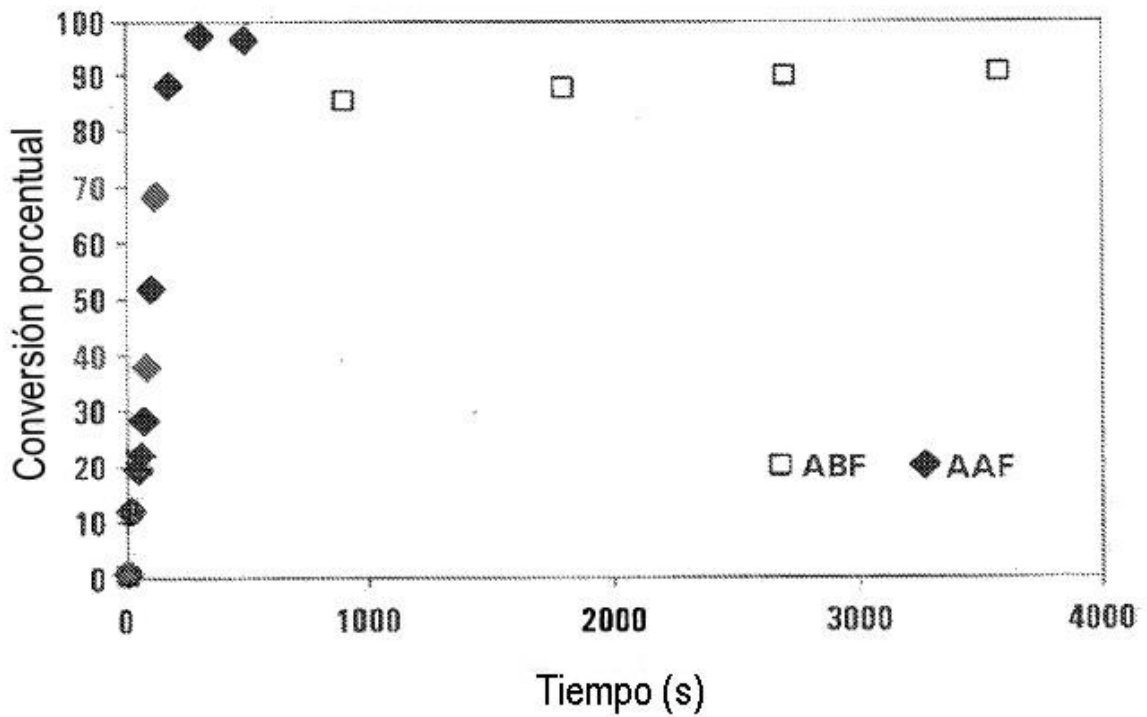


FIG 3

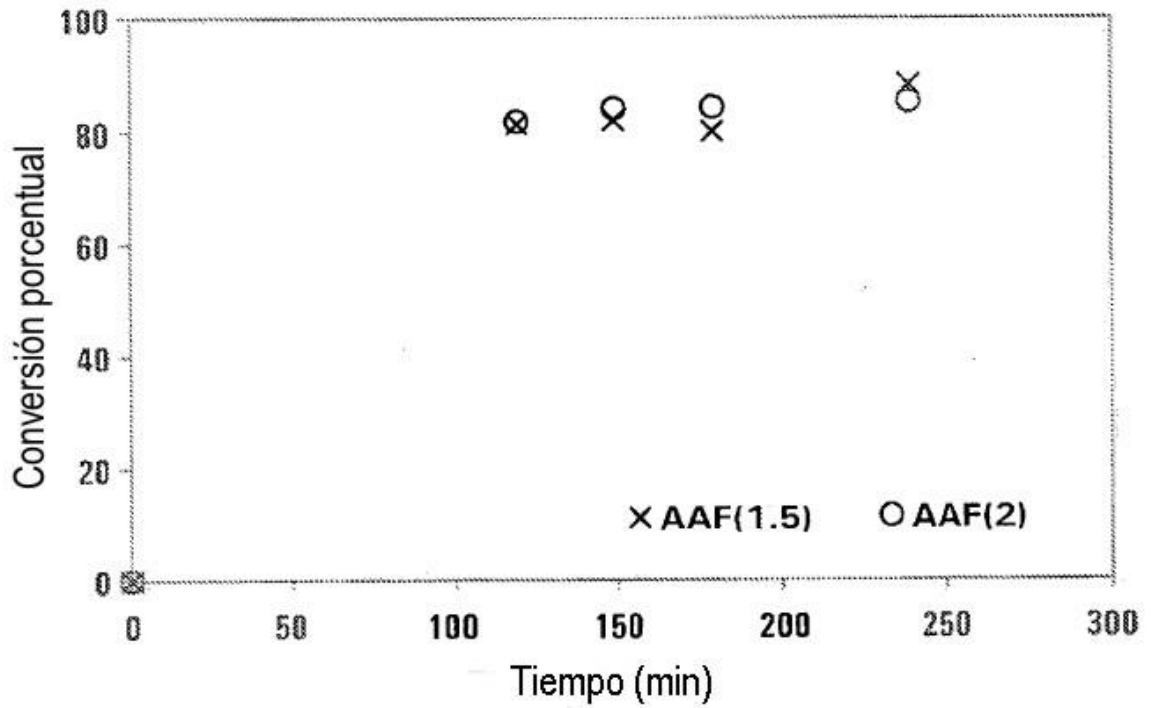


FIG 4

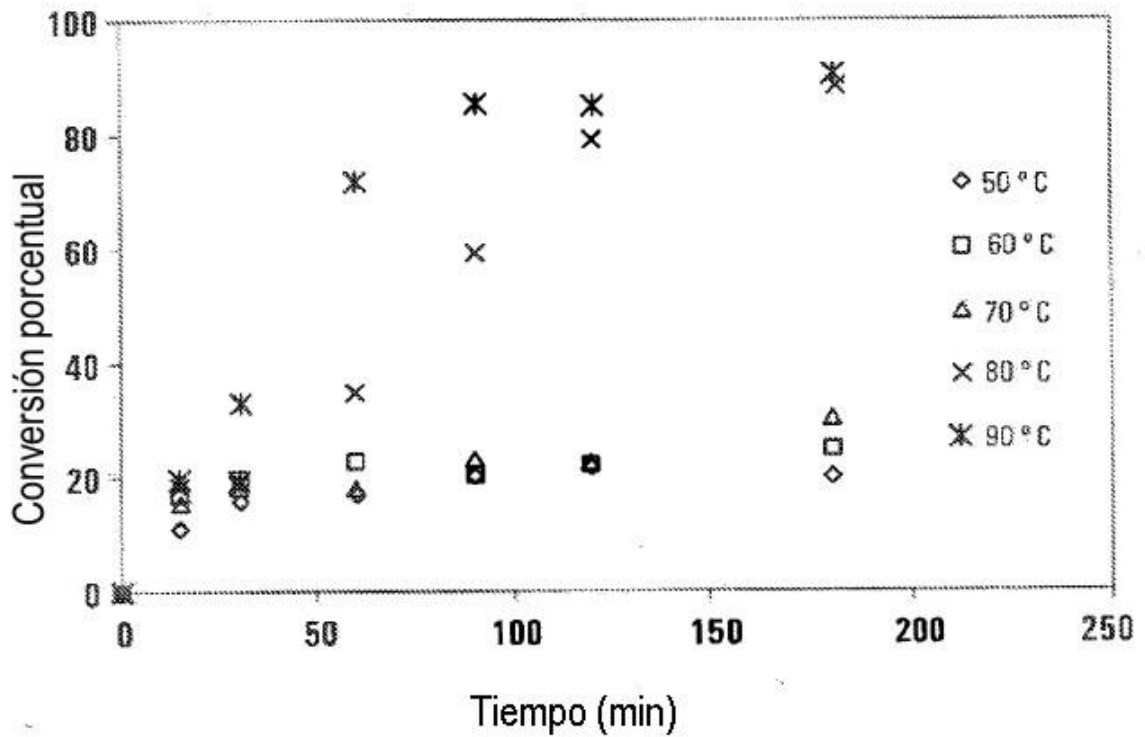


FIG 5