



289047

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR MINERALES FOSFATICOS QUE
CONTIENEN PIEDRA CALIZA", a favor de las firmas alemanas
WESTFALIA DINNENDAHL GROPPPEL, A.G. y ERZ- und KOHLEFLOTATION
G.m.b.H., residentes en Bochum (Alemania).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para la
preparación de minerales fosfáticos que contienen calcita,
en los que la piedra caliza se presenta cementada en las pie-
dras de fosfato bruto como el componente secundario más impor-
5. tante y enojoso, o sea en forma finamente compleja. Los mine-
rales fosfáticos son principalmente fosfatos cálcicos, tales
los que se presentan como fosforitas, apatitas o mezclas de
éstas y con frecuencia en forma colítica.



289047

La separación, en la preparación técnica, de la calcita finamente compleja en los minerales fosfáticos ha demostrado ser un gran problema en el aspecto técnico y económico. Respecto al estado de la técnica cabe señalar lo siguiente:

5. El modo de preparación para los fosfatos que como piedras secundarias sólo presentan en pequeñas cantidades y, con la preparación corriente, en forma libre, silicatos, arcillas, minerales de hierro y calcita, principalmente, es conocido por el funcionamiento de las grandes instalaciones. El material previamente deslodado a fondo se flota, después de la clasificación en dos fracciones de granulación, con aceite de resina o similar, empleando lejía sódica o sosa y silicato soluble para el ajuste alcalino de los lados y como reactivos modificadores.
10. Si es preciso los concentrados de la flotación se someten también a otro tratamiento ulterior, en forma de una limpieza superficial con ácido sulfúrico y agua de lavado, seguida por una flotación selectiva de los silicatos con reactivos cationactivos, para lograr el enriquecimiento deseado.
- 15.

20. Para separar de las piedras fosfáticas mayores proporciones de caliza se ha dado a conocer un cuadro de procedimiento que prevé un desenlodamiento con ciclón y la flotación consecutiva con reactivos aniónicos. El concentrado de la flotación sólo se ha podido llevar hasta el 31,5% de P_2O_5 , lo cual, como se sabe, no corresponde a ninguna calidad de las corrientes en el comercio. Otro procedimiento se base en separar el material de calizo de los colitos de fosforita por intercalación de lavadores secos de tambor giratorio, máquinas tamizadoras, cernedores por aire y ciclones pulverizadores. También en este caso se han logrado concentrados del 28,5% de P_2O_5 solamente.
- 25.



289047

- Se conoce asimismo, para eliminar la calcita, el procedimiento de la calcinación, en el que, como en la calcinación corriente de la cal, se emplean temperaturas de 1000° . Se origina óxido de calcio, que es extinguido y que se separa del mineral fosfático en forma de cal apagada. Esta separación es
5. difícil y exige, a causa del intenso proceso de lavado a fondo y relavado que se precisa, instalaciones industriales extensas. Se ha comprobado además que la disolución de la cal sola durante el proceso de extinción sólo se produce defectuosamente. Par-
10. tiendo de este conocimiento se ha dado a conocer otro procedimiento que después de la extinción con mucha agua y prevé una ebullición de toda la suspensión fangosa. Este procedimiento tiende a facilitar la decantación. Como el tiempo de ebullición ha de ser de unos 30 minutos, no es difícil ver que este
15. procedimiento, aparte de su actuación técnica, resulta muy ineconómico a causa de la mucha energía adicional que requiere y además es difícil de llevar a cabo prácticamente para rendimientos en gran escala, como los que necesitan en este ramo las grandes fábricas. A ello se agrega como grave inconveniente que en este procedimiento no se concede atención a la
20. eliminación de los residuos de la ganga no carbonatada, la cual no debe olvidarse a pesar de las porciones de calcita frecuentemente elevadas, o sea que no existe posibilidad de eliminar dicha ganga.
25. Según el invento que aquí se expone, el procedimiento que sigue elimina sorprendentemente todas estas dificultades e inconvenientes: Se muele en seco el material en bruto, en el caso normal, hasta el tamaño de grano necesario para la des-

289047



- integración y la flotación. En caso de que el grano de mayor finura, como suele ocurrir en este tipo de depósitos, sea mucho más pobre en fosfato, es conveniente separarlo cerniéndolo por aire o tamizado y desecharlo, para descargar el proceso siguiente y lograr así un enriquecimiento previo en seco. Sin embargo, cabe mencionar aquí que en el procedimiento aquí expuesto es también posible en esencia un desenlodamiento previo en húmedo. El material así enriquecido de antemano se calcina en hornos apropiados, por ejemplo hornos giratorios de trabajo continuo, para expulsar el ácido carbónico. El material desacidificado y recogido se apaga con agua relativamente abundante y si es preciso se muebe brevemente el material sinterizado. Las operaciones de apagar y volver a moles pueden efectuarse también convenientemente de una sola vez, por ejemplo en un tambor de molturación. Luego se espesa el material en un espesador, expulsando el agua enriquecida de cal. A continuación se aporta las materias sólidas, con adición de agua fresca, a una máquina de flotación con agitador, en la que se procede a disolver de nuevo los residuos de cal. También puede ser conveniente intercalar, antes del paso a la máquina de flotación, un ligero desenlodamiento con ciclón, que no perjudica en este punto en que ya el procedimiento actúa en húmedo. Esto entra eventualmente en consideración, con ventaja, cuando el material, por ejemplo, a causa de distinta capacidad de molturación contiene todavía componentes secundarios de grano muy grosero, pero específicamente más ligeros, que es difícil sacar por medio de la flotación. Un rasgo importante de esta flotación debe verse en el sorprendente hallazgo de que cuando exis-
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.

289047



- te mineral del tipo oolítico es ventajosa la llamada "flotación inversa", o sea que se saca por flotación la ganga, mientras el portador de fosfato se deposita en el residuo. Estos residuos se llevan a una deshidratación normal por filtración o centrifugación. Eventualmente puede disponerse aquí un lavado ulterior con agua fresca. El tipo de fosfato descrito se halla y se prepara con frecuencia en regiones donde no existe agua dulce sino sólo agua salada o marina, o sea que el procedimiento debe efectuarse con aguas calizas y salinas o respectivamente lodos,
- 5.
10. En los círculos especializados se había tenido hasta ahora por prácticamente irrealizables una flotación de lodos con grado tan alto de dureza y de contenido de sal. La facilidad hallada con el procedimiento que aquí se expone ha resultado por lo tanto sorprendente.
15. El empleo exclusivo de los ácidos grasos conocidos para estos fines, resulta ineconómico a causa del grandísimo consumo cuantitativo. Sin embargo, se ha comprobado que son extraordinariamente aptos como reactivos para tales lodos los productos sulfonados o sulfatados, como por ejemplo
20. los ácidos grasos sulfonados. Dada la gran escala de variación en la composición material de estos lodos, han dado también buenos resultados en ocasiones las mezclas de productos sulfonados con ciertas proporciones de ácidos grasos.
25. El invento se ilustra con los ejemplos que siguen, sin que no obstante se limite a ellos.

EJEMPLO DE ENSAYO 1.

Un material bruto fosfático con un 21% de P_2O_5 y



239047

- un 40% de CaCO_3 y desmenuzado previamente hasta 0,3 mm fue enriquecido, mediante cerdido por aire a fin de separar el grano finísimo sin contenido, hasta el 25% de P_2O_5 , con lo que el contenido de CaCO_3 fue todavía de un 31%. La flotación así obtenida se calcinó a 1000°C durante unos 20 minutos para desacidificarla. El material recocido fue apagado en caliente y en escala semitécnica con una cantidad cinco veces mayor de agua caliente y luego se le volvió a moler finamente para eliminar las aglomeraciones originadas durante la calcinación. Se pasó la suspensión a un espesador de los corrientes, en la técnica de preparación y, desechando el rebosamiento, se pasó el material espesado a la flotación. Esta se efectuó con una proporción de materia sólida/agua de 1:4. empleando para flotar agua salda que contenía entre otras cosas 33 g/litro de NaCl . Se separaron por flotación alrededor de 30% en peso de minerales de ganga indeseables, mientras el mineral fosfático enriquecido quedó en el residuo. Para reactivos de la flotación se consumieron 450 g/litro de sulfonato de oxiestearina. Este concentrado del residuo, después del espesamiento habitual, se deshidrató pasándolo por un filtro de tambor con lavado consecutivo. El enriquecimiento logrado fue de 34,84 % de P_2O_5 . Cabe observar aquí que este valor corresponde prácticamente al enriquecimiento posible en teoría. A base de investigaciones mineralógicas y químicas pueden demostrarse que a causa de las finísimas complejidades de reticulación con diversos minerales de ganga no es posible un enriquecimiento elevado en la técnica de la preparación.

En consecuencia el resultado debe considerarse como muy bueno.



289047

EJEMPLO DE ENSAYO 2.

5. Se enriqueció previamente en seco hasta 30% de P_2O_5 , por cernido con aire, otro mineral fosfático colítico que contenía calcita. El tratamiento ulterior se efectuó tal como se ha explicado en el ejemplo de ensayo 1, pero con la diferencia de que antes de la flotación se intercaló un pequeño desmenuamiento con ciclón. Se obtuvieron concentrados de 38,2% de P_2O_5 con un rendimiento cuantitativo entre 60 y 70%. El resultado debe considerarse muy satisfactorio.

= . =



289047

N O T A

Descrito el objeto de la invención, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones.

5. 1. Procedimiento para preparar minerales fosfáticos que contienen piedra caliza, en el que el material experimenta eventualmente un enriquecimiento previo, por ejemplo mediante cernido por aire, tamizado o desentlodamiento, y luego se calcina para expulsar el ácido carbónico y se extingue con agua, caracterizado por el hecho de que se espesa la suspensión y luego se la flota, y a continuación se deshidrata por filtración o centrifugación el material de flotación enriquecido.
10. 2. Procedimiento según se define en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la calcinación se efectúa en un horno giratorio de trabajo continuo.
15. 3. Procedimiento según se define en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la extinción del material calentado en el horno se efectúa con agua caliente.
20. 4. Procedimiento según se define en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la extinción y la multuración, ulterior se efectúan combinadas en un mismo aparato apropiado.

289047



5. Procedimiento según se define en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que antes de la flotación se someten los fangos a un desenlodamiento de ciclón.

5. 6. Procedimiento según se define en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la flotación se ajusta de modo que se flotan los minerales secundarios.

10. 7. Procedimiento según se define en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que como reactivos de flotación, se emplean productos sulfatados o sulfonados solos o en mezcla con ácidos grasos.

8. Procedimiento según se define en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que en conjunción con el proceso de desenlodamiento final (filtración, centrifugación), se efectúa un lavado posterior con agua fresca,

15. 9. Procedimiento para preparar minerales fosfáticos que constienen piedra caliza.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de nueve hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

20. Madrid, a 14 de junio de 1963.

WESTFALIA DINNENDAHL GROPPPEL, A.G. y

ERZ- und KOHLEFLOTATION G.m.b.H.

p. a.

JAIMÉ ISEPN MIRALLES
P.F.