

17271

EX-I



341288

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

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,
sus territorios y plazas de soberanía, a
favor de:

SINCAT-SOCIETÀ INDUSTRIALE CATANESE S.p.A.

entidad italiana, domiciliada en Via Nigra
3, Palermo, Italia, relativa a:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE SULFA
TO POTASICO PARTIENDO DE MINERAL DE KAINITA"

=====

Inventores: Alberto Scarfì y Emanuele Gugliotta

Prioridad: Solicitud de patente en Italia nº
Verb. 18034 de fecha 18 mayo 1966.

341288



MEMORIA DESCRIPTIVA

Esta invención se refiere a un procedimiento para la producción de sulfato potásico, y más particularmente a un procedimiento para la producción de sulfato potásico partiendo de mineral de kainita bruto. Es conocido que el mineral de kainita bruto contiene siempre una notable cantidad de cloruro sódico: el contenido de NaCl de este mineral es, en general, del orden del 20% al 40% en peso. Por ello, para evitar que el sulfato potásico y las otras sales obtenibles de la kainita sean contaminados por sales sódicas, es necesario eliminar la mayor parte del cloruro sódico contenido en la kainita antes o durante el tratamiento de la misma. - - -

La técnica más comúnmente utilizada para este fin consiste en la flotación del mineral de kainita triturado: la kainita sufre la flotación bajo la utilización de agentes colectores adecuados mientras que la mayor parte del cloruro sódico permanece en los residuos o desechos de flotación. La kainita beneficiada por medio de la flotación contiene aún generalmente aproximadamente el 5% en peso de NaCl. - - - -

Esta operación de flotación es muy cara pero hasta ahora se ha considerado inevitable puesto que no se conocían otros procesos de igual validez técnica para separar el clo-



341288

ruro sódico. - - - - -

- La patente italiana nº 672.661 del mismo solicitante describe un procedimiento para obtener sales potásicas y magnésicas partiendo de kainita. Según dicho procedimiento, la kainita se lixivia, a temperaturas superiores a 90°C, con salmueras que tienen una composición adecuada, resultando de ello la obtención de langbeinita. Esta langbeinita se refrigera en presencia de sus aguas madres, a temperaturas inferiores a los 40°C; según la concentración final de la salmuera en cloruro magnésico y según las condiciones de saturación en cloruro potásico y sulfato magnésico, dicha refrigeración permite formar: 1) eschoenita (o leonita) y cloruro potásico, ó 2) eschoenita (o leonita) y $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, ó 3) cloruro potásico y $MgSO_4 \cdot 6H_2O$ y/o $MgSO_4 \cdot 7H_2O$. Este proceso permite obtener los mejores rendimientos de potasio cuando las salmueras en equilibrio con las mezclas de sales obtenidas a través de la acción refrigerante tienen bajo contenido de potasio: esto es debido al alto contenido de magnesio de dichas salmueras. Este alto contenido de $MgCl_2$ tiene además otra importante consecuencia: limita en gran manera la solubilidad del cloruro sódico en las salmueras. La cantidad de cloruro sódico que puede eliminarse, con un procedimiento de este tipo, del ciclo de operación a través de las salmueras drenadas o desechadas es consiguientemente muy limitada, por lo que también es muy limitada la cantidad de NaCl que puede introducirse en el ciclo de la operación con la kainita, ya que de otra forma las sales potásicas y magnésicas son contaminadas con sales sódicas. En la práctica la
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.



341288

kainita que entra en el ciclo no puede contener más del 2,5% de cloruro sódico, cuando la langbeinita se convierte a KCl y $MgSO_4 \cdot 6H_2O$ y/o $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ mientras que la misma kainita no puede tener más del 5% de cloruro sódico cuando la langbeinita se convierte a eschoenita y KCl o eschoenita y $MgSO_4 \cdot 7H_2O$.

Por ello, el resultado es que la técnica de flotación preliminar no puede garantizar por sí misma un beneficiado suficiente para permitir el tratamiento de kainita según el proceso con alto rendimiento de potasio descrito en la patente italiana nº 672.661, cuando debe obtenerse una conversión de langbeinita a KCl y $MgSO_4 \cdot 6H_2O$ y/o $MgSO_4 \cdot 7H_2O$. Cuando, por el contrario, la langbeinita debe, siempre según la misma patente, convertirse a eschoenita y KCl o epsomita, el beneficiado superior de la kainita obtenible por medio de la flotación preliminar corresponde estrictamente a las exigencias del proceso, que imponen una flotación muy cuidadosa. La misma patente describe ya una alternativa a la flotación preliminar de la kainita: la langbeinita obtenida por medio de lixiviación en caliente de kainita bruta puede convertirse, por medio de un proceso en frío, en una mezcla de KCl, NaCl, $MgSO_4 \cdot 6H_2O$ y/o $MgSO_4 \cdot 7H_2O$. El sulfato magnésico puede separarse de los cloruros por medio de clasificación o tamizado, mientras que el cloruro potásico puede separarse del cloruro sódico por medio de flotación. Esta última operación permite obtener cloruro potásico que contenga menos del 5% en peso de NaCl. - - - - -

Esta flotación realizada dentro del ciclo es, sin embargo, más bien cara debido, entre otras cosas, a la gran



341288

- cantidad de cloruro sódico real: la relación en peso entre el KCl y el NaCl es, de hecho, de aproximadamente 0,5, en general. Para evitar la contaminación de sulfato magnésico debida al NaCl es además necesario tener una trituración del mineral con un grado de finura superior al del requerido para una operación de lixiviación en caliente. El cloruro sódico presente en el mineral de kainita sometido a suficiente trituración para una operación de lixiviación en caliente contiene de hecho un porcentaje no negligible de cristales relativamente grandes. Como la granulometría del cloruro sódico no sufre prácticamente modificación a través de las distintas fases del proceso, los cristales mayores se hallan en el sulfato magnésico clasificado o cribado. Es por ello necesario cuidar de realizar una trituración más eficaz del mineral, que reduzca la granulometría del cloruro sódico: esto supone en consecuencia una operación de trituración más cara.
- 5.
 - 10.
 - 15.

Un propósito de esta invención es obtener sulfato potásico partiendo de kainita y utilizando un procedimiento que garantice un rendimiento muy alto de potasio. Otro propósito de esta invención es obtener sulfato potásico partiendo sólo de kainita, sin tener que recurrir a ninguna fuente externa de cloruro potásico. - - - - -

- 20.

Otro propósito de esta invención es obtener sulfato potásico partiendo de kainita bruta sin tener que recurrir a ningún beneficiado preliminar del mineral, obtenido por flotación. - - - - -

- 25.

Aún otro propósito de esta invención es eliminar la mayor parte del cloruro sódico por medio de una operación



341288

físi muy simple y económica realizada durante el ciclo del proceso. - - - - -

Estos y otros propósitos se alcanzan por medio del procedimiento que es el objeto de esta invención y según el

5. cual es posible obtener sulfato potásico partiendo de kaini-
ta bruta por medio de las siguientes etapas del proceso: - -

10. 1) El material bruto triturado sufre lixiviación, a una temperatura superior a 90°C, con reciclado de salmuera de epsomita obtenida en la etapa 3; por con-
siguiente se obtiene una lechada de langbeinita com-
puesta por una fase sólida que contiene langbeinita y cloruro sódico, y una salmuera de langbeinita. -

15. 2) La lechada de langbeinita sufre una clasifica-
ción por medio de la cual se separa la mayor parte del cloruro sódico de dicha lechada. - - - - -

20. 3) La lechada de langbeinita se refrigera después hasta una temperatura del orden de 35°C a 20°C, en presencia de una salmuera de eschoenita que se origina de la etapa 6, formando como consecuencia una fase sólida compuesta por una mezcla -que compren-
de KCl , $NaCl$, $MgSO_4 \cdot 6H_2O$ y/o $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ - y una sal-
muera de epsomita. - - - - -

25. 4) El sulfato magnésico se separa de los cloruros por medio de clasificación o tamizado mientras que la salmuera de epsomita se desecha en parte y se recircula en parte a la etapa 1. El sulfato magné-



341288

sico se envía parcialmente a la etapa 6 y se elimina parcialmente del ciclo. - - - - -

5) El cloruro potásico se separa del cloruro sódico por medio de flotación. - - - - -

5. 6) Parte del cloruro potásico, obtenido en la etapa 5, se deja reaccionar a una temperatura comprendida entre 20°C y 35°C y en presencia de una salmuera de sulfato procedente de la etapa 7, con una parte del sulfato magnésico obtenido en la etapa 10. 4: se obtienen así eschoenita (o leonita) y una salmuera de eschoenita. Dicha salmuera de eschoenita se recircula a la etapa 3. - - - - -

15. 7) La eschoenita se deja reaccionar, a una temperatura comprendida entre 20°C y 40°C y en presencia de agua, con el cloruro potásico restante obtenido en la etapa 5: se obtienen así sulfato potásico y salmuera de sulfato. Dicha salmuera de sulfato se recircula a la etapa 6. - - - - -

20. Según esta invención, el cloruro sódico es separado del ciclo no sólo junto con la salmuera de epsomita desechada sino también por medio de dos operaciones realizadas en dos etapas distintas: la clasificación de la lechada de langbeinita obtenida por proceso en caliente y la flotación del KCl obtenido por proceso en frío. De hecho se ha hallado que 25. la langbeinita obtenida por lixiviación en caliente aparece en forma de pequeños cristales que pueden separarse fácilmente de la mayor parte del cloruro sódico por medio de una sim



341288

ple operación de clasificación. - - - - -

De este modo es posible eliminar aproximadamente del 70% al 80% del cloruro sódico presente en la lechada de langbeinita. Los pequeños cristales de cloruro sódico permanecen en la lechada de langbeinita. Por ello, pueden hallarse de nuevo en la mezcla de sales obtenidas por proceso en frío: durante la clasificación o tamizado en frío, dichos cristales pasan junto con cloruro potásico y una pequeña cantidad de sulfato magnésico. Una operación de flotación siguiente permite separar fácilmente el cloruro potásico del cloruro sódico y el sulfato magnésico residuales, que son sacados del ciclo. Esta invención permite obtener un rendimiento muy elevado de sulfato potásico: dicho rendimiento, calculado según la relación entre el K_2O que deja el ciclo en forma de K_2SO_4 y el K_2O que entra en el ciclo en forma de kainita, alcanza en general del 84% al 85%. Este rendimiento es claramente superior al rendimiento proporcionado por la mayor parte de procesos comunes para la producción de sulfato potásico partiendo de kainita, es decir el proceso de una conversión encadenada y el proceso de una conversión seguida por metátesis. El proceso de conversión encadenada, que se basa en la conversión de kainita a eschoenita y la siguiente conversión de la eschoenita a K_2SO_4 y que no requiere ninguna aportación externa de KCl , da un rendimiento de potasio de aproximadamente 60%, calculado según la relación entre el K_2O que deja el ciclo en forma de K_2SO_4 y el K_2O que entra en el ciclo como kainita. El proceso de conversión y metátesis que se basa en la conversión de kainita en eschoenita

- 5. necen en la lechada de langbeinita. Por ello, pueden hallarse de nuevo en la mezcla de sales obtenidas por proceso en frío: durante la clasificación o tamizado en frío, dichos cristales pasan junto con cloruro potásico y una pequeña cantidad de sulfato magnésico. Una operación de flotación siguiente permite separar fácilmente el cloruro potásico del cloruro sódico y el sulfato magnésico residuales, que son sacados del ciclo. Esta invención permite obtener un rendimiento muy elevado de sulfato potásico: dicho rendimiento, calculado según la relación entre el K_2O que deja el ciclo en forma de K_2SO_4 y el K_2O que entra en el ciclo en forma de kainita, alcanza en general del 84% al 85%. Este rendimiento es claramente superior al rendimiento proporcionado por la mayor parte de procesos comunes para la producción de sulfato potásico partiendo de kainita, es decir el proceso de una conversión encadenada y el proceso de una conversión seguida por metátesis. El proceso de conversión encadenada, que se basa en la conversión de kainita a eschoenita y la siguiente conversión de la eschoenita a K_2SO_4 y que no requiere ninguna aportación externa de KCl , da un rendimiento de potasio de aproximadamente 60%, calculado según la relación entre el K_2O que deja el ciclo en forma de K_2SO_4 y el K_2O que entra en el ciclo como kainita. El proceso de conversión y metátesis que se basa en la conversión de kainita en eschoenita
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



341288

y la subsiguiente metátesis entre la eschoenita y el KCl que entra en el ciclo, da, generalmente, un rendimiento de potasio del orden de 70% a 75%, calculado según la relación entre el K_2O que deja el ciclo en forma de K_2SO_4 y el K_2O que entra en el ciclo como kainita y KCl. - - - - -

5.

Según esta invención sólo se pierde una pequeña fracción del potasio (aproximadamente 11% en peso) como consecuencia del desechado de una parte de la salmuera de epsomita. También es muy limitada la pérdida de potasio debida a las fases sólidas separadas del ciclo (desechos de clasificación en caliente, desechos de clasificación o tamizado y desechos de flotación en frío). Entre los tres posibles procesos de la lechada de langbeinita obtenida por vía caliente (conversión a eschoenita y KCl, conversión a eschoenita y $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ y conversión a KCl y $MgSO_4 \cdot 6H_2O$ y/o $MgSO_4 \cdot 7H_2O$), el proceso elegido por esta invención, a saber la conversión de langbeinita a KCl y $MgSO_4 \cdot 6H_2O$ y/o $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, conduce a la formación de aguas madres con un mayor contenido de $MgCl_2$ y por consiguiente con un menor contenido de potasio, lo que permite que este proceso sea el más ventajoso por lo que se refiere al rendimiento de potasio. - - - - -

10.

15.

20.

Las salmueras en equilibrio con una fase sólida compuesta por KCl y $MgSO_4 \cdot 6H_2O$ y/o $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ tienen de hecho un contenido de cloruro magnésico (del orden de 52 a 65 moles por 1000 moles de agua) claramente superior que el ya elevado contenido (del orden de 45 a 52 moles por 1000 moles de agua) de la salmuera en equilibrio con una fase sólida compuesta por eschoenita y KCl o eschoenita y $MgSO_4 \cdot 7H_2O$. - - - - -

25.

341288



Todo el cloruro potásico obtenido por la conversión en frío de la langbeinita y una parte del sulfato magnésico obtenido en la misma etapa se dejan luego reaccionar en dos etapas distintas, con la formación intermedia de eschoenita,

- 5. para obtener sulfato potásico. Por ello es posible, con el procedimiento que es el objeto de esta invención, obtener sulfato potásico a partir de sólo kainita, esto es no se precisa una fuente externa de KCl para realizar la reacción de metátesis entre la eschoenita y KCl. Las distintas etapas del
- 10. procedimiento que es objeto de esta invención se describirán con mayor detalle a continuación, con referencia también a la figura que ilustra esquemáticamente el procedimiento propuesto. - - - - -

- 15. Las líneas continuas de dicha figura se refieren a las fases sólidas mientras que las líneas en trazos discontinuos se refieren a las salmueras. - - - - -

Primera etapa - Lixiviación de la kainita

- 20. El mineral de kainita bruto se tritura en trozos de tamaño menor que los valores comprendidos entre 1 y 10 mm. El mineral se tritura preferentemente en trozos de tamaño menor que los valores comprendidos entre 5 y 8 mm. - - - - -

El mineral triturado 11 se lleva a la fase de lixiviación 1 junto con una parte 12 de salmuera de epsomita 17-18 obtenida en la fase 3. - - - - -

- 25. La temperatura de lixiviación es superior a los



341288

90°C, y preferentemente de unos 100°C. - - - - -

Segunda etapa - clasificación de la langbeinita

La lechada de langbeinita 13 obtenida en la etapa 1 y compuesta por langbeinita, cloruro sódico y lechada de langbeinita, se transporta a la etapa de clasificación 2. Esta operación se realiza de tal modo que se separan las sustancias sólidas con dimensiones tales que sean captadas por un tamiz de malla entre 35 y 60/cm², preferentemente de malla entre 35 y 48/cm². La fracción gruesa 14 que contiene la mayor parte del cloruro sódico, se saca del ciclo. - - - - -

La fracción fina 15 contiene el resto de la lechada de langbeinita, a saber langbeinita, la parte fina del cloruro sódico y la salmuera de langbeinita. - - - - -

Tercera etapa - Conversión de la langbeinita a cloruro potásico y epsomita

La lechada de langbeinita 15 después de la clasificación se colecta junto con la salmuera de eschoenita 16 y se enfría en la etapa 3 hasta una temperatura comprendida entre 35°C y 20°C. Esta refrigeración se realiza preferentemente en etapas sucesivas a fin de alcanzar las mejores condiciones para la recuperación del calor. - - - - -

Se obtiene de este modo una mezcla de KCl, NaCl y MgSO₄·6H₂O y/o MgSO₄·7H₂O. Si la temperatura está próxima al límite inferior del intervalo mencionado anteriormente, es decir 20°C, el sulfato magnésico tiende a precipitar en for-



341288

ma de epsomita; si la temperatura está próxima al límite superior, el $MgSO_4 \cdot 6H_2O$ tiende a precipitar. Es preferible trabajar a 20°C de modo que el sulfato magnésico precipite en forma de epsomita. - - - - -

5. Cuarta etapa - Tamizado o clasificación en frío

La lechada 17, obtenida en la etapa 3, sufre en la etapa 4 un proceso de tamizado o de clasificación. Este tamizado se realiza usualmente por medio de tamices con malla 28 a 60/cm², pero preferentemente con malla 28 a 35/cm². La parte 20 que queda sobre el tamiz, compuesta por $MgSO_4 \cdot 6H_2O$ y/o $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ se divide en dos partes; la primera parte 21 se saca del ciclo, mientras que la segunda parte 22 se envía a la etapa 6. Los cloruros son separados de la salmuera de epsomita 18 que se divide en dos partes: la primera parte 12 se recircula a la etapa 1, mientras que la segunda parte 19 se desecha después de haber sido sometida a otra operación para la recuperación del potasio contenido en ella, si es el caso. Preferentemente, se desecha del 35% al 40% de la salmuera de epsomita. - - - - -

20. Quinta etapa - Flotación del cloruro potásico

La mezcla 23 de cloruro potásico y de cloruro sódico se envía a la etapa de flotación 5. Preferentemente se utilizan aminas grasas como agentes de flotación. Los desperdicios 24 de flotación, compuestos principalmente por cloruro sódico se desechan. - - - - -

Sexta etapa - Producción de eschoenita (o leonita)

Una parte de KCl 25 sometida a flotación se envía



341288

a la etapa 6 de producción de eschoenita (o leonita) junto con una parte 22 de la epsomita (ó $MgSO_4 \cdot 6H_2O$). - - - - -

5. La salmuera alimentada a esta etapa es una salmuera de sulfato 26 procedente de la etapa 7. La reacción entre KCl y epsomita se realiza a una temperatura comprendida entre 20°C y 35°C, preferentemente a unos 20°C. Al final de la reacción se obtiene una mezcla 27 compuesta por eschoenita (o leonita) y eventualmente KCl, que se envía a la etapa 7 de metátesis, y una salmuera de eschoenita 16, que se recircula a la

10. etapa 3. - - - - -

Séptima etapa - Metátesis

La mezcla 27 de eschoenita y eventualmente KCl se deja reaccionar con el KCl residual en presencia de agua 28, a una temperatura comprendida entre 20°C y 40°C pero preferentemente alrededor de 30°C. - - - - -

15.

En vez de transportar el cloruro potásico obtenido en la etapa 5, en parte a la etapa 6 y en parte a la etapa 7, es preferible transportarlo todo a la etapa 6, como lo ilustra la figura anexa. El sulfato potásico 29 y la salmuera de sulfato 26 se obtienen después de la operación de metátesis, siendo recirculada dicha salmuera a la etapa 6. - - - - -

20.

Con objeto de obtener la posibilidad de controlar la composición de las salmueras utilizadas en las distintas etapas de operación de modo que se las lleve al grado de concentración considerado mejor para cada etapa, es posible modificar el contenido de la salmuera que entra en cada etapa añadiendo agua en una cantidad tal que permita que la salmuera presente un contenido óptimo preestablecido. Dichas adi-

25.



341288

ciones no son absolutamente necesarias, pero permiten mantener uniformemente las mejores condiciones del proceso por lo que se refiere a la cinética y al rendimiento de cada operación. - - - - -

- 5. Estas adiciones permiten ajustar fácilmente también las condiciones del proceso a cualquier variación del contenido de kainita en el mineral entrante: las concentraciones de las distintas salmueras pueden mantenerse así a valores óptimos a pesar de las variaciones que tienen lugar en las características del mineral entrante. - - - - -

- 15. Es fácil comprender que la utilización de técnicas diferentes para la separación en caliente de la fracción gruesa, como por ejemplo por tamizado, tratamiento con ciclones o centrifugación del cloruro sódico a partir de la langbeinita, permiten obtener igualmente buenos resultados, en tanto dichas técnicas se apliquen de forma adecuada. - - - - -

Los ejemplos siguientes se proporcionan con el fin de clarificar mejor las bases de esta invención. - - - - -

Ejemplo 1

- 20. 1) Lixiviación del mineral de kainita a 100°C

Se trituraron 100 g de mineral de kainita en trozos de menos 6 mm y compuestos por 67,15 g de kainita y 32,85 g de NaCl, y se trataron durante un tiempo de contacto de una hora a 100°C con 87,30 g de salmuera recirculada procedente de la etapa 3. - - - - -

- 25. Se obtuvieron 40,43 g de langbeinita, 29,91 g de NaCl, 201 g de kainita no convertida y 114,95 g de salmuera de langbeinita. - - - - -



18

341288

2) Clasificación de la lechada de langbeinita a 100°C

5. 187,30 g de lechada de langbeinita obtenida de la etapa 1 fueron puestos en un clasificador con ajuste oportuno para separar las partículas con dimensión tal que fuesen captadas por un tamiz de malla 35/cm². - - - - -

10. Se obtuvieron 25,94 g de desechos de clasificación bajo ulterior centrifugación y lavado, estando compuestos dichos desechos por 2,01 g de kainita y 23,93 g de NaCl mientras que 161,36 g de lechada de langbeinita, compuestos por 40,43 g de langbeinita, 598 g de NaCl, 114,95 g de salmuera de langbeinita, se clasificaron como fracción fina. - - - -

3) Refrigeración y descomposición de la lechada de langbeinita a 20°C

15. Se refrigeraron 161,36 g de lechada de langbeinita, que tenía la misma composición que se ha especificado en el punto 2, hasta 20°C, con adición simultánea de 76,98 g de aguas madres, procedentes de la etapa 6, y 5,61 g de agua. La lechada obtenida se acondicionó durante cuatro horas a 20°C. -

20. Se obtuvieron 22,16 g de KCl, 69,49 g de MgSO₄·7H₂O, 12,42 g de NaCl y 139,88 g de aguas madres de epsomita. El contenido de potasio de estas aguas madres era de 1,89% en peso, y el contenido de sodio ascendía a 0,90%. - - - - -

4-5) Tamizado y flotación a 20°C

25. La lechada obtenida en la etapa anterior (243,95 g) se tamizó a malla 28 para eliminar como tamizado de la parte superior la mayor parte de la epsomita que, después de centrifugación y lavado, resultó ascender a 55,59 g. El tamizado de la parte inferior estaba compuesto por 22,16 g de KCl,

341288

18



12,42 g de NaCl, 13,9 g de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ y 139,88 g de salmuera.

Se recircularon 87,30 g de salmuera a la etapa 1, mientras que la parte restante (52,58 g) se sacó del ciclo. -

5. Se obtuvieron 26,20 g de concentrado (21,50 g de KCl, 4,70 g de NaCl) y 22,28 g de desechos (13,90 g de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, 7,72 g de NaCl, 0,66 g de KCl) por flotación del tamizado de la parte inferior. Dichos desechos se enviaron al desagüe. - - - - -

6) Producción de eschoenita a 20°C

10. Se dejaron reaccionar 26,20 g de concentrado de silvita y 39,94 g de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, extraídos del tamizado de la parte superior, durante un tiempo de contacto de una hora y media a 20°C con 55,18 g de aguas madres de sulfato procedentes de la etapa 7. - - - - -

15. Se obtuvieron 44,34 g de sustancias sólidas (29,26 g de eschoenita, 15,08 g de KCl) y 76,98 g de aguas madres de eschoenita después de centrifugación y lavado. - - - - -

La eschoenita obtenida y el KCl se enviaron a la etapa 7, y la salmuera a la etapa 3. - - - - -

20. 7) Metátesis a 30°C

25. Se trataron 44,34 g de sustancias sólidas, procedentes de la etapa 6, durante tres horas a 30°C con 33,43 g de agua. Se obtuvieron, después de centrifugación, 22,59 g de K_2SO_4 húmedo, con una composición K 40,21 - Mg 0,89 - Cl 0,96 - SO_4 51,55 - H_2O 6,38% en peso, y 55,18 g de aguas madres de sulfato. Las aguas madres de sulfato se recircularon



341288

a la etapa 6. - - - - -

5. Se obtuvieron, después del secado, 21,87 g de K_2SO_4 con un contenido de K_2O igual al 50,04% en peso. El rendimiento total del proceso, calculado según la relación entre el K_2O que deja el ciclo en forma de K_2SO_4 y K_2O que entra en el ciclo en forma de kainita fué de 84,50%. - - - - -

Ejemplo 2

1) Lixiviación de la kainita a 100°C

10. Se trataron 100 g de mineral kainita, triturados en trozos de menos 8 mm y compuestos por 67,16 g de kainita y 32,84 g de NaCl, durante un tiempo de contacto de una hora a 100°C, con 87,30 g de salmuera recirculada procedente de la etapa 3. Se obtuvieron 39,95 g de langbeinita, 2,01 g de kainita no convertida, 30,33 g de NaCl y 115,01g de salmuera de langbeinita. - - - - -

15.

2) Clasificación de la lechada de langbeinita a 100°C

20. 187,30 g de lechada de langbeinita obtenida de la etapa 1 fueron puestos en un dosificador con ajuste oportuno para separar las partículas con dimensión tal que fuesen captadas por un tamiz de malla 48/cm². Se obtuvieron 27,79 g de desechos (2,01 g de kainita, 25,78 g de NaCl) después de centrifugación y lavado, mientras que 159,51 g de lechada de langbeinita cribada compuesta por 39,95 g de langbeinita, 4,55 g de NaCl y 115,01 g de lechada de langbeinita se clasificaron como fracción fina.-



341288

3) Refrigeración y descomposición de la lechada de langbeinita a 20°C

5. Se refrigeraron 159,51 g de lechada de langbeinita, que tenía la misma composición que la especificada en el punto 2, hasta 20°C bajo adición simultánea de 78,05 g de aguas madres de eschoenita, procedentes de la etapa 6, y 5,48 g de agua. - - - - -

10. La lechada obtenida se acondicionó durante cuatro horas a 20°C. Se obtuvieron 22,31 g de KCl, 10,59 g de NaCl, 69,92 g de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ y 140,21 g de aguas madres de epsomita. El contenido de potasio de estas aguas madres era de 1,87% en peso, ascendiendo su contenido de sodio a 1,07%. - - - - -

4-5) Tamizado y flotación

15. La lechada obtenida en la etapa precedente (243,04 g) se tamizó a malla 35 para eliminar como tamizado superior la mayor parte de la epsomita que, después de centrifugación y lavado, resultó ascender a 48,94 g. El tamizado inferior estaba compuesto por 22,31 g de KCl, 10,59 g de NaCl, 20,98 g de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ y 140,21 g de aguas madres de epsomita. Se recircularon, a la etapa 1, 87,30 g de aguas madres mientras que la parte restante (52,91 g) se eliminó del ciclo. Se obtuvieron 26,29 g de concentrado de silvita (21,72 g de KCl y 4,97 g de NaCl) y 27,19 g de desechos (5,62 g de NaCl, 0,59 g de KCl, 20,98 g de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$) por flotación del tamizado inferior. Dichos desperdicios se enviaron al desagüe. - - - - -

6) Producción de eschoenita a 20°C

Se dejaron reaccionar 26,69 g de concentrado de silvita y 40,26 g de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, extraído del tamizado superior,

341288

18 MAYO 1967



durante una hora y media a 20°C, con 55,67 g de aguas madres de sulfato procedentes de la etapa 7. Se obtuvieron 29,41 g de eschoenita, 15,16 g de KCl y 78,05 g de aguas madres de eschoenita después de centrifugación y lavado. La eschoenita obtenida y el KCl se enviaron a la etapa 6, mientras que la salmuera se envió a la etapa 3. - - - - -

7) Metátesis a 30°C

Se trataron 44,57 g de substancia sólida procedente de la etapa 6, durante un tiempo de contacto de 3 horas a 30°C, con 33,61 g de agua. Se obtuvieron, después de centrifugación, 22,52 g de K₂SO₄ húmedo, con una composición K 40,47 - Mg 0,87 - Cl 0,90 - SO₄ 51,94 - H₂O 5,82% en peso, y 55,67 g de aguas madres de sulfato. Las aguas madres de sulfato se recircularon a la etapa 6. Se obtuvieron, después del secado, 21,86 g de K₂SO₄ con un contenido de K₂O igual a 50,22% en peso. El rendimiento total del proceso, calculado según la relación entre el K₂O que deja el ciclo en forma de K₂SO₄ y el K₂O que entra en el ciclo como kainita, fué de 84,84%. - - -

Ejemplo 3

20. 1) Lixiviación del mineral de kainita a 100°C

Se trataron 100 g de mineral de kainita triturado en trozos de menos 6,6 mm y compuesto por 71,70 g de kainita, 28,30 g de NaCl, durante un tiempo de contacto de una hora a 100°C, con 87,30 g de salmuera recirculada procedente de la etapa 3. - - - - -

Se obtuvieron 42,50 g de langbeinita, 2,15 de kainita no convertida, 25,77 g de NaCl y 116,88 g de salmuera de langbeinita. - - - - -



341288

18 MAY 1967

2) Glasificación de la lechada de langbeinita a 100°C

187,30 g de lechada de langbeinita obtenida en la etapa 1. fueron puestas en un clasificador con ajuste oportuno para separar las partículas con dimensión tal que fuesen captados por un tamiz de malla 35/cm². Se obtuvieron 22,77 g de desechos, compuestos por 2,15 g de kainita y 20,62 g de NaCl, después de centrifugación y lavado, mientras que se obtuvieron, como fracción fina, 164,53 g de lechada de langbeinita, compuesta por 42,50 g de langbeinita, 5,15 g de NaCl y 116,88 g de salmuera de langbeinita. - - - - -

3) Refrigeración y descomposición de la lechada de langbeinita a 20°C

Se refrigeraron hasta 20°C 164,53 g de lechada de langbeinita que tenía la misma composición que la especificada en el punto 2, bajo adición simultánea de 87,60 g de aguas madres de eschoenita, procedentes de la etapa 5, y 5,92 g de agua. La lechada obtenida se acondicionó durante cuatro horas a 20°C. Se obtuvieron 24,93 g de KCl, 11,58 g de NaCl, 77,04 g de MgSO₄·7H₂O y 144,50 g de aguas madres de epsomita. El contenido de potasio de estas aguas madres era de 1,91% en peso y el contenido de sodio ascendía a 1,11%. - - - - -

4-5) Tamizado y flotación

La lechada obtenida en la etapa anterior (258,05 g) se tamizó a malla 28 para eliminar como tamizado superior la mayor parte de la epsomita que, después de centrifugación y lavado, resultó ascender a 61,63 g. - - - - -

El tamizado inferior estaba compuesto por 24,93 g de KCl, 11,58 g de NaCl, 15,1 g de MgSO₄ y 144,50 g de aguas

341288



madres de epsomita. Se recircularon 87,30 g de aguas madres a la etapa 1 mientras que la parte restante (57,20 g) se eliminó del ciclo. - - - - -

5. Se obtuvieron 29,93 g de concentrado de silvita (24,43 g de KCl, 5,50 g de NaCl) y 21,99 g de desechos (0,50 g de KCl, 6,08 g de NaCl, 15,41 g de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$) por flotación del tamizado inferior. Dichos desechos se enviaron al desagüe. - - - - -

6) Producción de eschoenita a 30°C

10. Se dejaron reaccionar 29,93 g de concentrado de silvita y 45,37 g de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, extraídos del tamizado superior durante una hora y media a 30°C, con 59,98 g de aguas madres de sulfato procedentes de la etapa 7. Se obtuvieron 31,28 g de eschoenita, 16,39 g de KCl y 98,60 g de aguas madres de eschoenita después de centrifugación y lavado. La eschoenita y el KCl se enviaron a la etapa 7 y la salmuera a la etapa 3.

7) Metátesis a 30°C

20. Se trataron 47,67 g de sustancias sólidas procedentes de la etapa 6, durante un tiempo de contacto de tres horas y a 30°C, con 36,34 g de agua. Se obtuvieron, después de centrifugación, 24,04 g de K_2SO_4 húmedo, con la composición K 40,66 - Mg 0,76 - Cl 1,03 - SO_4 51,62 - H_2O 5,92% en peso, y 59,98 g de aguas madres de sulfato. Las aguas madres de sulfato se recircularon a la etapa 6. Se obtuvieron, después de secado, 23,33 g de K_2SO_4 con un contenido de K_2O igual a 50,48% en peso. - - - - -



341288

El rendimiento total del proceso, calculado según la relación entre el K_2O que deja el ciclo en forma de K_2SO_4 y el K_2O que entra en el ciclo como kainita, fué de 85,25%.-

N O T A

5. Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

- 1.- Procedimiento para la producción de sulfato potásico partiendo de mineral de kainita, caracterizado porque comprende las siguientes etapas: 1) el mineral bruto triturado se lixivia a una temperatura superior a $90^{\circ}C$ por medio de una salmuera de epsomita de recirculación, obtenida en la etapa 3, con la obtención consiguiente de una lechada de langbeinita compuesta por una fase sólida que contiene langbeinita y cloruro sódico, así como una salmuera de langbeinita;
10. 2) la lechada de langbeinita sufre un proceso de clasificación con la separación consiguiente de la mayor parte del cloruro sódico de la lechada; 3) la lechada de langbeinita se refrigera después hasta una temperatura comprendida entre $35^{\circ}C$ y $20^{\circ}C$ en presencia de una salmuera de eschoenita procedente de la etapa 6, con la consiguiente obtención de una fase sólida, compuesta por una mezcla, que comprende KCl , $NaCl$ y $MgSO_4 \cdot 6H_2O$ y/o $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, y también una salmuera de epsomita;
15. 4) el sulfato magnésico se separa de los cloruros por medio de tamizado o clasificación mientras que la salmuera de epsomita se desecha parcialmente y se recircula parcialmente
20. 25.



341288

- en la etapa 1, enviándose el sulfato magnésico parcialmente a la etapa 6 y siendo sacado parcialmente del ciclo; 5) el cloruro potásico se separa del cloruro sódico por medio de flotación; 6) parte del cloruro potásico obtenido en la etapa 5 se deja reaccionar, a una temperatura comprendida entre 20°C y 35°C y en presencia de salmuera de sulfato procedente de la etapa 7, con una parte del sulfato magnésico obtenido en la etapa 4, con la obtención consiguiente de eschoenita (o leonita) y de una salmuera de eschoenita que se recircula a la etapa 3; 7) la eschoenita obtenida se deja reaccionar a una temperatura comprendida entre 20°C y 40°C, en presencia de agua, con el cloruro potásico restante obtenido en la etapa 5, con la obtención consiguiente de sulfato potásico y de una salmuera de sulfato que se recircula a la etapa 6. - - -
5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el mineral de kainita se tritura en trozos menores que los valores comprendidos entre 5 y 8 mm. - - - -
10. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la clasificación de la langbeinita se realiza bajo condiciones tales que se separen las substancias sólidas de dimensiones tales que sean captadas por un tamiz de malla entre 35 y 48/cm². - - - - -
15. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la separación del MgSO₄.6H₂O y/o MgSO₄.7H₂O a partir del KCl y el NaCl se realiza por medio de tamizado a un valor del orden de malla 28 a 35. - - -
- 20.
- 25.

341288

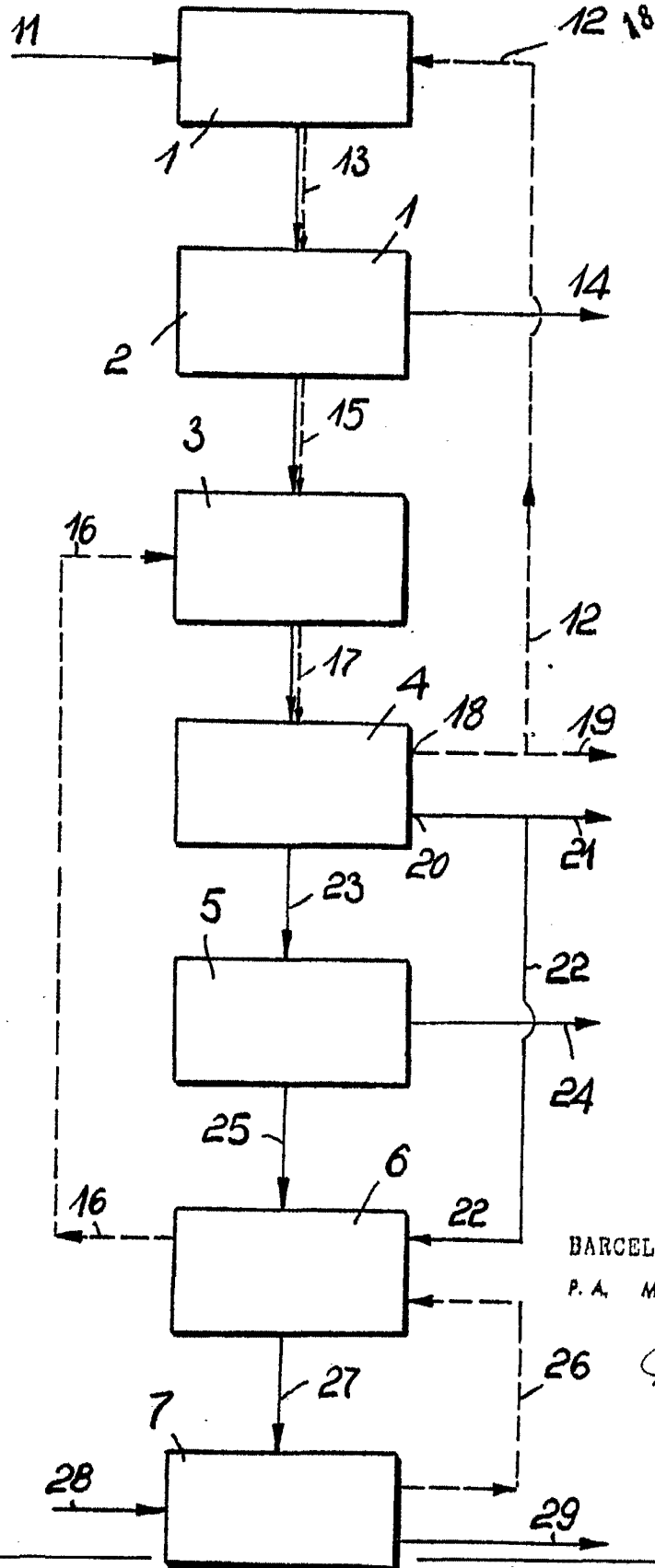


5.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE SULFATO POTASICO PARTIENDO DE MINERAL DE KAINITA". - - - - -

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presenta memoria que consta de veinticuatro hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras, y de una lámina de dibujos que la ilustra.

BARCELONA, 18 MAYO 1967
P. A. M. CURELL SUÑER

341288



BARCELONA, 18 MAYO 1967

P. A. M. CURELL SUZOR