

401169

Int. Cl.: B 28 C 25



401169

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

PATENTE DE INVENCION

que por veinte años para España, se solicita a favor de la Firma -
KALI UND SALZ, AG de nacionalidad alemana, residente en KASSEL (RE-
PUBLICA FEDERAL DE ALEMANIA), Friedrich-Ebert-Strasse, 160, por: -
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION ELECTROTASTICA DE SALES POTASICAS
EN BRUTO ARCILLOSAS".-

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se habia encontrado ya un procedimiento para la separa-
ción de arcilla procedente de sales potásicas brutas arcillosas.-

Ahora se ha encontrado que dinitrofenol y la mezcla de di-
nitrofenol, halogenuro de carbono y agua originan una inversión de
5 la polaridad de las cargas en la sal de roca, de modo que los mine-
rales arcillosos se cargan en comun negativamente con sal de roca, -
siendo efectuadas por lo tanto ambas como fracción residual.-

En la silvina y Kieserita en cambio no tiene lugar dicha
inversión. Estas dos materias son separadas pues en el electrodo po-
10 sitivo. Se obtiene pues una fracción de silvina y/o Kieserita la -
que puede ser empleada, bien directamente como valioso abono de K -
MG o bien elaborada de modo conocido, siendo transformada en con-
centrados de silvina o Kieserita de porcentaje elevado.-

La doctrina de la invención consiste pues en la aplicación
15 de dinitrofenol solamente o respectivamente en el empleo de la com-
binación de reactivos de dinitrofenol, halogenuro de carbono y agua,

401169 25



con objeto de la carga específica en su característica de los minerales arcillosos y de la sal de roca contra silvina y Kieserita.-

Dicho procedimiento está caracterizado por el hecho de que las sales potásicas brutas arcillosas para el condicionamiento son -
 20 mezcladas con 2,6- dinitrofenol en cantidades de 50 - 500 gr/t, preferentemente de 75 - 200 gr/t solas o, respectivamente, con una combinación de reactivos de 2,6-dinitrofenol en las cantidades arriba -
 25 indicadas, halogenuro de carbono en cantidades de 50 - 500 gr/t, preferentemente, 75 - 300 gr/t y agua en cantidades de 0 - 4.000 gr/t, preferentemente 500 - 3000 gr/t intensamente durante 10 - 120 segundos preferentemente durante 20 - 60 segundos, siendo calentados a -
 2- 20%, preferentemente 5 - 15% de humedad relativa, correspondiente a las temperaturas de separación entre 25 y 65°C y separada a con-
 30 tinuación la sal cargada electricamente por contacto en una fase de separación electrostática sobre el electrodo positivo en una fracción de arcilla-sal de roca y sobre el electrodo negativo en una fracción de silvina - Kieserita.-

El procedimiento según invención es explicado por los siguientes ejemplos 1 - 3-

Como material de ensayo servía una sal de carnalita de la siguiente composición química y granulométricamente analítica;

análisis química		análisis mineral	
KCl	= 18,61%	silvina	= 18,7%
40 K ₂ SO ₄	= 0,78%	langbeinita	= 1,5%
MgCl ₂	= 0,04%	polialita	= 0,6%
CaSO ₄	= 0,63%	kieserita	= 22,0%
NaCl	= 52,72%	sal de roca	= 52,0%
H ₂ O	= 3,32%	mineral arcilloso	= 4,5%
45 HCl - insoluble	2,47%		

ANALISIS GRANULOMETRICO



	> 0,8 mm	= 2,7%
	0,8 - 0,5 mm	= 47,6%
	0,5 - 0,25 mm	= 29,5%
50	0,25 - 0,16 mm	= 8,0%
	0,16 - 0,1 mm	= 5,2%
	< 0,1 mm	= 7,0%

En las tablas significan:

- + = fracción sobre el electrodo positivo
 55 M = producto medio
 - = fracción sobre el electrodo negativo

Ejemplo 1º

Los ensayos fueron efectuados con el 10% de humedad relativa, correspondiente a 39 hasta 47°C a 5 - 7 gr/m³ de humedad de aire absoluta. Las separaciones se efectuaron en separadores -
 60 de caída libre con una pasada de 10 t/ m.h.-

Ensayo n°	medio de condicionamiento	g/t	contenido de H ₂ O		contenido de NaCl		Contenido de arcilla	
			+ %	-	+ %	-	+ %	-
1	ácido graso	150	32,2	2,2	45,4	18,1	3,4	0,9
2	o-ácido cresotínico	150	47,6	2,5	16,0	54,8	4,3	0,7
3	o-ácido cresotínico	100						
	+ ácido láctico	100	10,0	13,2	22,4	59,7	15,9	0,4
	+ ácido tricloracético	200						
4	ácido láctico	100						
	+ ácido tricloracético	200	11,7	13,6	19,5	60,0	23,8	0,2
5	2,6-dinitrofenol	150	4,6	18,8	78,0	27,9	4,1	0,6

Los ensayos n° 1 y 2 así como n°s. 3 y 4 muestran conforme el estado actual de la técnica el hecho ya conocido de que los minerales arcillosos se cargan en común con la silvina (ensayos n°s. 1 y 2) o respectivamente en común con la sal de roca y la kieserita contra silvina -
 75 (ensayos n°s, 3 y 4 conforme la solicitud básica).-

El ensayo n° 5 conforme el procedimiento de la invención muestra que con una carga de 2,6-dinitrofenol la arcilla y la sal de roca se cargan en común negativamente contra silvina y kieserita. Se separan pues sobre el electrodo negativo practicamente fracciones de --
 80

401169



- 4 -

silvina - kieserita libre de arcilla que pueden ser tratadas entonces de modo corriente para silvina y kieserita. La fracción de NaCl muy arcillosa con 78,0% de NaCl y 4,1% de HCl insoluble contiene solo aprox. el 6 - 10% de la silvina introducida en su totalidad. Dicha fracción puede ser realizada directamente como fracción residual y extraída así del siguiente proceso de preparación de silvina.-

Ejemplo 2º

Además se ha encontrado que ácido cloracético y agua fomentan considerablemente el efecto del dinitrofenol, es decir, que la silvina es separada más intensamente en el concentrado y sal de roca más intensamente en el residuo. La combinación de reactivo de 2,6 - dinitrofenol, ácido cloracético y agua representa el óptimo de la separación común de sal de roca y arcilla por un lado así como silvina y kieserita por otro lado.-

En la siguiente tabla se reproduce el resultado de un ensayo con la combinación de reactivos 2,6 - dinitrofenol/H₂O/ácido tricloracético, llegándose a aplicar 200 gr/t de dinitrofenol, 1.500 gr/t de agua y 300 gr/t de ácido tricloracético. Las separaciones fueron efectuadas a 5% de humedad relativa, correspondiente a 55°C y 5,5 - gr/m³ de humedad absoluta.-

	K ₂ O	NaCl	Kieserita	HCl-insoluble
<u>Contenidos %</u>				
Sal bruta	12,6	52,0	22,0	2,5
concentrado	26,6	19,2	37,1	0,4
residuo	1,4	76,0	12,2	3,9
<hr/>				
<u>partes componentes en %</u>				
Sal bruta	100	100	100	100
concentrado	93,5	15,5	66,4	6,3
residuo	6,5	84,5	33,6	93,7

La tabla anterior contiene las fracciones separadas sobre el electrodo negativo (= concentrado) y sobre el electrodo positivo



(= residuo).-

115 Conforme el procedimiento de la invención la arcilla es -
cargada en común con la sal de roca negativamente contra silvina y
kieserita. De una sal bruta con 12,2% de K_2O y 2,5% de HCl insolu-
ble se obtiene mediante una única pasada por el separador sobre el
electrodo negativo un concentrado con 26,6 de K_2O o sólo todavía -
120 0,4% de HCl insoluble. La extracción de silvina en el concentrado -
asciende a 95,3%. -

En el residuo = fracción de arcilla es separado el 93,7%
de la arcilla introducida junto con la sal bruta. Al mismo tiempo -
es separado en el residuo aún el 84,5% de la sal de roca. -

125 Estos números muestran claramente el gran progreso técni-
co del procedimiento según invención. Las separaciones pueden efec-
tuarse en pasadas de 5 - 30 t de sal bruta por metro de anchura de
electrodo y hora. Esto significa que la anchura del electrodo se re-
duce en relación con el estado actual de la técnica 30 -180 veces -
130 lo que conduce a enormes economías en inversiones y gastos de servi-
cios, así como a un considerable aumento en la seguridad de servicio
de la instalación. -

El procedimiento se distingue además por una selectividad
tan elevada con respecto a la arcilla que ya en una separación en -
135 una única fase la arcilla es separada prácticamente en cantidad de
la sal. Se obtiene así pues sobre el electrodo negativo una sal bru-
ta prácticamente libre de arcilla y enriquecida en el contenido de
 K_2O la que puede ser elaborada entonces de manera conocida con ele-
vado volumen de producción en K_2O y llevada hasta concentrados máxi-
140 mos de al menos el 60%. Dicha sal bruta libre de arcilla y enrique-
cida en K_2O está liberada de la cantidad principal de la sal de roca,
de modo que la instalación preparadora de silvina acoplada a conti-
nuación es cargada solo con la cantidad de sal relativamente reduci-
da, lo que conduce a otras elevadas economías en inversiones y gas-
145 tos de servicio. -

Además se ha encontrado que el efecto separador depende considerablemente de la humedad relativa del aire de los medios de acondicionamiento a los que la sal estaba expuesta durante el tratamiento. Esto significa que con humedad relativamente elevada del aire ambiente debe añadirse menos agua durante el acondicionamiento que con humedad relativamente reducida o viceversa.-

Ejemplo 3º

El gran progreso técnico del procedimiento se deduce además de los siguientes ensayos.

1º Separación de arcilla y NaCl según el procedimiento según invención

	Contenido de K ₂ O %	Contenido de NaCl %	Contenido HCl-insolub.	Producto en K ₂ O %	Producto en HCl-ins.
Sal bruta	12,2	52,0	2,5	100	100
concentrado	28,0	21,0	0,5	92,7	9,4
residuo	1,5	81,5	4,3	7,3	90,6

2º Separación posterior del concentrado de 1º conforme el procedimiento de flotación conocido.-

Ensayo nº	Contenido de K ₂ O %		Resultado de K ₂ O %	
	conc.	residuo	referido a carga de flotación	referido a sal bruta
1 Sin separación "ESTA" preliminar de arcilla	40,0	2,12	86,1	86,1
2 Con separación "ESTA" previa conforme el procedimiento de la invención	48,6	1,38	97,8	90,6

La separación de arcilla y NaCl conforme el procedimiento de la invención se efectuaba después del acondicionamiento de la sal bruta arcillosa con 200 gr/t de 2,6-dinitrofenol, 1000 gr/t de agua y 300 gr/t de ácido tricloracético con 7,5% de humedad relativa en el aire de calentamiento.-

En la tabla está reproducida bajo 2º la separación posterior por flotación del concentrado prácticamente libre de arcilla y



enriquecido en K_2O con 25 gr de harina de guarana, 50 gr/t de amina, 15 gr/t de aceite y 15 gr/t de alcoholes etilicos de medio y mayor grado (ensayo 2). Para la comparación se reprodució la flotación directa de la sal bruta (ensayo n° 1). La flotación directa de la sal bruta arcillosa suministraba concentrados con 40,0% de K_2O con una extracción de K_2O de 86,1%.-

Ensayo n° 2 reproduce finalmente la separación posterior por flotación del concentrado de 1 obtenido conforme el procedimiento de la invención libre de arcilla y enriquecido en K_2O . Se obtiene un concentrado de flotación con 48,6% de K_2O . La extracción de K_2O referido al material cargado para la flotación = concentrado procedente de 1 asciende a 97,8% y con ello de la extracción de K_2O referido a la sal bruta, a 90,6%.- La separación de arcilla conforme el procedimiento de la invención suministra en la siguiente obtención de silvina mejores concentrados de K_2O y mejores volúmenes de producción en K_2O .-

Descrita suficientemente la naturaleza y alcance de la presente invención se hace constar que en la misma podrán ser variables los materiales y dimensiones y en general aquellos otros detalles accesorios o secundarios que no alteren, cambien, ni modifiquen la esencialidad propuesta.-

Los términos en que queda redactada esta memoria son ciertos y fiel reflejo del objeto descrito, debiéndose interpretar en un sentido más amplio y nunca en forma limitativa.-

REIVINDICACIONES

Se reivindica como de la propia y nueva invención la propiedad y explotación exclusiva e:

205 1ª.- Procedimiento para la preparación electrostática de sales potásicas en bruto arcillosas; caract. porque las sales potásicas brutas arcillosas son condicionadas con 2,6-dinitrofenol sólo ó respectivamente, con una combinación de reactivos de 2,6-dinitrofenol, halógeno de carbono y agua mediante un mezclado intenso, siendo calentadas a 2 - 20%, preferentemente, 5 - 15% de humedad relativa y se-

- 8 - 401169



210 separada la sal cargada después electricamente por contacto en una fase separadora electrostática sobre el electrodo positivo en una fracción arcilla-sal de roca y sobre el electrodo negativo en una fracción de silvina y/o kieserita.-

215 2ª.- Procedimiento para la preparación electrostática de sales potásicas en bruto arcillosas; según reiv. 1ª caract. porque se aplican 2,6-dinitrofenol en cantidades de 50 - 500 gr/t, preferentemente, - 75 - 20 gr/t, ácidos cloracéticos en cantidades de 50 - 500 gr/t preferentemente 75 - 300 gr/t, y agua en cantidades de 0 - 4.000 gr/t, preferentemente 500 - 300 gr/t.-

220 3ª.- Procedimiento para la preparación electrostática de sales potásicas en bruto arcillosas; según reiv. 1ª y 2ª caract. porque la sal - es mezclada intensamente para el acondicionamiento de 10 hasta 120 - segundos, preferentemente de 20 hasta 60 segundos.

225 4ª.- Procedimiento para la preparación electrostática de sales potásicas en bruto arcillosas; según las reiv. 1- 3ª caract. porque la - separación es efectuada preferentemente entre 25 y 65°C.-

5ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION ELECTROSTATICA DE SALES POTASICAS EN BRUTO ARCILLOSAS".-

Consta la presente memoria descriptiva de ocho hojas numeradas y mecanografiadas por una sola cara.-

Madrid,

25 MAR 1972

RODOLFO DE LA TORRE
P. P.

Emilio García Ariza