

REF: 5926 "Beschwermittel,
Kombination"

F.e. 23-4-75

Int. Cl.²: Bold



Nº 405.666

405666

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: METALLGESELLSCHAFT AKTIENGESELLSCHAFT

RESIDENCIA: Reuterweg 14 - 6000 FRANKFURT (MAIN) 1 -

ALEMANIA OCC.

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION
DE AGENTES DE CARGA PARA LAVADOS DE
SONDEO.

Prioridad: Patente alemanas P 21 39 952.0 del 10-8-71
P 22 30 272.3 del 21-6-72

TR

**POOR
QUALITY**

405666



1

5

10

15

20

25

30

El invento se refiere a un procedimiento para la obtención de agentes de carga para lavados de sondeo mediante la preparación fina de portadores de hierro calcinados con contenido de azufre, neutralización de la dispersión acuosa del material, lavado y secado. Dentro del marco del procedimiento ya conocido, el material calcinado, con contenido de óxido de hierro, se somete, de acuerdo con el invento, a una clasificación respecto a una composición granulométrica determinada del agente de carga.

Es conocido el cargar los líquidos de lavado para sondeos profundos a efectos de compensar la presión de formación actuante. La misión más importante de los agentes de carga estriba en elevar el peso específico del agente de lavado, empleando para ello cantidades lo menores posible. Tales materiales, apropiados como agentes de carga, tienen por lo tanto que tener en sí una densidad lo más alta posible. Las demás propiedades importantes en cuanto a la técnica de lavado en el lavado de sondeos no deben ser menos cabadas perjudicialmente por los materiales de carga. Así, por ejemplo, el agente de carga debe influir lo menos posible sobre la viscosidad frente al lavado exento de carga. En los lavados se trata en su mayor parte de líquidos no newtonianos, que tengan efectos pequeños de tixotropía. Una tixotropía elevada, unida a un límite de fluidez alto, dificulta la aptitud para el bombeo del líquido de lavado y reduce el progreso del sondeo. Una tixotropía pequeña, por el contrario, es deseable para hacer posible la capacidad sustentadora del líquido de lavado para el polvo de perforación en el suspendido. El agente de carga debe asimismo mantener lo menores posible las pérdidas de líquido

405666



1 de lavado, así como la infiltración del agua de las rocas
a través de las paredes del agujero de perforación, tormando
para ello una torta espesa de filtración. Igualmente debe
debe el agente de carga tener un pequeño efecto abrasivo en
5 atención al equipo de sondeo, y no debe reaccionar química-
mente con el líquido de lavado ni con las distintas capas
del terreno

Para satisfacer estos requisitos se suele emplear por
lo general espato pesado natural lavado, con un peso espe-
cífico de aproximadamente 4,2. El desarrollo de la técnica
10 actual de los sondeos alcanza profundidades cada vez mayo-
res. Para ello se precisan líquidos de lavado con un peso
específico a veces superior a 2,0. Líquidos de lavado de
tal condición pueden obtenerse con espato pesado natural
15 lavado (peso específico de aproximadamente 4,2), si se con-
forma uno con otros inconvenientes, tal como el empeoramen-
to de la viscosidad del líquido de lavado para sondeos. La
preparación para obtener productos de un peso específico
uniformemente alto, es costosa. Otras proposiciones conoci-
20 das prevén materiales a base de óxido de hierro, tales como
hematita, magnetita o cascarilla formada en la laminación,
con pesos específicos de a lo máximo 5,2 (patente holandesa
n.º 50.353). Estos materiales han hallado en la práctica téc-
nica tan solo poca aceptación como agentes de carga, puesto
25 que son demasiado caros con relación al espato pesado, pre-
sentando además inconvenientes en cuanto a técnica del la-
vado, tales como alta abrasión y tendencia a la sedimenta-
ción. De acuerdo con una proposición conocida se obtiene un
agente de carga para lavados de sondeos a partir de minera-
30 les sulfurados de hierro calcinados (patente estadounidense

405666



18 ADO 1911

1
5
10
15
20
25
30

n° 2.298.984). El alto contenido total de azufre de los residuos calcinados del procedimiento ya conocido, hace preciso someterlos a una calcinación, en especial a una calcinación por cloración a aproximadamente 1000° C, empleando para ello sales metálicas alcalinas. Al mismo tiempo es preciso asimismo lavar los componentes hidrosolubles en combinación con una molienda en estado húmedo. El procedimiento ya conocido adolece de inconvenientes, en tanto que el proceso de calcinación es caro y el agente de presión contiene todavía proporciones variantes de ganga, por lo que la obtención de un agente de carga con un peso específico uniformemente alto no es posible de manera reproducible.

Corresponde asimismo al estado actual de la técnica el calcinar minerales sulfurados, y someter el producto calcinado, una vez irio, a una lixiviación.

El invento se ha propuesto prepara un agente de carga para lavados de sondeos con un alto peso específico, que ascienda por lo menos a 4,7 y que pueda obtenerse a escala industrial de manera sencilla y económica, satisfaciendo en alto grado los requisitos técnicos de un agente de carga.

El presente invento parte de un procedimiento para la obtención de agentes de carga para lavados de sondeos mediante la preparación rina de portadores de hierro calcinados hasta un contenido total de azufre inferior a 2 %, con neutralización del material disperso en agua, extracción de los componentes solubles mediante lavado y secado siguiente del material. Dentro del marco del método de trabajo indicado, el proceso del invento consiste entonces en que el material calcinado con contenido de óxido de hierro se clasifica en una finura de granulación inferior a 75 u, ascen-

405666



1 diendo la proporción de grano inferior a 10μ a no más de
50 %, con preferencia a no más de 30 %. En especial se ob-
tiene un agente de carga excelentemente apropiado para la-
vados de sondeos si, conforme al invento, la clasificación
5 se practica según una composición granulométrica de

50 a 55 %	con un tamaño de partícula de	30 a 75 μ
10 a 15 %	" " " " " "	" 20 a 30 μ
10 a 15 %	" " " " " "	" 10 a 20 μ
20 a 30 %	" " " " " "	" hasta 10 μ .

10 Con tal composición granulométrica se evitan la deposición,
del agente de carga y el espesamiento del líquido de lavado.

De acuerdo con otra forma de realización del invento,
el material de óxido de hierro puesto a la temperatura de
calcificación es enfriado repentinamente, mediante introduc-
15 ción en agua, hasta temperaturas por debajo de 100° C, so-
metiéndose el material inmediatamente a un proceso de lixi-
viación y lavado. El enfriamiento repentino se lleva a ca-
bo convenientemente de manera que se origine en el material
calcificado un salto de temperatura de por lo menos 200° C.

20 La temperatura del material calcificado es por lo general su-
perior a 350° C, ascendiendo preferentemente a 400 hasta
 600° C. La cantidad de agua se calcula de modo que, una vez
que ha tenido lugar el enfriamiento repentino, sea sufi-
ciente para que el material enfriado se encuentre en forma
25 de una suspensión acuosa ácida. Es sustancial asimismo que
el enfriamiento repentino se practique de manera rápida y
bajo exclusión amplia de aire. Así, por ejemplo, hay que
evitar procesos de agitado en que se emplee aire. De este
modo se evita la formación de fases de oxidación más altas
30 de metales polivalentes. Las sales de metales polivalentes,



1
5
10
15
20
25
30

tal como el sulfato férrico, pueden por lo tanto, en la fase de oxidación más baja, ser extraídas fácil y totalmente en el proceso de lixiviación siguiente. Las sales metálicas de una fase de oxidación más alta, tal como el trisulfato de hierro, unicamente pueden ser extraídas de manera costosa, debido a ser difícilmente solubles. Su presencia en el agente de carga origina, como consecuencia de procesos hidrolíticos, una indeseable reacción ácida del líquido de lavado. Los hidróxidos metálicos difícilmente solubles que se forman en tales procesos hidrolíticos en líquidos de lavado alcalinos, influyen en las propiedades de dichos líquidos, siendo especialmente perjudiciales para las propiedades reológicas.

Para el procedimiento conforme al invento no es crítico la clase de portador de hierro con contenido de azufre de que se parta para su conversión en óxido de hierro mediante la calcinación. Ahora bien, el contenido total de azufre en el producto calcinado debe ascender a lo sumo a 1,5 %, y preferentemente ser inferior a 1 %. Por lo general no debe ascender a más de 0,9 %. Por consiguiente se puede obtener el residuo de óxido de hierro mediante la calcinación de portadores de hierro con contenido de azufre, tales como sulfuros de hierro sintéticos o naturales, por ejemplo, pirita, pirita magnética o marcasita, o bien sulfato de hierro o mezclas de sulfuros de hierro y sulfato de hierro.

Como material de partida especialmente apropiado para el procedimiento conforme al invento, ha demostrado ser la pirita de flotación, que se calcina para obtener óxido de hierro. Tal producto de la calcinación tiene, con anterioridad al siguiente tratamiento conforme al invento, aproximadamente la composición siguiente:



405666

1

85 - 95 % de Fe_2O_3

7 % de SiO_2

1,5 % de Al_2O_3

0,4 - 0,9 % de azufre total

5

3,6 % de componentes hidrosolubles

valor pH: 2,9

peso específico: 4,5.

10

Para la puesta en práctica del procedimiento de acuerdo con el invento no es crítica la clase de proceso de calcinación para el portador de hierro con contenido de azufre. Puede tener lugar por consiguiente en dispositivos conocidos, tal como en un horno de tubo giratorio o en un horno de platos múltiples. Ahora bien, de manera conveniente y especialmente económica se lleva a cabo la calcinación en una capa fluidizada.

15

20

Ha demostrado ser favorable asimismo que el material oxidico calcinado tenga contenidos de metales no férricos. Convenientemente contiene plomo, cinc, cobre o níquel, en una cantidad de 0,05 a 10 % (calculado como metal). Preferentemente oscila el contenido de metal entre 0,05 y 6 %, y en especial son ventajosas proporciones de una magnitud de 0,05 a 2 %, por ejemplo, 0,05 a 2 % de plomo y/o cinc. Tales contenidos de metales originan en los portadores de hierro con contenido de azufre, al ser calcinados, un retículo cristalino influenciado o perturbado en cierto modo del óxido de hierro, y confieren al producto propiedades extraordinarias como agente de carga. Siempre que el portador de hierro con contenido de azufre no tenga contenido de metales no férricos, o bien un contenido no comprendido en la gama citada de 0,05 a 10 % de Pb, Zn, Cu o Ni, se proce-

30

405666



1972

1

5

10

15

20

25

30

de a llevar a cabo una corrección. Así, por ejemplo, se puede ajustar el contenido en sulfuros de hierro sintéticos, agregando y mezclando con el sulfuro de hierro de partícula fina los metales cobre, níquel, plomo o cinc, bien sea individual o conjuntamente, en forma de sus sulfuros o minerales sulfurosos, sometiéndose al proceso de calcinación el material eventualmente granulado y que eventualmente contiene sulfato de hierro. De igual manera puede tener lugar también el ajuste en portadores de hierro sulfurosos naturales, agregando los sulfuros de metales o minerales sulfurosos, tales como galena, blenda de cinc, pirita de cobre, cobre vídrioso o pirita magnética de níquel. Para ello se agregan sulfuros de partícula fina al portador de hierro sulfuroso de partícula fina y, eventualmente después una aglomeración previa, para la que pueden servir también soluciones que contengan sulfato de hierro, se procede a su calcinación. De manera ventajosa han demostrado ser apropiados para la obtención del agente de carga conforme al invento los llamados minerales complejos. Como tales deben considerarse minerales de pirita que presentan fusiones muy estrechas de pirita con sulfuros de metales no férricos, tales como blenda de cinc o galena. En algunos casos es conveniente ajustar el contenido de plomo, cinc, cobre o níquel, mediante una flotación, y extraer la ganga.

De acuerdo con el invento, el material puesto a la temperatura de calcinación es enfriado repentinamente mediante su inmersión en agua. La suspensión ácida obtenida se lixiva inmediatamente durante unos 15 a 60 minutos, agitando constantemente, después de lo cual se separa la fase acuosa y se lava el residuo. En algunos casos bastan tam-

405666



1

bién tiempos de lixiviación inferiores a 15 minutos. Tiempos de lixiviación superiores a 1 hora no son precisos por lo general.

5

El residuo lavado puede seguir siendo tratado de diversas maneras para la obtención del agente de carga conforme al invento con una composición granulométrica determinada. Se puede someter a una molienda en húmedo y una clasificación en húmedo, después de lo cual se lava y se seca; ahora bien, el residuo se puede secar también y ser sometido a una molienda en seco y a su clasificación. La proporción de grano inferior a 10 μ en el agente de carga no debe ascender a este particular a más de 50 %, con preferencia no a más de 30 %. En todos los casos se ajusta un agente de carga con la siguiente composición granulométrica:

10

15

50 a 55 %	30 a 75 μ de tamaño de partícula
10 a 15 %	20 a 30 μ " " " "
10 a 15 %	10 a 20 μ " " " "
20 a 30 %	hasta 10 μ " " " "

20

El contenido de óxido de hierro en el agente de carga oscila entre 85 y 95 %.

25

Ha demostrado ser favorable asimismo que el producto de la calcinación, enfriado repentinamente y lavado, no presente una reacción ácida. Si el lavado es insuficiente, entonces se puede producir por ejemplo este caso. La torta de filtración se suspende por lo tanto convenientemente en agua de 60° C, y la suspensión se ajusta a un valor pH de 7 a 8 con ayuda de amoníaco acuoso. Después de un tiempo de tratamiento de 15 a 60 minutos a 60° C y agitando constantemente, se separa el sólido y se lava. El producto lavado se seca seguidamente hasta una humedad residual de aproxim-

30



1 damente 0,4 %.

5 De acuerdo con otra forma de realización del invento,
el producto calcinado, enfriado repentinamente y lavado, y
que eventualmente ha sido sometido también al tratamiento
con reactivos neutralizantes, se trata con compuestos de
bario hidrosolubles, tales como cloruro de bario o hidróxi-
do de bario. Con este tratamiento, las sales que no pueden
ser extraídas totalmente mediante lavado, y cuya solubili-
dad todavía existente resulta molesta en lavados de sondeo,
10 tal como el sulfato cálcico, son transformadas en sulfato
de bario insoluble. Este permanece después de un nuevo lavado
incluido en el sólido, no teniendo en el agente de carga
ya ninguna influencia perjudicial sobre el lavado de son-
deo.

15 Conforme a un perfeccionamiento del invento, el agente
de carga, liberado de partes hidrosolubles, puede ser tra-
tado también con sustancias que si influyan sobre la super-
ficie del producto. Tales sustancias son, por ejemplo, agen-
tes de la tensoactividad, emulgentes iónicos o no iónicos,
20 así como también trietanolamina o agentes contra la pérdida
de líquido en el lavado de sondeos, tal como la carboxime-
tilcelulosa sódica. La acción de estos aditivos que, por
ejemplo, pueden ser agregados durante la nueva dispersión
en el proceso de lavado, consiste en una mejor dispersabi-
25 lidad del agente de carga.

El agente de carga obtenido conforme al invento puede
ser empleado como material de carga en diversos tipos de
lavado con líquidos de pesos específicos de hasta aproxi-
madamente $1,7 \text{ g/cm}^3$, por ejemplo, lavados con agua dulce,
30 lavados con agua salada, lavados con magnesia, lavados in-



405666

1 hibidos o lavados para fines especiales, tales como con emulsiones básicas en aceite. Los lavados con agua salada de un valor pH de aproximadamente 11 y un peso específico de 1,2, tienen aproximadamente la composición siguiente:

5

1000	partes en peso de agua
40	" " " de bentonita
30	" " " de carboximetilcelulosa
2	" " " de diluyente
30	" " " de cloruro sódico
0,75	" " " de hidróxido sódico.

10 Mediante la adición de 610 g del agente de carga obtenido conforme al invento a un litro de líquido de lavado no cargado, se ajusta un peso específico de 1,6. Para conseguir el mismo peso específico con espato pesado, se precisan 15 650 g. De manera análoga se obtienen también líquidos de lavado con pesos específicos más altos.

El procedimiento conforme al invento presenta ventajas. Hace posible el empleo de un agente de carga para lavados de sondeos con un alto peso específico, que se puede obtener sin un gasto técnico digno de mención y que puede ser 20 empleado de manera económica. La estructura granular especial del agente de carga obtenido conforme al invento impide su deposición en el lavado de sondeo y permite el ajuste seguro y sencillo del peso específico al pie del agujero de perforación. Como el agente de carga no contiene ningún 25 sulfato soluble, no se producen disociaciones hidrolíticas bajo formación de ácido sulfúrico, que desplacen el valor pH del agente de carga hacia la gama ácida. Debido a la eliminación de los sulfatos solubles a través del proceso de 30 enfriamiento repentino, se influencia favorablemente la vis-



405666

1

5

10

15

20

25

30

cosidad de los agentes de lavado que están cargados con el agente de carga obtenido conforme al invento.

El agente de carga obtenido por el procedimiento de acuerdo con el invento es asimismo incorporable fácilmente en los agentes de lavado de sondeos, y dispersable de manera excelente. Ya poco después de su adición, es decir, ya al cabo de aproximadamente una circulación del agente de lavado de sondeos, se ha alcanzado el peso específico pretendido, mientras que al utilizarse espato pesado se precisa para ello el doble al triple de tiempo. El agente de carga obtenido conforme al invento sedimenta asimismo en líquidos de sondeo con pequeña viscosidad en un grado sustancialmente menor, en comparación con el espato pesado. Esto es una propiedad ventajosa, puesto que los líquidos de lavado permanecen frecuentemente en reposo durante mucho tiempo, cuando el varillaje de perforación es sacado del agujero perforado. A base de la forma especial de grano ajustada con metales no férricos, el agente de carga obtenido conforme al invento posee frente a una barita corriente, en el comercio para lavados de sondeos una menor abrasividad, aumentando con ello la duración de servicio de los útiles de perforación y de las bombas. Asimismo origina el agente de carga obtenido conforme al invento, debido a sus propiedades de superficie especiales y mejoradas, una menor viscosidad en los lavados de sondeos. Los agentes de lavado para sondeos dotados del agente de carga del invento poseen asimismo, al atravesar capas que contienen gases ácidos, una cierta capacidad para el ácido sulfhídrico. Este efecto de absorción no modifica el peso específico, pero si provoca al mismo tiempo un efecto indicador, al virar el color del líquido



405666

1 de sondeo.

5 Es asimismo una ventaja de los líquidos de sondeo provistos del agente de carga obtenido conforme al invento, el que un agente de lavado que eventualmente se hubiera endurecido como consecuencia de derrumbamiento del terreno, puede ser esponjado de nuevo mediante la adición de ácido;

10 mientras que al ser empleados líquidos de sondeo cargados con espato pesado, son precisos trabajos costosos de aflojamiento. En algunos casos puede ser también necesario volver a reducir nuevamente el peso específico de los lavados de sondeo. Tratándose de lavados de sondeo cargados con espato pesado, se consigue esto corrientemente con ayuda del tratamiento del lavado de sondeo en un ciclón. Con ello se enriquece el agente de carga en la parte inferior del ciclón con un menor contenido de agua y, debido a ello, de densidad más alta, mientras que la parte rebosante del ciclón es más ligera que la suspensión primitiva. El líquido saliente de la parte inferior del ciclón se extrae de la

15 circulación, consiguiéndose por consiguiente una reducción del peso específico del lavado de sondeo. Ahora bien, este método de trabajo es perjudicial. En efecto, por un lado son los ciclones en primer término aparatos clasificadores en los que la acción clasificadora es de importancia subordinada. Esto significa que al ser tratado el líquido de lavado en el ciclón, la composición granulométrica del

20 agente de carga es desplazada hacia la gama fina. Con ello puede influenciarse en sentido negativo el comportamiento del lavado de sondeo, sobre todo con respecto a la viscosidad. Por otra parte es evacuada en la salida inferior del ciclón la parte más basta del polvo de perforación, al mis-

25

30

405666



1 mo tiempo que el agente de carga. El material extraído de
este modo de la circulación tiene, según la relación entre
el agente de carga y el polvo de perforación, un peso espe-
cífico considerablemente menor que el agente de carga primi-
5 tivo. Con ello se dificulta la utilización renovada de este
material, resultando incluso imposible en determinadas cir-
cunstancias.

10 El empleo en lavados de sondeo del agente de carga ob-
tenido conforme al invento a base de óxido de hierro, ofre-
ce la posibilidad de reducir el peso específico de un lava-
do de sondeo empleando para ello un separador magnético de
alta intensidad. Si se desea reducir un determinado peso
específico ajustado, se puede conseguir ésto conduciendo
15 todo el lavado de sondeo en circulación, o parte del mismo,
a través de un separador magnético de alta intensidad, que
únicamente extrae del baño de lavado el agente de carga en
sí, de manera selectiva y sin influir en la composición
granulométrica. Se evitan con ello todos los inconvenientes
del tratamiento en un ciclón. El empleo de un separador mag-
nético de alta intensidad puede preverse aparte de para és-
20 to, también para una regeneración continua del lavado de
sondeo.

Ejemplo 1

25 Una pirita de flotación, con contenidos de cobre, ni-
quel, plomo y cinc, fué calcinada en una capa fluidizada.
5 kg del residuo oxidico producido en la calcinación, que
se encuentra a una temperatura de 550° C, fueron vertidos
inmediatamente en 10 l de agua, siendo enfriados repentina-
mente hasta aproximadamente 70° C. La suspensión se agita
30 durante 30 minutos, a continuación se deshidrata mediante



405666

1 centrifugación o filtración, y se lava con 15 l de agua ca-
liente. La torta de filtración lavada se suspende en 4 l de
5 agua, agregándose a esta suspensión 30 g de hidróxido de
bario. Esta suspensión se muele en un molino de bolas, el
producto molido se filtra, se lava y se seca, y se clasifi-
conforme a la finura de grano siguiente:

30 hasta 75 μ	54 %
20 " 30 μ	11 %
10 " 20 μ	13 %
" 10 μ	23 %

10 Los valores del análisis y datos técnicos de aplica-
ción pueden verse en la Tabla I. De ellos se desprende que
el agente de carga mantiene constante su valor pH neutro a
lo largo de un prolongado lapso de tiempo.

15 Una calcinación de la pirita en hornos de platos múlti-
ples o de tubo giratorio proporciona los mismos resultados.

Ejemplo 2

20 Pirita de partícula fina con contenido de cinc y plo-
mo, y sulfato férrico se mezclan a partes iguales y se cal-
cinan y siguen tratando conforme al método de trabajo del
ejemplo 1. Los valores han sido reseñados en la tabla I.

Ejemplo 3

25 Se emplea una pirita de flotación como la del ejemplo
1 y se prepara conforme al método de trabajo del ejemplo 1,
a diferencia exclusivamente de que el residuo de la calci-
nación se deja enfriar lentamente al aire hasta temperatura
ambiente. Los resultados han sido reseñados en la tabla I.
Resultados desfavorables similares se obtienen cuando el
producto caliente de la calcinación de mezclas de pirita y
30 sulfato férrico no se somete al tratamiento del enfriamien-



405666

1

to repentino.

5

Una comparación de los valores de los ejemplos demuestra que el efecto del enfriamiento repentino repercute favorablemente en especial sobre la viscosidad de los agentes de lavado para sondeos.

Ejemplo 4

10

Se prepararon piritas, mediante flotación, hasta conseguirse los contenidos siguientes de plomo, cinc, cobre y níquel:

Pirita 1: con 0,51 % de Zn y 0,38 % de Pb

Pirita 2: con 1,20 % de Zn

Pirita 3: con 0,3 % de Pb

Pirita 5: con 0,12 % de Cu y 0,08 % de Ni

Pirita 6: con 0,25 % de Cu

15

Pirita 7: con 0,08 % de Ni.

La pirita 4 fué convertida en pirita natural agregándola blenda de cinc y galena, hasta que contuvo 0,38 % de Zn y 0,42 % de Pb.

20

La pirita 8 fué convertida en pirita natural agregándola pirita de cobre y pirita de níquel, hasta que contuvo 0,20 % de Cu y 0,25 % de Ni. Las piritas fueron calcinadas en cada caso en una capa fluidizada, hasta obtenerse residuos de calcinación de las composiciones indicadas en las tablas II y III. 2 kg en cada caso de estos residuos fueron molidos en un molino de bolas, clasificándose conforme a la composición granulométrica siguiente:

25

30 hasta 75 μ	54 %
20 " 30 μ	12 %
10 " 20 μ	13 %
0 " 10 μ	21 % .

30

405666



1 El residuo de las piritas calcinadas, una vez clasifi-
cado, fué suspendido seguidamente en agua hasta una concen-
tración de 500 g de sólido/litro. Agitando se mantuvo la
suspensión durante algún tiempo a 70° C, se filtró y se la-
5 vó. La torta de filtración así obtenida fué dispersada en
agua hasta una concentración de 500 g/litro, y se calentó a
70° C. Agitando se agregaron a esta suspensión 20 g de hi-
dróxido de bario, dejándose que actuasen durante algún tiem-
po. La suspensión fué filtrada a continuación y se secó. El
10 material posee la composición indicada en las tablas II y
III. En las tablas IV y V han sido recopilados los datos
técnicos de aplicación. Se comprobó que con residuos de pi-
ritas calcinadas con contenidos inferiores a 2 % de plomo,
cinc, cobre y/o níquel se obtienen datos equivalentes sobre
15 técnicas de aplicación.

El procedimiento de calcinación de la pirita no tiene
influencia digna de mención sobre las propiedades del agen-
te de carga, obteniéndose resultados sustancialmente con-
cordantes cuando la calcinación se lleva a cabo en un horno
20 de tubo giratorio o en un horno de platos múltiples.

Ejemplo 5

En este ejemplo se pusieron piritas a los contenidos
siguientes de plomo, cinc, cobre y níquel:

- 25 Pirita 9: con 2,1 % de Zn y 1,8 % de Pb
Pirita 10: con 5,2 % de Zn
Pirita 11: con 1,5 % de Cu y 1,2 % de Ni
Pirita 12: con 4,1 % de Cu.

Las piritas fueron calcinadas y preparadas conforme al
ejemplo 4. En las tablas II y III se han recopilado los va-
lores de los análisis, así como en las tablas IV y V los
30

405666



1 datos técnicos de aplicación. Se ha comprobado que los da-
tos técnicos de aplicación de las piritas 9 y 10 calcinadas
y preparadas, así como de las piritas 11 y 12, son iguales
entre sí, pero insignificamente inferiores con respecto
5 a los del ejemplo 4.

Ejemplo 6

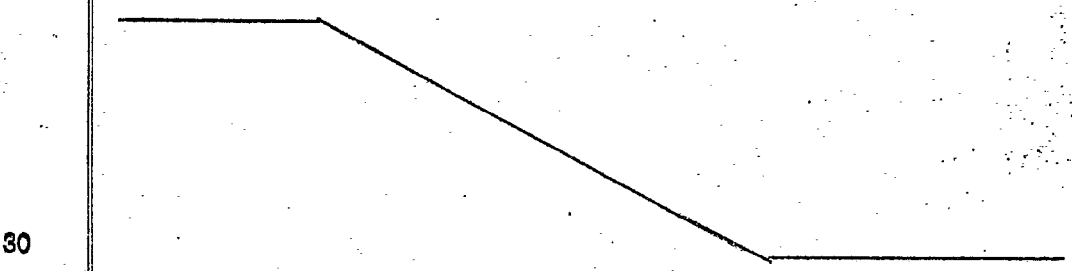
Piritas con los contenidos siguientes de cinc, plomo,
cobre y níquel, fueron calcinadas y preparadas conforme al
ejemplo 4:

- 10 Pirita 13: con 6,3 % de Zn y 1,8 % de Pb
- Pirita 14: con 8,4 % de Zn
- Pirita 15: con 5,8 % de Cu y 3,9 % de Ni
- Pirita 16: con 7,4 % de Ni.

Los valores de los análisis pueden verse en las tablas
15 II y III, y los datos técnicos de aplicación, en las tablas
IV y V. Los datos técnicos de aplicación ya no son tan fa-
vorables frente a los de los ejemplos 4 y 5, pero presentan
valores superiores en comparación con los del ejemplo 7.

Ejemplo 7

20 La barita del comercio (peso específico: 4,21) emplea-
da en este ejemplo como sustancia comparativa, y tal como
se utiliza generalmente para líquidos de lavado en sondeos
profundos en calidad de agente de carga, presenta en total
datos técnicos de aplicación peores que el agente de carga
25 obtenido de acuerdo con el invento.



30



8 AGO. 1972

405666

405666

TABLA I

EJEMPLO 1 EJEMPLO 2 EJEMPLO 3

Composición del producto final.

% de Fe	61,0	75,0	61,0
% de SiO ₂	6,0	4,0	6,0
% de Al ₂ O ₃	2,0	0,6	2,0
% de S gesant	0,7	0,6	0,7
% de Cu, Ni	0,64	-	0,64
% Pb, Zn	0,83	1,21	0,83
pH medio inmediatamente después de la obtención.	7	7	7
pH medio al cabo de 3 meses	7	7	6
pH medio al cabo de 6 meses	7	7	5
pH medio al cabo de 9 meses	7	7	4
Peso específico	4,79	4,78	4,79

Datos técnicos de aplicación (empleando un agente de carga almacenado durante 9 meses)

Lavado con un peso específico de 1,6			
Viscosidad aparente en cP	26	28	55
Espesor del gel al cabo de 10 min.	14	19	43
Tixotropía	5	5	36
Dispersabilidad (tiempo hasta alcanzar un peso específico uniforme en el lavado, en minutos)	15	14	12

NOTA.- Determinación de la viscosidad conforme a las líneas directrices de la Junta organizadora de

la "WEG", Hannover, Junio 1.968.

Determinación del pH conforme a DIN 53.200

- 8 AGO. 1972

405666

TABLA I

EJEMPLO 1

1
5
10
15
20
25
30

Composición del producto final

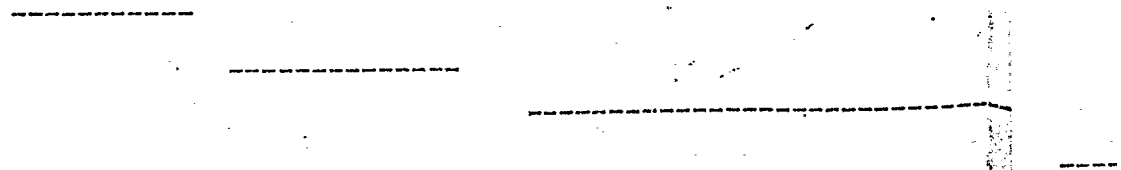
% de Fe	61,0
% de SiO ₂	6,0
% de Al ₂ O ₃	2,0
% de S gesamt	0,7
% de Cu, Ni	0,64
% Pb, Zn	0,83
pH medio inmediatamente después de la obtención.	7
pH medio al cabo de 3 meses	7
pH medio al cabo de 6 meses	7
pH medio al cabo de 9 meses	7
Peso específico	4,79

Datos técnicos de aplicación (empleando un agente de carga almacenado)

Lavado con un peso específico de 1,6	
Viscosidad aparente en cP	26
Espesor del gel al cabo de 10 min.	14
Tixotropia	5
Dispersabilidad (tiempo hasta alcanzar un peso específico uniforme en el lavado, en minutos)	15

NOTA.- Determinación de la viscosidad conforme a las líneas directas de la "WEG", Hannover, Junio 1.968.

Determinación del pH conforme a DIN 53.200



- 8 AGO. 1972

666



405666

TARLA I

EJEMPLO 1

EJEMPLO 2

EJEMPLO 3

	61,0	75,0	61,0
	6,0	4,0	6,0
	2,0	0,6	2,0
	0,7	0,6	0,7
	0,64	-	0,64
	0,83	1,21	0,83
la obtención.	7	7	7
	7	7	6
	7	7	5
	7	7	4
	4,79	4,78	4,79

ando un agente de carga almacenado durante 9 meses)

.,6			
	26	28	55
	14	19	43
	5	5	36
anzar un peso en minutos)	15	14	12

idad conforme a las líneas directrices de la junta organizadora de 1.968.

orme a DIN 53.200



405666

- 20 -

405666

PARTE II

EjemPlo 4
Pirita No

1 - 2 - 3 - 4 - 4 - 4

Análisis del producto final
calcinado y tratado:

% de Fe	59,61	59,51	59,78	59,43
% de S	1,44	1,51	0,98	1,52
% de SiO ₂	5,76	5,87	4,98	5,85
% de Al ₂ O ₃	2,44	2,45	2,13	2,55
% de Zn	0,51	1,20	-	0,38
% de Pb	0,38	-	0,30	0,42

Parte hidrosoluble

antes del tratamiento	1,68	2,10	0,90	1,96
después del tratamiento	0,07	0,08	0,06	0,06

Valor pH

antes del tratamiento	4	3	4	3
después del tratamiento	7	7	7	7

Peso específico

	4,80	4,73	4,83	4,78
--	------	------	------	------

EjemPlo 5

- 9 - 10

EjemPlo 6

- 13 - 14

	57,88	56,12
	1,62	1,85
	5,91	5,81
	2,58	2,60
	2,10	5,20
	1,80	-

	3,20	4,20
	0,09	0,10

	3	3
	7	7

4,77 4,72

5

10

15

20

25

30

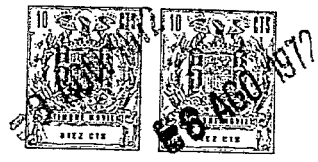
405666

TABLA II

1
5
10
15
20
25
30

		EJEMPLO 4				EJ.
		PIRITA No				
		1	- 2	- 3	- 4	- 9
Análisis del producto final						
calcinado y tratado:						
	% de Fe	59,61	59,51	59,78	59,43	57,88
	% de S	1,44	1,51	0,98	1,52	1,62
	% de SiO ₂	5,76	5,87	4,98	5,85	5,91
	% de Al ₂ O ₃	2,44	2,45	2,13	2,58	2,58
	% de Zn	0,51	1,20	-	0,38	2,10
	% de Pb	0,38	-	0,30	0,42	1,80
Parte hidrosoluble						
	antes del tratamiento	1,68	2,10	0,90	1,90	3,2
	después del tratamiento	0,07	0,08	0,06	0,08	0,09
Valor pH						
	antes del tratamiento	4	3	4	3	3
	después del tratamiento	7	7	7	7	7
	Peso específico	4,80	4,73	4,83	4,78	4,77

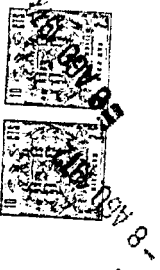
405608



5666

TABLA II

<u>EJEMPLO 4</u>			<u>EJEMPLO 5</u>		<u>EJEMPLO 6</u>	
PIRITA No						
- 2	- 3	- 4	- 9	- 10	- 13	- 14
59,51	59,78	59,43	57,88	56,12	52,18	51,89
1,51	0,98	1,52	1,62	1,85	1,88	1,95
5,87	4,98	5,85	5,91	5,81	5,76	5,99
2,45	2,13	2,55	2,58	2,60	2,50	2,61
1,20	-	0,31	2,10	5,20	6,30	8,40
-	0,30	0,41	1,80	-	1,80	-
2,10	0,90	1,90	3,20	4,20	4,35	4,40
0,08	0,06	0,08	0,09	0,10	0,10	0,11
3	4	3	3	3	3	3
7	7	7	7	7	7	7
4,73	4,83	4,78	4,77	4,72	4,75	4,70



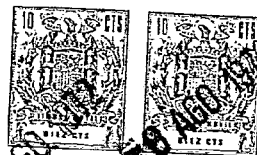
405666

TABLA III

		EJEMPLO 4			EJEMPLO 5			EJEMPLO 6		
		PIRITA No								
		5	- 6	- 7	- 8	- 11	- 12	- 15	- 16	
Análisis del producto final										
calcinado y tratado:										
	% de Fe	59,56	59,03	58,89	59,10	57,13	55,92	50,06	52,14	
	% de S	1,43	1,67	1,38	1,56	1,62	1,86	1,96	1,79	
	% de SiO ₂	5,89	5,04	6,12	5,74	5,67	5,10	5,14	5,38	
	% de Al ₂ O ₃	2,43	2,13	2,64	2,33	2,30	2,08	2,07	2,22	
	% de Cu	0,12	0,25	-	0,20	1,50	4,10	5,80	-	
	% de Ni	0,08	-	0,08	0,25	1,20	-	3,90	7,40	
Parte hidrosoluble										
	antes del tratamiento	2,01	3,40	3,50	2,90	3,40	3,90	4,10	2,80	
	Despues del tratamiento	0,10	0,09	0,11	0,03	0,03	0,07	0,08	0,10	
Valor pH										
	antes del tratamiento	4	3	3	3	4	3	3	3	
	despues del tratamiento	7	7	7	7	7	7	7	7	
	Peso específico	4,79	4,78	4,76	4,79	4,83	4,85	4,92	4,92	

666

405666



8 A50 10 A50

TABLA III

<u>EJEMPLO 4</u>			<u>EJEMPLO 5</u>		<u>EJEMPLO 6</u>		
PIRITA No							
- 6	- 7	- 8	- 11	- 12	- 15	- 16	
5	59,03	58,89	59,10	57,13	55,92	50,06	52,14
5	1,67	1,38	1,56	1,62	1,86	1,96	1,79
7	5,04	6,12	5,74	5,67	5,10	5,14	5,38
5	2,13	2,64	2,38	2,30	2,08	2,07	2,22
2	0,25	-	0,20	1,50	4,10	5,80	-
3	-	0,08	0,25	1,20	-	3,90	7,40
4	3,40	3,50	2,90	3,40	3,90	4,10	2,80
2	0,09	0,11	0,08	0,09	0,07	0,08	0,10
	3	3	3	4	3	3	3
	7	7	7	7	7	7	7
3	4,78	4,76	4,79	4,83	4,85	4,92	4,92

405666

405666



TABLA IV

Datos técnicos de aplicación EJEMPLO 4 EJEMPLO 5 EJEMPLO 6 EJEMPLO 7
(Pirita con contenido de Pb y Zn) (Barita del Comercio)

Abrasión (mg)	4	9	29	48
Lavado con un peso específico de 1,6				
Viscosidad aparente (cP)	29	38	43	35
Espesor del gel al cabo de 10 minutos.	19	29	33	38
Tixotropía	10	9	10	23
Lavado con un peso específico de 2,3				
Viscosidad aparente (cP)	58	63	78	81
Espesor del gel al cabo de 10 minutos.	38	43	52	63
Tixotropía	19	20	26	38
Dispersabilidad				
Tiempo hasta alcanzarse un peso específico uniforme en el lavado, en minutos.	9	13	17	25

NOTA.- La viscosidad fué determinada según las "Richtlinien d. Arbeitsausschusses im Wirtschaftsverband Erdölgewinnung", Hannover, Junio 1.968.

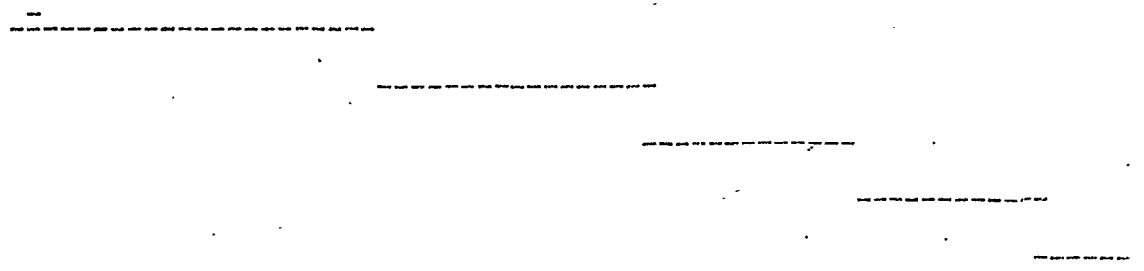
405666

TABLA IV

Datos técnicos de aplicación (Pirita con contenido de Pb y Zn)	EJEMPLO 4	EJEMPLO 5	E
---	-----------	-----------	---

Abrasión (mg)	4	9	
Lavado con un peso específico de 1,6			
Viscosidad aparente (cP)	29	38	
Espesor del gel al cabo de 10 minutos.	19	29	
Tixotropia	10	9	
Lavado con un peso específico de 2,3			
Viscosidad aparente (cP)	58	63	
Espesor del gel al cabo de 10 minutos.	38	43	
Tixotropia	19	20	
Dispersabilidad			
Tiempo hasta alcanzarse un peso específico uniforme en el lavado, en minutos.	9	13	

NOTA.- La viscosidad fué determinada según las "Richtlinien d. Arbeitsverband Erdölgewinnung", Hannover, Junio 1.968.



1
5
10
15
20
25
30

405666

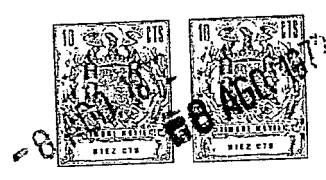


TABLA IV

	<u>EJEMPLO 4</u>	<u>EJEMPLO 5</u>	<u>EJEMPLO 6</u>	<u>EJEMPLO 7</u> (Barita del Comercio)
	4	9	29	48
	29	38	43	35
<u>i</u>	19	29	33	38
	10	9	10	23
	58	63	78	81
<u>ii</u>	38	43	52	63
	19	20	26	38
<u>3 -</u> <u>10,</u>	9	13	17	25

a según las "Richtlinien d. Arbeitsausschusses im Wirtschafts-
nover, Junio 1.968.

405666

MARIA V

405666



Pruebas técnicas de aplicación
(Ejemplar con contenido de Cu y Ni)

EJEMPLO 4 EJEMPLO 2 EJEMPLO 6 EJEMPLO 7

(Barita del Comercio)

Abrasión (mg)	5	11	26	48
Lavado con un peso específico de 1,5				
Viscosidad aparente (cp)	25	29	32	35
Espesor del gel al cabo de 10 minutos.	19	29	38	38
Tixotropía	5	10	19	23
Lavado con un peso específico de 2,5				
Viscosidad aparente (cp)	48	53	66	81
Espesor del gel al cabo de 10 minutos	29	38	43	63
Tixotropía	10	19	29	38
Dispersabilidad				
Tiempo hasta alcanzarse un peso específico uniforme en el lavado, en minutos.	10	12	15	25

NOTA.- La viscosidad fué determinada según las "Richtlinien i. Arbeitsausschusses im Wirtschaftsverband Erdölgewinning", Hannover, Junio 1.963.

405666

TABLA V

1

5

10

15

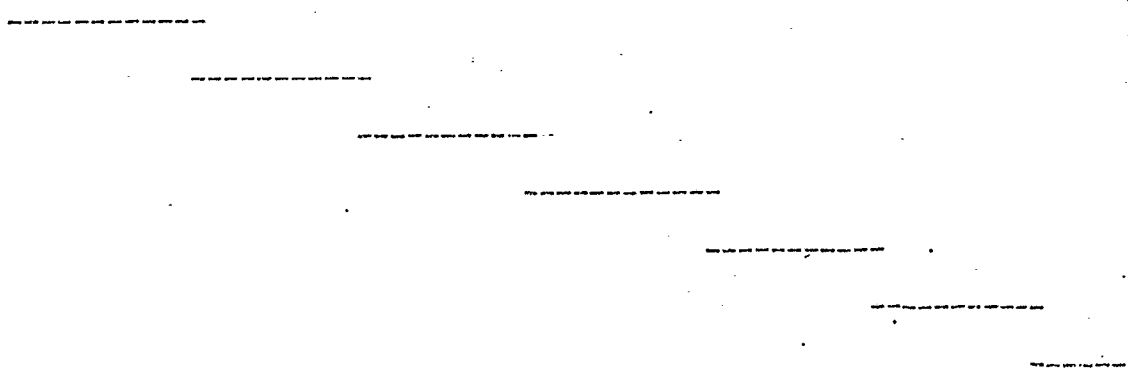
20

25

30

Datos técnicos de aplicación (Pirita con contenido de Cu y Ni)	<u>EJEMPLO 4</u>	<u>EJEMPLO 5</u>
Abrasión (mg)	5	11
Lavado con un peso específico de 1,6		
Viscosidad aparente (cP)	25	29
Espesor del gel al cabo de 10 minutos.	19	29
Tixotropia	5	10
Lavado con un peso específico de 2,3		
Viscosidad aparente (cP)	48	53
Espesor del gel al cabo de 10 minutos	29	38
Tixotropia	10	19
Dispersabilidad		
Tiempo hasta alcanzarse un peso específico uniforme en el lavado, en minutos.	10	12

NOTA.- La viscosidad fué determinada según las "Richtlinien d. Arbe Erdölgewinnung", Hannover, Junio 1.968.



666

405666

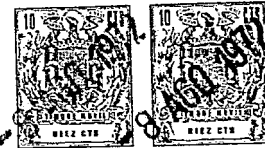


TABLA V

	<u>EJEMPLO 4</u>	<u>EJEMPLO 5</u>	<u>EJEMPLO 6</u>	<u>EJEMPLO 7</u>
ti)				(Barita del Comercio)
	5	11	26	48
le 1,6				
	25	29	32	35
10 mi-				
	19	29	38	38
	5	10	19	23
le 2,3				
	48	58	66	81
10 mi-				
	29	38	43	63
	10	19	29	38
peso específi n minutos.	10	12	15	25

terminada según las "Richtlinien" del Arbeitsausschusses im Wirtschaftsverband
ver, Junio 1.968.

405666



1 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

5 1. Un procedimiento para la obtención de agentes de
de portadores de hierro calcinados con contenido de azufre,
neutralización del material disperso en agua, extracción
mediante lavado de los componentes solubles y secado del ma-
terial, caracterizado porque el material oxidico calcinado
10 se clasifica en una finura de grano inferior a 75μ , no as-
cendiendo la parte de grano inferior a 10μ a más de 50 %,
con preferencia a no más de 30 %.

15 2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación
1, caracterizado porque la clasificación se lleva a cabo
de modo que resulte la composición granulométrica siguiente:

50 - 55 %	30 - 75μ
10 - 15 %	20 - 30μ
10 - 15 %	10 - 20μ
20 - 30 %	hasta 10μ

20 3. Un procedimiento de acuerdo con una o las dos rei-
vindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el material oxídi-
co calcinado, que se encuentra a la temperatura de calcina-
ción, es enfriado repentinamente hasta una temperatura de
por debajo de 100°C , para lo cual se vierte en agua, so-
metiéndose el material inmediatamente después a un proceso
25 de lixiviación y de lavado.

30 4. Un procedimiento de acuerdo con una o varias de
las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado porque el mate-
rial oxidico calcinado es enfriado repentinamente desde
una temperatura de por encima de 350°C , con preferencia de
por encima de 400° y de hasta 600°C .

MM

405666



1 5. Un procedimiento de acuerdo con una o varias de
las reivindicaciones 1 - 4, caracterizado porque el mate-
rial oxidico calcinado se emplea con contenidos de plomo,
5 cinc, cobre y/o niquel, de 0,05 - 10 %, con preferencia de
0,05 - 6 %.

5 6. Un procedimiento de acuerdo con una o varias de
las reivindicaciones 1 - 5, caracterizado porque el mate-
rial oxidico calcinado se emplea con un contenido de 0,05
a 2,0 % de plomo y/o cinc.

10 7. Un procedimiento de acuerdo con una o varias de
las reivindicaciones 1 - 5, caracterizado porque el mate-
rial oxidico calcinado se emplea con un contenido de 0,05
a 2 % de cobre y/o niquel.

15 8. Un procedimiento de acuerdo con una o varias de
las reivindicaciones 1 - 7, caracterizado porque como ma-
terial oxidico calcinado se emplea pirita de flotación cal-
cinada.

20 9. Un procedimiento de acuerdo con una o varias de
las reivindicaciones 1 - 8, caracterizado porque el mate-
rial clasificado se somete a un tratamiento con sustancias
que influyen sobre la superficie del agente de carga.

25 10. Un procedimiento de acuerdo con una o varias de
las reivindicaciones 1 - 8, caracterizado porque el mate-
rial clasificado se somete a un tratamiento con compuestos
de bario hidrosolubles.

11. Se reivindica por último como objeto sobre el que
ha de recaer la patente de invención que se solicita: "UN
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE AGENTES DE CARGA PARA
LAVADOS DE SONDEO".

405666



1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de veintiseis páginas mecanografiadas.

Madrid, 8 Agosto de 1.972

5

BERNARDO UNGRIA

P.P.

10

15

20

25

30