

440.225

13 AGO. 1975

P.- 60.754

Docket SK-344

MEMORIA DESCRIPTIVA

BO3B

Para solicitar PATENTE DE INVENCION en España
por VEINTE años

a nombre de ANGLC-AMERICAN CLAYS CORPORATION

entidad norteamericana

establecida en Kaolin Road, Sandersville, Georgia 31082,
Estados Unidos de América

por: "UN METCDO PARA ABRILLANTAR UNA ARCILLA DE CAOLIN"

5-8-75

- 1 -

Fundamentos de la invención

Esta invención se refiere en general a métodos para el aprovechamiento de caolín y otras arcillas, y más específicamente se refiere a un método para aumentar el brillo de caolines o similares, por medio del empleo conjunto de un campo magnético de alta intensidad.

Las arcillas naturales, incluyendo los caolines, comprenden con frecuencia contaminantes que dan color, en forma de impurezas basadas en hierro y/o titanio. Las cantidades de impurezas basadas en titanio son particularmente importantes en el caso de los caolines sedimentarios de Georgia, en los que estas impurezas están presentes usualmente en forma de anatasa y rutilo contaminados con hierro. Por lo tanto, para refinar la arcilla y llevar las características de brillo del producto resultante a un nivel aceptable para aplicaciones de recubrimiento de papel, se han usado en el pasado varias técnicas para eliminar estas impurezas colorantes. Así, por ejemplo, se han empleado ampliamente hidrosulfitos para convertir al menos parte de las impurezas basadas en hierro (ó "ferruginosas") en formas solubles, que después pueden separarse de la arcilla.

Entre los métodos más eficaces para extraer impurezas titaníferas, incluyendo por ej. la anatasa contaminada con hierro, se encuentran las conocidas técnicas de flotación por espuma. Según estos métodos, se forma una suspensión

o pasta acuosa de la arcilla, el pH de la suspensión se eleva hasta un valor alcalino, por ejemplo por adición de hidróxido de amonio, y se añade un agente colector, por ejemplo ácido oleico. La suspensión se acondiciona después agitando durante un período relativamente prolongado. Se añade un agente espumante, por ejemplo esencia de pino, a la suspensión acondicionada, y después se hace pasar aire a través de la suspensión en una cuba de flotación por espuma, para efectuar la separación de las impurezas.

En los últimos años se ha considerado que podrían emplearse técnicas de separación magnética para separar algunas de las impurezas citadas antes, incluyendo las impurezas titaníferas, así como ciertos materiales ferruginosos. Se ha encontrado que la anatasa, por ejemplo, y algunos otros minerales paramagnéticos, responden a los campos magnéticos de alta intensidad. Así, por ejemplo, en la Patente de los EE.UU. n^o 3.676.337, concedida a Henry H. Kolm, se describe un procedimiento para tratar suspensiones o similares haciéndolas pasar a través de una matriz de lana de acero en presencia de un campo de fondo de al menos 12.000 gauss. Se ha encontrado que este procedimiento es útil para separar los contaminantes antedichos de las suspensiones de caolín. El aparato descrito en la Patente de los EE.UU. n^o 3.627.678, de Marston, es igualmente utilizable para separar las impurezas antes citadas de una suspensión de arcilla. En este último caso, la suspensión

a tratar se hace pasar a través de un receptáculo que incluye una matriz filamentaria de acero inoxidable o similar, al mismo tiempo que se aplica un campo magnético de alta intensidad sobre dicha matriz.

5 Un estudio de la técnica anterior, incluyendo las patentes citadas, demostrará que los investigadores anteriores han considerado por un lado la tecnología de flotación, y por otro el tratamiento de separación magnética, como posibles soluciones alternativas al problema de la separación de impurezas. La explicación de ello parece ser que la flotación por espumación se ha considerado tan eficaz para separar las impurezas titaníferas que se ha creído que no podría obtenerse ninguna ventaja importante usando después la separación magnética, excepto para la separación de materiales ferruginosos, que en cualquier caso pueden separarse por lixiviación normal.

10

15

Resumen de la invención

Ahora, según la presente invención, se ha encontrado inesperadamente que las suspensiones de arcillas, después de haberse sometido a un completo tratamiento de flotación por espuma, pueden mejorarse aún sustancialmente en cuanto a características de brillo una vez lixiviadas, sometiendo la suspensión purificada a un tratamiento posterior en un campo magnético de alta intensidad. Se ha encontrado, como uno de los aspectos del descubrimiento de la presente invención,

20

25

que si el producto en suspensión de la flotación se analiza antes y después del tratamiento magnético, los cambios en el contenido de TiO_2 y Fe_2O_3 son tan pequeños que no explican por completo la mejora de brillo observada. Se supone por lo tanto que el proceso de flotación por espuma, de algún modo que no se comprende completamente, además de separar las impurezas titaníferas, pone a otros contaminantes en una forma que permite que estos contaminantes respondan después al campo magnético de alta intensidad. Este resultado puede deberse, por ejemplo, a las cantidades relativamente altas de energía disipadas durante el procedimiento de acondicionamiento concomitante con la flotación por espuma; o puede deberse a la combinación de la disipación de energía con los agentes químicos empleados en la flotación, tales como los agentes colectores, etc; o bien a otros aspectos del proceso de flotación por espuma. En cualquier caso, y como consecuencia de este tratamiento, parece que ciertas impurezas hasta ahora no sensibles, que posiblemente incluyen mica por ejemplo, pueden eliminarse después de modo efectivo por medio de las técnicas magnéticas antes citadas.

La operación de separación magnética de la presente invención se efectúa preferiblemente haciendo pasar la suspensión acuosa de arcilla a través de una matriz ferromagnética permeable a la suspensión, mientras se aplica a la matriz un campo magnético de alta intensidad. El campo citado

puede generarse por medio de electroimanes u otras fuentes de campos, que al menos parcialmente rodean un receptáculo no magnético en el que está empaquetada la matriz. El material que forma la matriz, como es sabido en la técnica, comprende preferiblemente una lana de acero inoxidable empaquetada, aun
5 que para este fin pueden usarse con eficacia otros materiales filamentosos o en forma de fibras, como también matrices de bolas de acero, tachuelas de acero, u otros materiales ferro magnéticos permeables a la suspensión.

10 La intensidad media de campo mantenida en la matriz durante el procedimiento de separación está en el intervalo general de 7 a 22 kilogauss; y una intensidad de campo preferible durante el procedimiento de separación es de aproximadamente 15 a 20 kilogauss. La suspensión se hace pasar
15 a través de la matriz a un caudal tal que se mantenga en el campo durante al menos 15 segundos, prefiriéndose un tiempo de permanencia desde 1/2 a 2 minutos. También son aceptables tiempos mayores de permanencia, teniendo en cuenta su efecto sobre las velocidades de tratamiento; y puede hacerse bien
20 por medio de un sólo paso o por medio de pasos acumulados a través de la matriz. La suspensión, tal como se hace pasar al separador magnético, comprende típicamente desde aproximadamente 15 a 45% de sólidos, siendo preferible de 15 a 35% de sólidos.

25

Descripción de la realización preferida

Según la presente invención, el caolín u otra arcilla que ha de aumentar en brillo se trata inicialmente por medio de una serie de operaciones que incluyen someter
5 dicha arcilla a un tratamiento de flotación por espuma. En un procedimiento preferido, la arcilla bruta se bate y se acondiciona, por ejemplo, formando una dispersión acuosa alcalina de la arcilla (pH ajustado a aproximadamente 7 a 10 con hidroxido de amonio), dispersión que puede incluir
10 como agente desfloculante una sal soluble en agua de un ácido poliacrílico o un ácido polimetacrílico, que tenga preferiblemente un peso molecular medio en el intervalo de 500 a 10.000; juntamente con silicato de sodio; y ácido oleico u otro agente colector. Cuando se emplean, el poliacrilato y/o
15 las sales polimetacrílicas están presentes, típicamente en aproximadamente 0,25 a 1,5 kg/Tm; pueden obtenerse materiales adecuados de este tipo, por ejemplo, de Allied Colloids, Gran Bretaña, con la marca de fabrica de "Dispex" (por ej. Dispex N-40). El silicato de sodio está presente en un inter
20 valo desde aproximadamente 0,25 a 8 kg/Tm; y el ácido oleico, hasta aproximadamente 6 kg/Tm, y preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 1 a 2 kg/Tm. Las operaciones de batido y acondicionamiento se efectúan preferiblemente al mismo tiempo, con lo que el ácido oleico u otro agente colector
25 similar puede actuar parcialmente como dispersante, permitien

do con ello minimizar la cantidad de silicato de sodio usada, lo que se ha encontrado que es ventajoso, porque cuando el silicato de sodio está presente en exceso actúa como depresor durante la flotación por espuma.

5 Durante las operaciones antes citadas de batido y acondicionamiento, la suspensión puede comprender desde aproximadamente 20 a 70% de sólidos, pero preferiblemente incluye un contenido de sólidos relativamente alto, es decir desde aproximadamente 35 a 60% de sólidos. Preferiblemente,
10 el proceso de acondicionamiento se continúa durante un tiempo suficiente para disipar al menos 27,6 CV-hora de energía por Tm de sólidos, aunque de modo más general la invención es efectiva cuando sólo se disipan 11 CV-hora de energía por Tm de sólidos. La suspensión batida y acondicionada, una vez
15 añadido un agente de espumación, como por ejemplo esencia de pino, se somete a un tratamiento convencional en una cuba de flotación por espuma, es decir, se hace pasar aire a través de la suspensión en dicha cuba para efectuar la separación de impurezas de la arcilla.

20 Con excepción del uso preferido en la presente invención del batido y acondicionamiento simultáneos como se ha dicho hasta ahora, los métodos hasta ahora descritos comprenden, per se, técnicas convencionales de flotación por espuma para purificar arcillas de caolín, particularmente de sus impurezas titaníferas; y a este respecto se describen mas deta-
25

lles del tratamiento de flotación por espuma en numerosas patentes de la técnica anterior, como por ejemplo en las Pa tentes de los EE.UU. 2.990.958; 3.138.550 y 3.450.257.

5 Como se ha dicho hasta ahora, anteriormente se suponía que la tecnología de flotación por espuma era tan eficaz como la separación magnética, o más, para eliminar las impurezas titaníferas. Parecía además que no podía deri varse ninguna ventaja del empleo posterior de una operación de separación magnética, por que las impurezas ferruginosas que era de suponer que se eliminarían después, podían sepa 10 rarse en cualquier caso por lixiviación convencional. No obs tante, según la presente invención, se ha descubierto ines peradamente que el procedimiento de flotación por espuma pue de, por el contrario, tal como se pone en práctica en la in vención, servir como preparación a un tratamiento de separa 15 ción magnética, que posteriormente causa unas mejoras muy im portantes e inesperadas en la arcilla ya refinada sustancial mente. Para demostrar la eficacia de este tratamiento conjun to se describe ahora una serie de Ejemplos, en los que se so meten caolines brutos de Georgia a un tratamiento de flota 20 ción por espuma según la discusión anterior, y que se tratan después por medio de tratamientos convencionales de lixivía ción y deshidratación para establecer niveles de brillo de caolines lixiviados para los ejemplos que siguen. Después se 25 dan resultados comparativos en los que las muestras proceden

tes del procedimiento de flotación por espuma se someten a separación magnética, y después a tratamientos comparables de lixiviación y deshidratación para obtener valores de brillo para su comparación.

5

Ejemplo I

En este ejemplo, un caolín representativo de Georgia blando sedimentario se sometió a la serie antedicha de tratamientos, que culminarán con un tratamiento en una cuba de flotación por espuma. Todos los tratamientos citados se efectuaron en un medio de una instalación industrial, y la cantidad total de energía disipada durante el batido y el acondicionamiento fue al menos de 27,6 CV-hora/Tm de sólidos. Se encontró que el producto purificado (sin lixiviar), tal como salía de la cuba de flotación, mostraba un brillo G.E. de 87,5. En todos los casos de esta Memoria descriptiva ha de entenderse que los valores de brillo se obtienen según la especificación normalizada establecida por el procedimiento TAPPI T-646m-54. Se obtuvieron valores comparables de brillo de material lixiviado centrifugando dicho producto de flotación de la instalación hasta producir una fracción de sustancialmente de menos de 3 micras, y sometiéndola a un tratamiento convencional de lixiviación con hidrosulfito de sodio a un nivel de adición de 4 kg/Tm. El brillo resultante de material lixiviado fue de 90,7. Se midió que el contenido de TiO_2 antes

de la lixiviación era de 0,38%, y el contenido de Fe_2O_3 , de 0,42%.

5 Con fines de comparación posterior, se desviaron muestras de arcilla bruta de la alimentación a la batidora, es decir a la instalación antes citada, y se sometieron al mismo plan de batido, acondicionamiento y flotación por espuma, pero esta vez en un medio de laboratorio en el que los parámetros de tratamiento se pueden regular de modo más preciso. Durante este tratamiento se añadió hidróxido de amonio (calculado como amoniaco al 100%) en una proporción típica de aproximadamente 1,9 kg/Tm de arcilla seca; ácido oleico en concentración de aproximadamente 1,85 kg/Tm, y silicato de sodio en concentración de aproximadamente 1,35 kg/Tm. La energía mecánica total disipada durante el proceso
10 excedía con mucho de 27,7 CV-h/Tm de sólidos. Se encontró que el brillo de una muestra no lixiviada del tratamiento de flotación era de 88,5 en este caso; y se encontró que el brillo de material lixiviado de la arcilla sometida a flotación en el laboratorio (empleando también 4 kg/Tm de hidrosulfito)
15 era de 90,8. El contenido de TiO_2 en este caso era de 0,22%, y el contenido de Fe_2O_3 , de 0,48%. Como un análisis matemático de las técnicas de análisis químico empleadas indicó un error probable en el análisis del TiO_2 de $\pm 0,07\%$, la comparación entre la flotación en el laboratorio y la instalación
20 indica que la metodología de flotación de la instalación está
25

sin duda cumpliendo con su función y eliminando de modo muy eficaz las impurezas titaníferas.

Las muestras salientes de la cuba de flotación de la instalación (nivel de brillo de 87,5) se sometieron después a un tratamiento en un campo magnético de alta intensidad. Las muestras de suspensión así tratadas incluían un 30% de contenido de sólidos (una vez diluídas apropiadamente), y se hicieron pasar a través del separador magnético a un pH de aproximadamente 9,3 y a una temperatura de aproximadamente 30°C. El aparato empleado era del tipo general ilustrado en la patente de EE.UU. de Marston nº 3.627.678 antes citada, y por lo tanto comprendía en líneas generales un receptáculo relleno con una lana de acero inoxidable, a la que unos imanes envolventes aplicaban una intensidad aproximada de campo de 15,5 kilogauss durante el proceso de separación. La lana de acero inoxidable tenía un grado de empaquetamiento del 7,5% lo que significaba que el 7,5% del volumen del receptáculo estaba ocupado efectivamente por el material de la matriz. Durante el tratamiento magnético, el caudal de la suspensión era tal que el tiempo de permanencia en el campo magnético era de aproximadamente 1,2 minutos. Las muestras que salían del separador magnético se floccularon después a un pH de 3, tras lo cual se efectuó una operación convencional de lixiviación por adición de hidrosulfito de sodio, seguida de una deshidratación convencional, etc, para producir

una muestra de ensayo. Los resultados de las operaciones anteriores se exponen en la Tabla I que sigue:

TABLA I

5	Tiempo de alimentación	Brillo del producto	Brillo con lixiviación				TiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %
			1	2 Kg/Tm	3	4		
	4,5	89,8	91,5	91,5	91,7	91,4	0,34	0,38
	9,6	89,4	90,2	91,3	91,1	91,1	0,42	0,48
	18,0	89,0	90,2	90,8	91,2	91,4	0,38	0,36
	27,9	89,2	91,1	91,3	91,3	91,3	0,34	0,37
10	5 pasos de 27 min.	88,7	91,3	91,4	91,4	91,5	0,26	0,38

Todos los brillos especificados en la Tabla I se obtienen según los procedimientos descritos hasta ahora. Los cuatro primeros valores de tiempo de alimentación tabulados indican que, después de hacer funcionar el separador durante el tiempo especificado, una muestra del volumen total que salía del separador magnético (después de un paso) se sometió a un ensayo de brillo. Por ejemplo, en el primer caso, al cabo de un período de 4,5 minutos de tiempo de operación, se tomó una muestra del producto total del separador tal como salía del mismo, y se encontró que tenía un brillo de producto no lixiviado de 89,8. De modo similar, se encontró que estas mismas muestras tenían brillos, una vez lixiviadas, con varios niveles de adición de hidrosulfito de sodio, como los que se indican bajo los niveles de adición de 1, 2, 3 y 4 ki-

logramos por tonelada del agente de lixiviación. Al cabo de 4,5 minutos de funcionamiento, la matriz del separador magnético se lavó bien, y se inició un segundo experimento, que después se continuó durante 9 minutos, tras los cuales se tomaron muestras de nuevo para obtener los datos que van hacia la derecha de la tabla. El descenso general de niveles de brillo al aumentar el tiempo de operación se debe, naturalmente, a la contaminación creciente de la matriz del separador.

Finalmente, se tabula en la última fila de la Tabla I un caso en que la suspensión se hizo pasar sucesivamente cinco veces a través de la matriz, siendo de 27 minutos el tiempo de operación para efectuar cada paso de la totalidad de la muestra.

Se observará en la Tabla I que se obtuvieron aumentos muy importantes en el brillo de las muestras, tanto con lixiviación adicional como sin ella. Se llega a una deducción igualmente importante de los contenidos de TiO_2 y de Fe_2O_3 , que están tabulados a la derecha de la Tabla. (Todos los contenidos de TiO_2 y Fe_2O_3 indicados en las Tablas I a X de esta Memoria se derivan de análisis de las muestras no lixiviadas). Al comparar estos valores con los valores de TiO_2 y Fe_2O_3 dados anteriormente para muestras que se habían sometido a flotación pero no a separación magnética (véase arriba), y al tener en cuenta además el citado error de medida de aproxima-

damente $\pm 0,07\%$ en la determinación del TiO_2 , se demuestra que la mayor parte del TiO_2 contaminante se ha eliminado por medio del procedimiento de flotación anterior, y que ha habido muy poco efecto adicional, tanto sobre el contenido de TiO_2 como de Fe_2O_3 , como resultado de la separación magnética. Estos hechos, tenidos en cuenta en comparación con el aumento muy notable de nivel de brillo, sugieren claramente que las impurezas contaminantes eliminadas durante la separación magnética son distintas de los dos factores tabulados. Es posible, por ejemplo, como se ha sugerido anteriormente, que el elemento sobre el que se está actuando sea la mica, aunque es posible que otros elementos contaminantes adicionales aún no conocidos, que se han hecho tratables gracias al proceso previo de acondicionamiento y flotación por espuma, se eliminen por la separación magnética.

Ejemplo II

En este ejemplo, la muestra de arcilla tomada de la instalación después de la flotación por espuma tenía un brillo de 87,1, y se encontró que una fracción de menos de 3 micras obtenida de la misma por centrifugación, tras la lixiviación (empleando un nivel adicional de lixiviante de 4 kg de hidrosulfito de sodio por Tm) tenía un brillo de 89,6. El contenido de TiO_2 de la muestra no lixiviada era 1,01%, y el de Fe_2O_3 , de 0,72%. Una muestra comparable tomada de la ali-

mentación al aparato de batido y acondicionamiento, y tratada por flotación por espuma en condiciones de laboratorio, tenía un brillo de producto de 87,1. La muestra sometida a flotación en laboratorio, tenía un brillo, lixiviada, de 89,5 a una adición de 1 kg/Tm de hidros. (hidrosulfito de sodio); de 90,1 a una adición de 2 kg/Tm de hidros; de 90,3 a una adición de 3 kg/Tm, y de 90,6 a una adición de 4 kg/Tm. El contenido de TiO_2 de la muestra sometida a flotación en laboratorio era de 0,40%, y el contenido de Fe_2O_3 era 0,70%.

Empleando el mismo estado del imán descrito en relación con el Ejemplo I, y con un contenido de sólidos de la suspensión de entrada de 30% y un pH de 9,5, se obtuvieron los aumentos de brillo indicados en la Tabla II que sigue, en la que en todos los casos los parámetros identificados están de acuerdo con la discusión expuesta en relación con el Ejemplo I. Se observará también en este caso que se había obtenido un aumento muy importante en el brillo del producto, particularmente en comparación con el brillo del producto de la instalación, pero también en comparación con las muestras tratadas en el laboratorio. Este aumento es especialmente evidente a los niveles reducidos de adición de agente de lixiviación. Se observa también que las diferencias en el contenido de TiO_2 y Fe_2O_3 , en comparación con los contenidos de estos contaminantes cuando sólo se aplica una flotación por espuma, son relativamente pequeñas, si se tienen en cuenta

ta los límites de error experimental.

TABLA II

5	Tiempo de alimentación	Brillo del producto	Brillo con lixiviación				TiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %
			1	2 Kg/Tm	3	4		
	4,5	89,7	91,1	91,2	91,2	91,2	0,50	1,0
	9,0	89,9	90,5	91,5	91,5	91,5	0,48	1,1
	18,0	89,7	90,3	90,8	91,1	91,2	0,45	0,99
	27,0	89,7	90,6	91,1	91,1	91,1	0,49	0,98

10

Ejemplo III

En este ejemplo se empleó otra formulación de un caolín bruto blando sedimentario de Georgia. Una muestra tomada directamente de la salida de la instalación de flota
15 ción tenía un brillo de producto de 86,9, y una fracción de menos de 3 micras derivada de la misma y tratada a un nivel adicional de agente de lixiviación de 4 kg/Tm, mostraba un brillo de 90,5. El contenido de TiO₂ de la muestra no lixiviada era 0,50%, y el contenido de Fe₂O₃ era 0,50%.

20

También en este Ejemplo, la muestra comparable tratada en el laboratorio (fracción de menos de 3 micras) te
nía un brillo de producto sin adición de agente lixivante, de 88,2, y cuando se emplearon 4 kg/Tm de hidros tenía un brillo, lixiviada, de 91,7. El contenido de TiO₂ de la mues-
25 tra no lixiviada tratada en el laboratorio era 0,30%, y el

5-8-75

contenido de Fe_2O_3 era 0,67%.

Las muestras de la salida de la instalación de flotación se trataron como en los Ejemplos anteriores, a un contenido de sólidos de 30% y un pH de 9,5. En estas condiciones se obtuvieron los datos indicados en la Tabla III que sigue, siendo la identificación de estos datos según la discusión anterior. También en este caso se observa que se obtienen aumentos muy importantes en los brillos de producto, en comparación, tanto con los procedimientos en la instalación industrial, como con los obtenidos cuando las muestras se tratan por flotación por espuma en condiciones de laboratorio. También en este caso estos aumentos de brillo son particularmente importantes a bajos niveles de adición de lixivante, o cuando no se usa lixivante en absoluto; y también en este caso se observa que el contenido de TiO_2 y de Fe_2O_3 , dentro del límite del error experimental, no se altera de modo importante por tratamiento en el campo magnético, lo que sugiere que las mejoras observadas responden a la eliminación de contaminantes distintos de estas dos fracciones.

TABLA III

Tiempo de alimentación	Brillo del producto	Brillo con lixiviación				TiO_2 %	Fe_2O_3 %
		1	2	3	4		
4,5	89,4	91,0	91,3	91,4	91,4	0,36	0,41

miento de flotación citado, y después se hicieron pasar a
 través del separador magnético. En todos los casos la sepa-
 ración magnética se efectuó en una matriz de lana de acero
 y a una intensidad media de campo de aproximadamente 15,5
 5 kilogauss; y la suspensión se hizo pasar a través del se-
 parador a una dilución de aproximadamente 15-30% de sólidos,
 ajustándose el pH a aproximadamente 9,5 por medio de hidróxi-
 do de amonio. En todos los casos de las Tablas de los Ejem-
 plos, los brillos se determinaron según el procedimiento an-
 10 tes descrito, y para varios niveles de adición de lixivante
 comprendidos entre 0 y 4 kg/Tm de hidrosulfito de sodio.

Ejemplo IV

15 En este ejemplo, las muestras de arcilla bruta
 empleadas tenían un brillo medido de 83,5, un contenido de
 TiO₂ de 1,30%, y un contenido de Fe₂O₃ de 0,20%. Los datos
 de brillo, obtenidos según la discusión del párrafo anterior,
 se dan en la Tabla IV que sigue:

TABLA IV

Ensayo	Producto	Adición de hidros				TiO ₂ ,%	Fe ₂ O ₃ ,%
		1	2	3	4		
Batido y un							
paso por se							
paración mag							
	86,9	88,4	88,9	88,9	89,0	0,65	0,15

25

TABLA IV (Continuación)

Ensayo	Producto	1	2	3	4	TiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %	
		Adición de hidros kg/Tm						
5	Sometidas sólo a flotación de laboratorio	85,1	36,7	88,5	88,5	88,7	0,65	0,25
10	Sometidas a flotación en laboratorio y un paso por separación magnética	90,0	90,7	90,9	90,9	90,8	0,70	0,23

Ejemplo V

Las muestras de arcilla empleadas en este caso tenían un brillo en bruto de 84,6. Se evaluó que el contenido de TiO₂ de la arcilla cruda era de 1,47% y el contenido de Fe₂O₃, de 0,23%. Para estas muestras se obtuvieron los datos que se indican en la Tabla V.

TABLA V

Ensayo	Producto	1	2	3	4	TiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %	
		Adición de hidros kg/Tm						
20	Batido y un paso por separación magnética	87,3	90,8	90,5	90,5	90,5	0,92	0,17

25

5-8-75

TABLA V (Continuación)

Ensayo	Producto	Adición de hidros, kg/Tm				TiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %
		1	2	3	4		
5	Sometidas sólo a flotación de laboratorio	87,8	90,4	91,2	91,4	91,4	0,65 0,17
10	Sometidas a flotación de laboratorio y un paso por separación magnética	89,5	91,0	92,1	92,3	91,9	0,52 0,09

Ejemplo VI

En este caso las muestras de arcilla cruda mostraban un brillo de 82,2, el contenido de TiO₂ era de 1,34%, y el contenido de Fe₂O₃ de 1,09%. Los datos obtenidos al someter a ensayo estos materiales crudos según los procedimientos anteriores se indican en la Tabla VI que sigue.

TABLA VI

Ensayo	Producto	Adición de hidros, kg/Tm				TiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %
		1	2	3	4		
20	Batido y un paso por separación magnética	84,7	87,2	89,1	89,1	89,1	0,90 0,97
25	Flotación de laboratorio solamente	86,3	88,9	89,8	90,4	91,5	0,16 1,08

TABLA VI (Continuación)

Ensayo	Producto	Adición de hidros, kg/Tm				TiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %
		1	2	3	4		
5 Flotación de la boratorio y un paso por separa- ción magnética	91,3	92,5	92,5	92,5	92,6	0,10	0,82

Ejemplo VII

10 El nuevo grupo de muestras empleado en este ensa-
yo tenía un brillo en crudo de 79,9, un contenido de TiO₂ de
1,47%, y un contenido de Fe₂O₃ de 0,40%. Los datos correspon-
dientes obtenidos por ensayo de estas muestras se indican en
15 la Tabla VII que sigue.

TABLA VII

Ensayo	Producto	Adición de hidros kg/Tm				TiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %
		1	2	3	4		
20 Batido y un paso por separación magnética	83,1	85,3	88,0	88,1	88,2	0,89	0,35
Flotación de labo- ratorio solamente	83,0	83,7	85,6	86,8	88,8	0,37	0,38
Flotación de labo- ratorio y un paso por separación magnéti- ca	88,1	88,9	89,8	90,3	91,3	0,37	0,30

Ejemplo VIII

En este ejemplo, las muestras empleadas tenían un brillo en crudo de 82,1. El contenido de TiO_2 era de 1,27%, y el contenido de Fe_2O_3 , de 1,13%. Los datos correspondientes
5 obtenidos en el ensayo de estas muestras según los procedimientos anteriores se indican a continuación en la Tabla VIII.

Tabla VIII

Ensayo	Producto	1	2	3	4	TiO_2 %	Fe_2O_3 %	
		Adición de hidros kg/Tm						
10	Batido y un paso por separación magnética	35,1	87,0	87,1	87,1	0,81	1,06	
15	Flotación de la- boratorio sola- mente	86,0	88,3	89,4	89,9	90,4	0,30	1,13
	Flotación de la- boratorio y un paso por separación magnética	89,4	90,5	90,5	90,5	90,5	0,30	0,78

Ejemplo IX

En este caso el procedimiento de la presente in-
20 vención se puso en práctica empleando como muestras de arcilla el producto "Alphaplate" de la corporación cesionaria. El producto indicado es un caolín de Georgia deslaminado de tamaño de partícula relativamente grueso. Las muestras empleadas
25 en los ensayos procedían de la instalación industrial, y se

tomaron después de la operación de deslaminación, pero antes de la lixiviación. Dichas muestras, de acuerdo con el modo usual de producción del producto "Alphaplate", se habían so-
metido ya a un proceso de flotación por espuma convencional,
5 es decir antes de la deslaminación. El contenido de sólidos de la suspensión entrante en el separador magnético era, en este caso, de 40%, y el pH era de 8,0. El caudal era tal que permitía un tiempo de permanencia en el separador magnético de aproximadamente 1,2 minutos, siendo la intensidad media
10 del campo de aproximadamente 15 kilogauss. En la Tabla IX que sigue se indican los brillos comparativos obtenidos con los tres grupos de experimentos, en los que en cada caso aparecen datos comparativos con y sin uso de la operación de separación magnética. Las ventajas obtenidas con dicha opera-
15 ción subsiguiente son evidentes. Puede observarse de nuevo que, aunque la separación magnética sí causa una reducción en el contenido de TiO_2 , en general el cambio de contenido de TiO_2 y Fe_2O_3 como consecuencia de la separación magnética (en comparación con el TiO_2 y el Fe_2O_3 en las muestras que
20 se habían lixiviado, pero no sometido a separación magnética) es tan pequeño que no explica los aumentos relativamente grandes de brillos.

TABLA IX

Ensayo	Producto	1	2	3	4	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	
		Adición de hidros, kg/Tm				%	%	
5	Producto de la instalación sólo	85,0	89,1	89,4	89,5	89,9	0,20	0,42
	Id. Id. y separación magnética	89,6	91,8	91,8	91,8	91,8	0,12	0,42
10	Producto de la instalación sólo	85,7	89,3	89,8	89,9	90,1	0,25	0,48
	Id. Id. y separación magnética	89,5	91,6	91,7	91,7	91,7	0,18	0,40
15	Producto de la instalación sólo	85,0	89,5	89,6	89,7	89,9	0,30	0,47
	Id. Id. y separación magnética	89,0	91,5	91,5	91,5	91,5	0,22	0,38

20

Ejemplo X

En este ejemplo se evalúan los efectos de varios factores en el procedimiento de la presente invención. En particular, se exponen en la Tabla X los resultados de tratar muestras de caolines sedimentarios blandos de Georgia, que en todos los casos tenían un contenido inicial de TiO₂ de 1,57% y

25

un contenido de Fe_2O_3 de 0,75%. En los ensayos efectuados se considera la fracción de 3 micras de estos materiales.

Se observará que en la Tabla se indican primero datos a varios niveles de adición de lixivante para muestras que (a) se han sometido a flotación en laboratorio, y (b) se han sometido a flotación en laboratorio y después a separación magnética. En todos los casos la separación magnética se efectúa diluyendo las muestras obtenidas de la flotación hasta 20% de sólidos, y efectuando después la separación con un tiempo de permanencia de aproximadamente 1,2 minutos, en un campo magnético medio de 15,5 kilogauss. El pH estaba entre 9,2 y 9,5, y la temperatura era aproximadamente 30°C durante la separación magnética. Se observa la mejora muy notable cuando la flotación de laboratorio va seguida de separación magnética, según los Ejemplos y la discusión anteriores. El procedimiento de flotación de laboratorio empleado para obtener los datos está de acuerdo con la discusión expuesta en el Ejemplo III.

En los ensayos de la parte (c), Tabla X, las muestras empleadas se sometieron a condiciones destinadas a simular el proceso normal de flotación que comprende el batido, acondicionamiento, dilución y flotación, excepto en que no se añadió ácido oleico (agente colector). Es decir, que aunque no se añadió ningún colector, la aportación de energía (y demás condiciones) eran idénticas a lo que se evaluó de

una muestra con flotación. Después se efectuó una separación magnética en esta serie de ensayos, como se ha explicado en relación con los ensayos (b). Los datos obtenidos en este caso, que indican una disminución considerable en la mejora de brillo cuando se omite el agente colector, sugieren claramente que la aportación de energía durante la flotación no es el único factor que interviene en los resultados inesperados obtenidos con la presente invención. Se deduce más bien de estos datos que la totalidad del proceso de flotación, que depende en cierto modo tanto de las condiciones físicas como las químicas de flotación, forma nuevos elementos extraíbles por medio del proceso de separación magnética.

Para mejor comparación, se indican en la Tabla X, en (d) y en (e), los resultados obtenidos cuando las mismas muestras, ya tratadas de otro modo para obtener los datos de las tablas, se baten a 60% de sólidos, y después (tras dilución hasta 20% de sólidos), se someten a una operación de separación magnética según las condiciones antes descritas; y cuando el batido se efectúa a 20% de sólidos y la suspensión resultante se somete a una operación de separación magnética. La comparación de los resultados (d) y (e) con los resultados (c) revela que el batido, juntamente con la separación magnética, da aumentos de brillo no mucho menores que los logrados si la flotación se simula sin agente colector. Esto su-

gicre un mayor apoyo a la hipótesis de que es el proceso total de flotación, es decir una combinación de disipación de energía y otras operaciones en presencia de agente colector, el que es influyente en la presente invención.

5

TABLA X

Producto	1	2	3	4	TiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %
	Adición de hidros Kg/Tm					
10 (a) Sólo flotación de laboratorio	87,7	89,7	90,8	90,6	90,8	0,29 0,53
(b) Flotac.labor. + Separ. Magn.	89,5	91,0	91,6	91,7	91,7	0,27 0,48
15 (c) Flot.lab,sin ag. colector + Sep. Magn.	87,5	88,4	89,1	89,4	89,4	0,89 0,55
(d) Batido a 60% de sólidos seguido de Separac. magn	87,0	88,9	89,4	89,5	89,5	0,86 0,47
(e) Batido a 20% de sólidos seguido de Sep. Magn.	86,9	89,5	89,6	89,6	89,6	0,89 0,53

20

Aunque la presente invención se ha descrito particularmente en términos de una realización específica de la misma, ha de entenderse, dada la presente descripción, que los expertos en la técnica pueden hacer numerosas variaciones en la invención, variaciones comprendidas aún dentro

25

del alcance de la presente enseñanza. Por consiguiente, la invención ha de considerarse en sentido amplio, y limitada solo por el alcance y espíritu de las reivindicaciones anexas.

5 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 8 de Octubre de 1974, bajo el Nº 513.154, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

15 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las Reivindicaciones siguientes:

20 1ª.- Un método para abrillantar una arcilla de caolín, que comprende formar una dispersión acuosa de dicha arcilla, y batir y acondicionar dicha dispersión para disipar al menos 11 CV-hora de energía por Tm de sólidos, someter la suspensión batida y acondicionada resultante a un tratamiento de flotación por espuma para separar las impurezas titaníferas, y someter el producto de dicho tratamiento de
25 flotación por espuma a separación magnética, haciendo pasar

dicho producto a través de una matriz ferromagnética permeable a la suspensión situada en un campo magnético de alta intensidad.

5 2ª.- Un método según la reivindicación 1ª, que incluye además las operaciones de flocular la suspensión de dicha separación magnética, lixiviar dicha suspensión floculada y lavar el producto de arcilla dejándolo exento de agentes de lixiviación residuales y productos de reacción.

10 3ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que dicha separación magnética se efectúa mientras se mantiene una intensidad media del campo magnético entre 7 y 22 kilogauss.

15 4ª.- Un método según la reivindicación 3ª, en el que dicho campo se mantiene en aproximadamente 15 a 20 kilogauss.

5ª.- Un método según la reivindicación 3ª, en el que dichas operaciones de batido y acondicionamiento se efectúan mientras dicha suspensión comprende de aproximadamente 35 a 60% de contenido de sólidos.

20 6ª.- Un método según la reivindicación 5ª, en el que dichas operaciones de batido y acondicionamiento se efectúan simultáneamente.

25 7ª.- Un método según la reivindicación 6ª, en el que dicha operación de batido y acondicionamiento se efectúa agitando dicha dispersión en condiciones alcalinas en

presencia de al menos ácido oleico como agente colector, y de silicato de sodio como dispersante.

5 8ª.- Un método según la reivindicación 7ª, en el que dicho ácido oleico está presente en concentraciones desde aproximadamente 1 a 2 kg/Tm, y dicho silicato de sodio está presente en cantidades desde aproximadamente 0,25 a 8 kg/Tm de arcilla.

10 9ª.- Un método según la reivindicación 8ª, en el que hay presentes en dicha suspensión, durante dicha operación de batido y acondicionamiento, desde aproximadamente 0,25 a 1,5 kg/Tm de una sal soluble en agua de un ácido poliacrílico o polimetacrílico.

15 10ª.- Un método según la reivindicación 4ª, en el que dicha operación de separación magnética se efectúa haciendo pasar dicha suspensión acuosa a través de una matriz filamentaria mantenida en dicho campo magnético.

20 11ª.- Un método según la reivindicación 10ª, en el que dicha matriz comprende una lana de acero, y en el que la suspensión se hace pasar a un caudal tal que el tiempo de permanencia en dicho campo es de al menos 15 segundos.

12ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que al menos se disipan 27,6 CV-hora de energía por tonelada de sólidos durante dichas operaciones de batido y acondi-

25 13ª.- Un método según la reivindicación 12ª, en

el que al menos dicha operación de acondicionamiento se realiza en presencia de ácido oleico como agente colector.

14ª.- Un método según la reivindicación 13ª, en el que dicho ácido oleico está presente en concentraciones desde aproximadamente 1 a 2 kg/Tm de sólidos.

15ª.- UN METODO PARA ABRILLANTAR UNA ARCILLA DE CAOLIN.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta memoria consta de treinta y tres hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P. A.

13 AGO. 1975

Alberto
For
