



19	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	444.09		
		22	FECHA DE PRESENTACION		



PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO		1-10-75		EE.UU.
	618.347				

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	52	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			BOLD		

54 TITULO DE LA INVENCION

"UN METODO PARA SEPARAR MAGNETICAMENTE CONTAMINANTES QUE HACEN VARIAR EL COLOR, POCO SUSCEPTIBLES DE SER ATRAIDOS MAGNETICAMENTE, DESDE UNA ARCILLA"

71 SOLICITANTE (S)

ANGLO-AMERICAN CLAYS CORPORATION

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

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

72 INVENTOR (ES)

Alan J. Nott y William M. Price

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ



29

P.- 62.120

Docket SK-385

5

Fundamento de la invención

Esta invención se refiere, en general, a métodos para el beneficio de minerales y, más específicamente, se refiere al método para mejorar el brillo o luminosidad de minerales, tales como arcillas de caolín, mediante el empleo de la separación magnética.

Los minerales que se encuentran en la naturaleza, tales como las arcillas naturales, carbonatos, talcos u otros, incluyen frecuentemente contaminantes que cambian el color, en forma de hierro y/o de impurezas a base de titanio manchadas con hierro. La presente invención es particularmente aplicable a las arcillas naturales, incluidas las arcillas de caolín, pudiéndose señalar, a este respecto, que las cantidades de las sustancias que cambian el color, a base de titanio, anteriormente mencionadas, son particularmente importantes en el caso de los caolines sedimentarios de Georgia, en los que tales impurezas están presentes, comúnmente, en forma de anatasa y rutilo manchados con hierro.

En el caso de las arcillas de caolín y de



otros de los minerales mencionados, es frecuentemente deseado y, algunas veces, necesario, refinar el producto natural y llevar sus características de luminosidad hasta un nivel aceptable para el recubrimiento del papel y para otras aplicaciones. Anteriormente se han utilizado diversas técnicas para llevar a efecto la eliminación de las impurezas que cambian el color, anteriormente mencionadas. Así, por ejemplo, se han utilizado ampliamente hidrosulfuros para convertir por lo menos parte de las impurezas a base de hierro (o "ferruginosas") en forma soluble, las cuales pueden seguidamente ser eliminadas de las arcillas.

Entre los métodos más eficaces para eliminar las impurezas titaníferas, incluida, por ejemplo, la anatasa manchada con hierro, están las muy conocidas técnicas de flotación con espuma. De acuerdo con tales métodos, se forma una suspensión o papilla de la arcilla, se aumenta el pH de la papilla hasta un valor alcalino, por ejemplo, mediante la adición de hidróxido amónico, y se añade un agente colector como, por ejemplo, ácido oleico. Seguidamente, la papilla se acondiciona mediante la agitación de la misma durante un periodo relaticamente sostenido. A continuación, se añade a la papilla acondicionada, un agente espumante, tal como aceite de pino, después de lo cual se hace pasar aire por la papilla en una cuba de flotación por espuma, para llevar a efecto la separación



de las impurezas.

En los últimos años se ha demostrado, adicionalmente, que se pueden utilizar técnicas de separación magnética de alta intensidad, para eliminar ciertas impurezas de las anteriormente mencionadas, incluidas las impurezas de titanio y hierro y cierta materia ferruginosa. La anatasa, por ejemplo, y otros ciertos minerales paramagnéticos, han resultado responder a los campos magnéticos de alta intensidad. Así, en la patente de Estados Unidos número 3.676.337, de Henry H. Kolm, por ejemplo, se describe un procedimiento para tratar suspensiones minerales o similares, haciendo pasar a éstas a través de una matriz de lana de acero en presencia de un campo de fondo de 12.000 Gauss por lo menos. Para realizar los procedimientos citados se pueden utilizar diversos aparatos, tales como el descrito en la patente de Estados Unidos número 3.627.678, de Marston. En este último caso, la suspensión a tratar se hace pasar, por lo tanto, a través de un recipiente, que contiene una matriz ferromagnética filamentosa de acero inoxidable o similar, mientras se imprime sobre la matriz un campo magnético de alta intensidad, mediante bobinas envolventes.

Aunque el uso de la separación magnética de alta intensidad, tal como se esboza en el párrafo precedente ha encontrado un alto grado de aceptación en cierta tecnología de beneficio de minerales, lo más notablemente en



el abrillantado de caolines, se ha considerado generalmente hasta el momento actual, que dicha tecnología no era de hecho capaz de producir las mejoras de luminosidad conseguibles mediante el uso de las técnicas de flotación anteriormente mencionadas. Como es natural, tampoco se ha considerado que los niveles de intensidad de campo del tipo bajo a intermedio, pudieran ser valiosos en el abrillantado de caolines o similares, a niveles comercialmente aceptables.

De acuerdo con lo que antecede, puede considerarse como un objeto de la presente invención, proporcionar un método para la separación magnética de contaminantes modificadores del color desde suspensiones de minerales, tales como suspensiones de caolín, método que permite mejoras de luminosidad anteriormente inalcanzables mediante los procedimientos de separación magnética.

Un objeto adicional de la presente invención es proporcionar un método para el beneficio magnético de suspensiones de minerales, tales como caolines, método que proporciona mejoras de luminosidad a niveles suficientemente elevados para evitar cualquier necesidad de tratamientos por flotación.

Todavía un objeto adicional de la presente invención es proporcionar un método para la separación magnética de contaminantes modificadores del color desde suspensiones de minerales, que se basa en el uso de agen-



tes activadores magnéticos en partículas, de un tipo que puede producirse a bajo coste y que tienen un efecto pequeño o no perjudicial, sobre el medio ambiente.

5            Todavía un objeto adicional de la invención es proporcionar un método para la separación magnética de contaminantes modificadores del color, desde suspensiones de caolín o similares, que permite el uso de intensidades de campo inferiores a las que se han considerado hasta ahora apropiadas como utilizables para tales fines.

10            Todavía un objeto adicional de la invención es proporcionar un método para la separación magnética de contaminantes modificadores del color, desde suspensiones de caolín o similares, que puede ser utilizado con un aparato de separación magnética existente y que aumenta ampliamente las  
15            capacidades de rendimiento de tales aparatos.

#### Resumen de la invención

20            Ahora, de acuerdo con la presente invención, se consiguen los objetos precedentes y otros tal como resultarán evidentes en el curso de la memoria siguiente, con un método en el que una suspensión (papilla) acuosa dispersada del mineral crudo se mezcla con un material en partículas de siembra magnética, material que es dispersado de  
25            este modo por toda la suspensión para sembrar eficazmente

la suspensión. Después de ello, la suspensión sembrada se somete a un campo magnético como, por ejemplo, haciéndola pasar a través de un aparato del tipo citado en la patente de Marston anteriormente mencionada. Dicho campo actúa de modo que floclula magnéticamente los contaminantes y las partículas de siembra, eliminando, después de ello, por lo menos parte del material en partículas junto con los contaminantes.

Después del tratamiento mediante el campo magnético, dicha suspensión, por ejemplo, después de que sale del separador magnético, se floclula y, seguidamente, se somete a una operación convencional de lixiviación, típicamente con hidrosulfito sódico. La suspensión lixiviada puede ser lavada, después, para eliminar de ella los reactivos residuales de lixiviación y, si se desea, se puede eliminar de ella el agua.

Como resultará más evidente en relación con los ejemplos que siguen, la operación de lixiviación de la presente invención es de una importancia particular, porque los materiales en partículas magnéticos tienen, en muchos casos, una coloración muy oscura. En consecuencia, el producto que sale del separador magnético, a pesar de haberse eliminado de él grandes cantidades de las sustancias modificadoras del color originales, puede todavía exhibir una luminosidad relativamente inaceptable. Sin em-



bargo, la modificación del color que procede del resto del material en partículas de siembra magnética, es debida a compuestos de hierro que son eliminados fácilmente por lixiviación, mientras que los contaminantes que han sido desplazados son de un tipo que no responde relativamente a la lixiviación convencional.

Como es natural, se entenderá que cuando se utiliza el aparato de la patente de Marston anteriormente mencionada, o de tipos similares, la matriz colectora resultará saturada, durante un periodo de tiempo, con los elementos eliminados de la suspensión, es decir con los materiales en partículas magnéticos y con los contaminantes de arcilla eliminados con ellas. Como es bien sabido en la técnica actual, las matrices son sometidas, por lo tanto, de tiempo en tiempo, a operaciones de limpieza convencionales, con el campo suprimido o extinguido.

Un material en partículas magnético preferible para ser utilizado con los procedimientos de la invención, puede comprender material en partículas de partículas de óxido ferroso férrico, en el que por lo menos el 50% en peso de las partículas son de un tamaño inferior a la micra, el cual material en partículas se prepara como el producto de coprecipitación de sales de hierro (III) con sales de hierro (II) mediante un exceso de una base relativamente fuerte. La preparación de un material en



partículas de este tipo se ha descrito como un aspecto de una comunicación de W. C. Elmore, titulada "Coloide ferromagnético para el estudio de estructuras magnéticas" en la revista Physical Review 54, 309 (1938). Aunque no es tan eficaz en la presente aplicación, se puede utilizar también en la práctica de la invención un óxido ferroso férrico natural, tal como una magnetita finamente molida que tenga una distribución de tamaño tal que por lo menos el 50% en peso sea inferior a 30 micras de diámetro esférico equivalente. De manera similar, se pueden utilizar como activadores otros materiales ferrimagnéticos finamente divididos, incluidos los ferritos cúbicos, tales como  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  y  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ; y el óxido férrico gamma.

Muchos de los llamados "ferrofluidos" son también adecuados para ser utilizados en la invención. Mediante el término citado se hace referencia a la clase de suspensiones coloidales descritas en numerosos sitios de la bibliografía científica, tal como en la patente de Estados Unidos Nº 3.806.449, de Kaiser; en la patente de Estados Unidos Nº 3.843.540, de Reimers y Khálafala, y en el artículo ampliamente citado, de R. E. Rosensweig, titulado "Fluidos magnéticos", que aparece en la página 48 de International Science and Technology, de Julio de 1966. Estos ferrofluidos pueden estar constituidos a base de suspensiones coloidales de los materiales magnéticos citados an-



teriormente, o en suspensiones de otras partículas ferrimagnéticas o ferromagnéticas.

Una consecuencia principal de la presente invención es que los niveles de rendimiento del aparato de separación magnética se aumentan de una manera tan vasta, que se puede elegir entre variaciones de los caudales de paso a través de un aparato dado (y con ello del tiempo de permanencia en el campo) y la intensidad de campo, hasta un grado que hasta ahora no se consideraba practicable. Por lo tanto, el campo magnético al cual se somete la suspensión, puede, en la práctica de la invención, hacerse disminuir hasta por lo menos un valor tan bajo como de 5 Kilogauss, proporcionando todavía un abrillantamiento del mineral tratado hasta niveles completamente aceptables, es decir hasta niveles que anteriormente se podían alcanzar solamente para intensidades comprendidas en el llamado margen de "alta intensidad" de entre aproximadamente 12 y 15 kilogauss o superiores. Para el nivel citado de 5 kilogauss, será eficaz, para dar el resultado mencionado, un tiempo de permanencia del orden de 70 a 80 segundos (o más). Más generalmente, los tiempos de permanencia se ajustan a las intensidades de campo utilizadas y al abrillantamiento requerido : por ejemplo, el tipo de aparato de Marston anteriormente mencionado, está diseñado para aproximadamente 15 a 22 kilogauss (y se ha hecho funcionar así en el pasado). Con estos niveles de inten-



sidades de campo los tiempos de permanencia en la práctica de la presente invención, son del orden de 15 a 80 segundos. Dentro de los límites de la tecnología (y de la economía), se pueden utilizar también con la invención campos más intensos, por ejemplo, de hasta 60 kilogauss o superiores.

#### Descripción de la realización preferida

10 La manera en que se practica la presente invención, se entiende mejor, considerando los ejemplos que ahora se van a exponer, los cuales, además, aclararán a los familiarizados con la técnica actual, las notables mejoras de luminosidad conseguidas mediante la práctica de la presente metodología.

#### Ejemplo I

20 Con el fin, inicialmente, de establecer datos de control, para demostrar la eficacia de la presente invención, se beneficiaron cuatro grupos de muestras de arcilla de caolín de Georgia, de color crema, blandas : (1) por lixiviación solamente; (2) mediante el uso de flotación solamente; (3) por separación magnética de la técnica anterior; y (4) mediante un tratamiento combinado de

29



la técnica anterior, de flotación y separación magnética. Dos de dichos grupos de arcilla (arcillas A y B) eran de una variedad "gruesa"; las otras dos (arcillas C y D) eran arcillas "finas". En todos los casos la muestra cruda fue  
5 inicialmente mezclada en forma de pasta. Específicamente, se formó una dispersión alcalina, acuosa, de la arcilla cruda (el pH se ajustó a aproximadamente 7 a 10 con hidróxido amónico), efectuándose el mezclado en forma de pasta en presencia de una pequeña cantidad de un dispersante,  
10 tal como silicato sódico, siendo la cantidad de energía disipada de aproximadamente 10 HP.hr/tonelada de sólidos. La muestra mezclada fue sometida, seguidamente, a un tratamiento adicional de acuerdo con el programa de ensayo. La eficacia de los diversos tratamientos de beneficio fue calibrada mediante la determinación de la luminosidad resul-  
15 tante para la fracción de la muestra tratada cuyo 90% tenía un tamaño inferior a 2 micras. Los datos resultantes se exponen en la tabla I siguiente, en la que, en todos los casos, los valores de luminosidad numéricos son los denominados "luminosidad G. E." obtenidos de acuerdo con la especificación normalizada establecida mediante el método  
20 TAPPI : T-646m-54.

25

15.1.76

Tabla I

5	Arcilla	Procedimiento	TiO <sub>2</sub> %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	Luminosidad	
					Producto	Lixiviación (3,6 Kg)
10	Arcilla A	Mezclado en pasta	1,77	--	84,5	86,8
		Flotación	0,50	--	89,5	91,6
		Magnético	1,29	--	87,9	90,0
		Flotación + magnético	0,46	--	90,6	92,0
15	Arcilla B	Mezclado en pasta	1,63	0,24	77,9	84,1
		Flotación	0,42	0,24	88,0	91,2
		Magnético	0,99	0,18	84,3	87,9
		Flotación + magnético	0,42	0,18	89,8	91,7
20	Arcilla C	Mezclado en pasta	1,45	--	82,3	87,2
		Flotación	0,17	--	87,8	90,5
		Magnético	0,77	--	87,3	90,2
		Flotación + magnético	0,03	--	90,1	91,9
25	Arcilla D	Mezclado en pasta	1,47	1,10	83,1	88,0
		Flotación	0,39	1,18	86,3	90,8
		Magnético	1,02	0,90	87,5	89,6
		Flotación + magnético	0,35	0,91	90,0	91,7

En todos los casos, en la Tabla I, los datos sobre luminosidad indican para la muestra tratada, tanto antes ("producto"), como después de la lixiviación con hidrosulfito sódico, para niveles de adición de 3,6 kg/t de sólidos. Ambos contenidos de  $TiO_2$  y de  $Fe_2O_3$ , como es costumbre en esta técnica, se determinaron antes de la lixiviación.

Los datos de flotación de la Tabla I fueron obtenidos sometiendo las muestras a un tratamiento de flotación convencional. Esto se llevó a efecto mezclando en pasta y acondicionando dichas muestras con ácido oleico como agente colector, en cantidades comprendidas en el margen de aproximadamente 0,9 a 1,8 kg/t. El contenido de sólidos durante dicho mezclado en pasta y acondicionamiento, era del 60%. La cantidad de energía disipada durante el mezclado en pasta y el acondicionamiento, fue de aproximadamente 40 a 50 HP.hora/t de sólidos. La suspensión mezclada en pasta y acondicionada, después de la adición de un agente de formación de espuma, como por ejemplo, aceite de pino, fue sometida, seguidamente, a un tratamiento convencional en una cuba de flotación por espuma, es decir se hizo pasar aire a través de la suspensión en dicha cuba, para llevar a efecto la separación de las impurezas desde la arcilla.

Los datos de la Tabla I identificados como "magnético", fueron obtenidos sometiendo las muestras a un



tipo de separación magnética de la técnica anterior. En particular, las muestras de suspensión que habían sido previamente mezcladas en pasta, se hicieron pasar, con un contenido de aproximadamente 30% de sólidos, a través de una matriz de lana de acero (empaquetamiento 7,5%), en un aparato del tipo general descrito en la patente de Marston anteriormente mencionada, número 3.627.678. La intensidad de campo media durante dicho tratamiento, fue de aproximadamente 15 kilogauss y el tiempo de permanencia en el campo fue de aproximadamente 1,2 minutos. Estas condiciones se aproximan a un ritmo de producción de 10 t/hora para un imán de 214 cm (diámetro interior), para un 30% de sólidos, y se consideran relativamente óptimas.

Los datos de la Tabla I identificados como "flotación + magnético" fueron obtenidos sometiendo las muestras a una separación por flotación y magnética, en secuencia, efectuándose cada operación en las mismas condiciones que se acaban de indicar. Puede señalarse a este respecto, que tal procedimiento en secuencia, ha sido descrito en la solicitud de patente número de serie 513.154, de Alan J. Nott, inventor conjunto de la presente, presentada el 8 de octubre de 1974, en la que se indica que el tratamiento de flotación inicial permite la eliminación, mediante separación magnética de alta intensidad, de impurezas, por otra parte no tratables por separación magnética. El aumento de lumi-

29



nosidad y la reducción de  $TiO_2$  llevados a cabo mediante este tratamiento conjunto, son de hecho los resultados óptimos obtenidos en los datos tabulados de la tabla I.

5 Un material en partículas preferido, para la siembra magnética, para ser utilizado en los procedimientos de la presente invención, es un óxido ferroso-férrico sintético, que se prepara mediante coprecipitación de iones de hierro (III) y hierro (II) desde una solución acuosa, en una proporción molar deseada, y mediante neutralización con un  
10 exceso de una base relativamente fuerte, tal como hidróxido amónico o sódico. Los tamaños y distribuciones de tamaño del material en partículas resultante, varían algo de acuerdo con los específicos de las condiciones de reacción; pero, en general, el material en partículas tiene una disposición  
15 de tamaños tal que por lo menos el 50% en peso de las partículas tienen un diámetro equivalente menor de 1 micra, como se determina por análisis Sedigraph ("Sedigraph" es una marca registrada para instrumentos de análisis de tamaño o granulométricos, fabricados por la Micromeritics Instrument Corp., de Norcross, Ga.).  
20

La reacción citada da como resultado un precipitado ferrimagnético intensamente coloreado de negro. Las proporciones molares de las dos clases de hierro pueden mezclarse para obtener productos de diversos índices de saturación magnética. En un margen de composición preferido,  
25

el óxido ferroso férrico así preparado, tendrá una proporción de hierro (III) a hierro (II) comprendida entre aproximadamente 1 a 2,5; siendo un margen todavía más óptimo, el que tiene una proporción de hierro de aproximadamente  
5 1,5 a 2,0.

#### Ejemplo II

Un material en partículas, para siembra magnética, para ser utilizado en los procedimientos de la invención, se preparó pasando 12,8 g de  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  y 18,6 g de  $\text{FeCl}_3$  (anhidro) en un matraz de 400 ml. Se añadieron, con buena agitación, 200 ml de agua desionizada. Con agitación vigorosa se añadieron después, lentamente, 61,2 ml de  $\text{NH}_4\text{OH}$   
10 (solución al 28%). Esto proporcionó aproximadamente 264 ml de "solución" de material en partículas, para siembra magnética. Las proporciones de dosificación en muchos de los siguientes ejemplos, se expresan en mililitros de dicho material en partículas magnético acuoso añadidos a una suspensión de arcilla que contiene 1,8 kg de arcilla pesada en  
15 seco. Por ejemplo, una proporción de dosificación de 100 ml/1,8 kg de arcilla corresponde a 50 litros/t. Si se supone que todo el hierro de la solución salina se convierte en  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , entonces los 264 ml del material en partículas  
20 magnético acuoso, contendrán 13,2 g de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Por lo tanto,  
25

29 FEB 1976



una proporción de dosificación de 100 ml/1,8 kg de arcilla  
corresponderá a 5,0 g de  $Fe_3O_4$ /1,8 kg de arcilla y a 2,5 kg  
de  $Fe_3O_4$  por t. de arcilla.

5

Ejemplo III.

El material en partículas, para siembra mag-  
nética, acuoso, del Ejemplo II, se añadió y se mezcló ínti-  
mamente, con suspensiones acuosas (30% de sólidos) de mues-  
tras de arcilla de caolín del tipo identificado en el Ejem-  
plo I como "arcilla A". La resultante suspensión "sembrada"  
se hizo pasar, seguidamente, a través de un aparato de se-  
paración magnética del tipo citado en el Ejemplo I. La inten-  
sidad de campo media en la matriz de lana de acero utiliza-  
da, fue de 15 kilogauss. Se emplearon diversas velocidades  
de bombeo (proporcionando diversos tiempos de permanencia  
en el campo); y se emplearon diversas proporciones de dosi-  
ficación del material para siembra magnética. Los datos  
resultantes se exponen en la Tabla II siguiente:

20

25

15.1.76



Tabla II

Método	Proporción de dosificación, ml	Ajuste de bombeo	TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Luminosidad	
					Producto	Lixiviado (3,6 kg/t)
5 Flotación	0	--	0,42	1,12	86,6	90,8
Magnético	0	10	--	--	88,1	90,4
	0	20	--	--	88,2	90,1
	0	30	--	--	87,2	89,8
10 Flotación + magnético	0	10	0,29	0,93	90,1	92,0
	0	20	0,42	0,78	89,7	92,0
	0	30	0,35	0,89	89,3	92,0
15 Magnético + material en partículas para siembra	25 ml	10	0,93	0,98	87,5	90,2
		20	1,05	0,91	86,6	90,0
		30	1,12	0,93	86,1	89,8
	50 ml	10	1,05	0,86	87,8	90,6
		20	0,97	0,91	86,8	90,0
		30	1,02	0,95	86,0	89,8
	20 100 ml	10	0,48	0,94	86,7	91,8
		20	0,48	0,88	85,7	91,4
		30	0,66	1,03	83,3	91,2
150 ml	10	0,55	1,09	81,2	91,5	
	20	0,51	1,09	80,9	91,6	
	30	0,45	1,18	80,9	91,2	

25

29 ENE 1976



Los datos de luminosidad que aparecen en la Tabla II, han sido tomados todos (como se ha descrito en lo que antecede) para la fracción de la muestra tratada, cuyo 90% es de un tamaño inferior a 2 micras. Los ajustes de bombeo, identificados como "10", "20" y "30", corresponden, respectivamente, a los siguientes tiempos aproximados de permanencia en el campo.

Tabla III

10

Ajuste de bombeo	Tiempo de permanencia (segundos)
10	72
20	48
30	24

15

Comparando los datos de la Tabla II que aparecen a la derecha del método identificado como "magnético + material en partículas para siembra", con los resultados de control que aparecen inmediatamente encima (y, también, con los datos de control de la Tabla I), resultará evidente que los niveles de luminosidad del material lixiviado conseguidos (especialmente cuando se consideran niveles de

25



dosificación relativamente óptimos de alrededor de 100 ml),  
exceden con mucho a las mejoras de luminosidad obtenidas me-  
diante la separación magnética sola de la técnica anterior.  
La mejora de luminosidad para los niveles óptimos de la com-  
5 posición de siembra excede también claramente del resultado  
obtenido mediante la flotación de la técnica anterior; y  
las técnicas de la técnica anterior de flotación + separación  
magnética proporcionan solamente resultados mejores en un gra-  
do mínimo que con la aplicación del método de la invención.

10 Existe un promedio de aproximadamente 0,4 uni-  
dades de luminosidad de diferencia entre los resultados ob-  
tenidos con ajustes de bombeo 10 (72 segundos de permanencia)  
y 30 (24 segundos de permanencia). Los datos de tiempos de  
permanencia bajos son particularmente notables porque el  
15 tiempo de permanencia de 24 segundos está muy por debajo del  
que previamente se ha considerado necesario para obtener una  
mejora de luminosidad incluso utilizable, excediendo mejoras  
mucho menores a las obtenidas por flotación.

Puede señalarse en la Tabla II que las lumino-  
20 sidades de "magnético + material en partículas para siembra"  
son en general para el "producto" tomado del separador mag-  
nético, más bajos que para los "productos" de los otros di-  
versos métodos de tratamiento, es decir que el "producto" es  
de una luminosidad inferior hasta que se efectúa la lixi-  
25 viación. Este resultado se obtiene debido a la intensa colo-

29 ENE 1976



ración oscura del material en partículas magnético. Básicamente, las partículas individuales añadidas por la invención (como se describirá adicionalmente en lo que sigue) sirven, en presencia del campo magnético, para recoger o coleccionar

5 impurezas, tales como  $TiO_2$  manchado con hierro. Aunque de este modo se eliminan grandes cantidades de tales impurezas (junto con las partículas de siembra), a medida que la suspensión sembrada pasa por el separador, el "producto" (cuando emerge del separador) puede mostrar en realidad un aumento del contenido de  $Fe_2O_3$  y un oscurecimiento de su color,

10 porque la cantidad de hierro añadida por los restos del material de siembra puede igualar o exceder a la cantidad de hierro "combinado" eliminado con el  $TiO_2$  y otras impurezas. Sin embargo, como es natural, el material de siembra es

15 (a diferencia del  $TiO_2$ ) fácilmente eliminable por lixiviación. La hipótesis que se acaba de establecer está completamente fundamentada por los datos de la Tabla II, así como por los datos que se expondrán a continuación en relación con los ejemplos adicionales que siguen. Por lo tanto, se

20 observará, por ejemplo, (comparando la Tabla I) que el contenido de  $TiO_2$  de las muestras tratadas mediante la presente invención, son aproximadamente un 40% inferiores a los de las muestras correspondientes sometidas a separación magnética de la técnica anterior.

25 El mecanismo preciso que permite los resul-

tados obtenidos mediante la presente invención se entiende actualmente sólo de una manera imperfecta. Sin embargo, se mantiene la hipótesis de que los miembros del material en partículas introducido por el presente procedimiento, y que  
5 responden magnéticamente, sirven para definir puntos de elevado gradiente de campo magnético sobre la suspensión sembrada que llega al campo magnético. El mecanismo en este sentido se puede considerar como análogo al que permite que la propia matriz de lana de acero anteriormente mencionada,  
10 actúe como un eficaz colector de impurezas paramagnéticas y de otras impurezas poco susceptibles de ser atraídas. Sin embargo, el material en partículas de siembra magnética, cuando se considera así, se ve que es más exactamente una extensión de este mecanismo de la técnica anterior, puesto que,  
15 en primer lugar, los puntos colectores que presenta el material en partículas son mucho menores que los puntos que presenta la lana de acero; y, en segundo lugar, debido a que las partículas individuales están altamente dispersadas y son altamente móviles. Idealmente, las masas de puntos  
20 colectores presentados por los activadores pueden considerarse quizás más exactamente como una matriz colectora móvil o dinámica.

Puede también señalarse en relación con el análisis precedente, que, de tiempo en tiempo, se ha observado en la técnica anterior que ciertos aditivos que poseen  
25



propiedades ferromagnéticas o ferrimagnéticas, pueden ser  
útiles en el curso de la ejecución de una separación magné-  
tica. Un ejemplo notable puede encontrarse en la patente  
de Estados Unidos número 2.352.324, de Hubler, cuya expo-  
5 sición hace relación al beneficio de minerales feldespáti-  
cos. Hubler, como un aspecto de este procedimiento de bene-  
ficio, puede incluir una operación de separación magnética  
por vía húmeda. En relación con esto, él observa que el acondi-  
cionamiento del mineral en presencia de ciertos reactivos  
10 de ácidos grasos, tales como ácido oleico, beneficia el pro-  
cedimiento de separación magnética; e indica que la mejora  
tiene lugar debido a que el reactivo de ácido graso recubre  
las contaminantes en partículas, de tal manera que permite  
a la magnetita que está presente en el mineral que queda,  
15 entonces, unida a las impurezas y que las recubra.

Sin embargo, las enseñanzas del tipo prece-  
dente son muy diferentes de las de la presente invención,  
en la que no se utilizan reactivos de ácido graso ni simi-  
lares. Los mecanismos de la presente invención son en rea-  
20 lidad muy distintos de los que pueden haber tenido lugar en  
una técnica tal como la de Hubler. Esto es debido, posible-  
mente, a la amplia diferencia de tamaños de partícula de los  
aditivos, así como a las diferencias de naturaleza de las  
composiciones en partículas. No se considera, por lo tanto,  
25 que el mecanismo en la presente invención implique un recu-



brimiento de las impurezas con el material en partículas magnético mediante sustancias intermedias, tales como reactivos de ácidos grasos. Por el contrario, la acción de la presente invención puede ser considerada, más apropiadamente, como un tipo de operación de "siembra", en la que las partículas individuales muy diminutas (al ser convertidas en regiones de elevado gradiente de campo, mediante el campo magnético exteriormente aplicado) sirven como puntos colectores para las impurezas. La eficacia del presente procedimiento y, particularmente, el hecho de que tal procedimiento sea capaz de eliminar contaminantes de tamaño muy diminuto, es una consecuencia directa de esta acción de tipo de siembra y de los elevados gradientes de campo que tienen lugar durante la secuencia de siembra y colección. Por lo tanto, el presente mecanismo no es uno en el que las partículas relativamente grandes son fijadas químicamente a otras partículas relativamente grandes, sino más bien uno en el que las partículas magnéticas y los contaminantes son floculados físicamente mediante el campo magnético.

20

#### Ejemplo IV

Sobre la preparación de los materiales en partículas magnéticas del tipo general descrito en el Ejemplo II, se informa también en la patente de Estados Unidos número

25

29



ro 3.843.540, de Reimers y Khalafalla, en la que, sin embargo, el precipitado de óxido ferroso férrico es considerado de interés, principalmente como un producto intermedio en la formación de los ferro fluidos descritos, por otra parte.

5 Dichos investigadores afirman que el precipitado puede producirse utilizando cualquier base relativamente fuerte, pero que se prefiere con mucho el uso del hidróxido amónico. Parece que se prefiere tanto el hidróxido amónico, debido a que en la preparación subsiguiente de ferrofluidos se forma oleato

10 sódico, el cual aunque soluble en agua, no se descompondrá a temperatura de baja a moderada, como lo hace el oleato amónico. De aquí que se formen partículas magnéticas que tienen un recubrimiento absorbido de ácido oleico, el cual no evita la formación de un ferrofluido. Este razonamiento no es aplicable, como es natural, al procedimiento expuesto, por ejemplo, en el ejemplo III de esta memoria, en el que el óxido

15 ferroso férrico no se convierte en un ferrofluido.

Sin embargo, el presente ejemplo ilustra que se consiguen generalmente resultados superiores con la presente invención, cuando se prepara óxido ferroso férrico mediante el uso de hidróxido amónico. En particular se prepararon materiales en partículas, para siembra, magnéticos, disolviendo 1,3 g de  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  y 3,0 g de  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en agua destilada y añadiendo 3,6 g de hidróxido sódico disueltos en agua o una cantidad equivalente de hidróxido amónico

20

25



(solución al 28%).

Se preparó también un ferrofluido, mezclando un precipitado preparado como anteriormente, con una solución de 2 ml de ácido oleico en 25 ml de queroseno y calentando durante 10 minutos a 60-70°C. Se dejó que se preparara la mezcla en dos capas, siendo el ferrofluido la capa orgánica coloreada de negro.

Los materiales de siembra preparados como anteriormente, se mezclaron a continuación, íntimamente, con suspensiones de arcilla de un 40% de sólidos, que contenían 1,8 kg de arcilla seca del tipo de "arcilla A" anteriormente mencionado, y se sometieron las suspensiones a separación magnética, utilizando una matriz de lana de acero, una intensidad de campo magnético de 15 kilogauss y un ajuste de bombeo de 10 (tiempo de permanencia 72 segundos). La luminosidad resultante y los contenidos de  $TiO_2$  y de  $Fe_2O_3$ , se exponen en la Tabla IV siguiente, a partir de la cual resulta evidente que se obtienen resultados algo superiores cuando se emplea hidróxido amónico:

20

25

15.1.76



Tabla IV

Semilla	Base	TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Luminosidad	
				Productos	Lixiviado 3,6 kg/t
Material en partículas de óxido ferroso férrico acuoso	NaOH	0,03	0,18	86,2	92,0
	NH <sub>4</sub> OH	0,03	0,25	90,6	92,5
Ferrofluido	NaOH	0,35	0,19	89,4	90,0
	NH <sub>4</sub> OH	0,24	0,19	88,9	91,2

15                    Como se ilustra en el Ejemplo IV, el material en partículas para siembra, magnético, utilizado con la invención, puede comprender también un ferrofluido. Tales fluidos comprenden, en general, suspensiones permanentes de partículas ferromagnéticas y/o ferromagnéticas en un vehículo líquido. Por "permanente" se entiende que los materiales suspendidos, que son de tamaño coloidal, no se separan del vehículo líquido en presencia de fluidos magnéticos, gravitacionales o de otra fuerza convencional. El vehículo, en los casos de los ferrofluidos más comúnmente empleados, comprende un líquido orgánico, tal como queroseno, metilciclohexano, pentano, n-heptano etc, pero

20

25



también son utilizables en la invención ferrofluidos que emplean vehículos acuosos, tales como, por ejemplo, el ferrofluido acuoso descrito en la patente de Estados Unidos número 3.480.555, que es una suspensión estable de óxido  
5 férrico gamma en un vehículo de agua.

Un ferrofluido preferido para ser utilizado con la presente invención se describe en la patente de Estados Unidos anteriormente descrita número 3.843.540, de Reimers y Khalafalla. En la enseñanza de la citada patente,  
10 los ferrofluidos se preparan, por lo tanto, por un procedimiento en el que se precipita inicialmente una suspensión acuosa de partículas de óxido ferroso férrico de tamaño inferior a la micra, por rápida neutralización de una solución de sal ferrosa y férrica mixta, mediante la adición de una  
15 base relativamente fuerte, tal como hidróxido amónico. Las partículas precipitadas resultantes se recubren en fase acuosa con un agente dispersante. Después de ello, las partículas recubiertas de agente dispersante se extraen de la fase acuosa con un líquido orgánico, para formar una suspensión  
20 coloidal estable, peptizada de partículas magnéticas en un medio vehículo líquido.

Otros ferrofluidos utilizables con la invención pueden estar basados en suspensiones relativamente estables de otros materiales en partículas ferrimagnéticas  
25 de tamaño inferior a la micra, tales como magnetita natural



5 muy finamente dividida (por ejemplo, producida mediante una molienda prolongada, como se describe en la patente de Estados Unidos número 3.215.572), de óxido férrico gamma y, más en general, de los ferritos magnéticos representados por la fórmula general  $MO.Fe_2O_3$ , en la que M es un ión de metal divalente, tal como manganeso, níquel, hierro, cobalto, magnesio, etc.

10 Debe comprenderse, también, que la línea de demarcación entre ferrofluidos y el tipo de materiales en partículas descrito, por ejemplo, en el Ejemplo II, no es completamente definida. El artículo de Elmore anteriormente mencionado, recomienda en realidad la peptización del óxido ferroso férrico con HCl, antes de que el mismo sea añadido a una solución jabonosa al 1/2 %, actuando el jabón como un  
15 coloide protector. El producto descrito por Elmore es muy eficaz en la presente invención (véase Ejemplo XIII), aunque no está completamente claro que el término "ferrofluido" sea apropiadamente aplicable a él.

20

#### Ejemplo V

Con el fin de demostrar la eficacia de los ferrofluidos en la presente invención, se preparó un material en partículas, para siembra, magnético, acuoso, como en el  
25 Ejemplo II (proporcionando 264 ml de la composición acuosa).

A esta composición se añadió lentamente, con buena agitación, una mezcla de 230 ml de queroseno y 20 ml de ácido oleico. Seguidamente, se llevó esta mezcla a 60°C y se mantuvo a esta temperatura, con agitación continua (para asegurar una temperatura uniforme) durante 10 minutos. No se eliminó el agua. El ferrofluido resultante para diversos niveles de dosificación (y con diversos tiempos de permanencia) se utilizó, seguidamente, para tratar muestras de arcilla de caolín del tipo de "arcilla C", las cuales muestras tratadas se hicieron pasar, seguidamente, por un aparato de separación magnética, en condiciones como las del Ejemplo III. Los datos resultantes se exponen en la Tabla V siguiente:

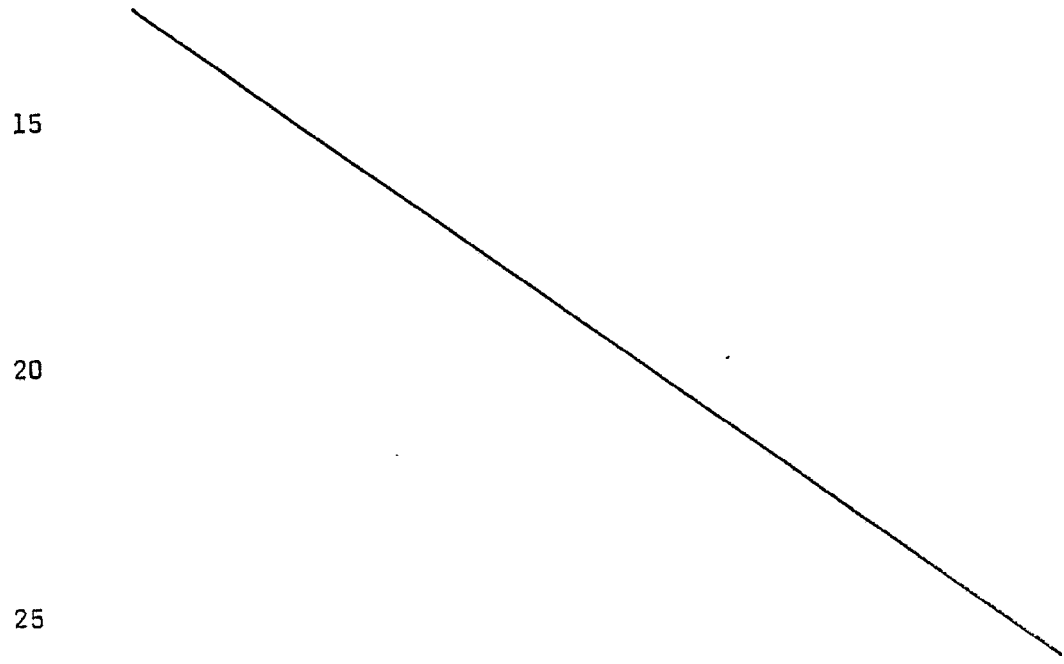


Tabla V

	Proporción de dosificación, ml	Ajuste de bombeo	TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Luminosidad	
					Producto	Lixiviado (3,6 Kg)
5	25 ml	10	0,81	1,09	88,2	90,8
		20	0,81	1,01	87,6	90,5
		30	0,81	1,12	86,6	90,2
10	50 ml	10	0,75	1,12	88,2	91,0
		20	0,78	0,99	87,0	90,4
		30	0,81	1,08	86,6	90,1
15	100 ml	10	0,75	1,06	87,9	90,5
		20	0,87	1,03	86,9	89,9
		30	0,81	1,12	86,0	89,5
20	150 ml	10	0,70	0,97	86,8	90,4
		20	0,75	1,03	86,7	89,9
		30	0,93	1,12	84,5	89,1

25

Las proporciones de dosificación expuestas en la Tabla V se expresan en ml de la composición de tratamiento, preparadas como se acaba de indicar. Para una buena aproximación, 200 ml de este ferrofluido y 100 ml del material en partículas acuoso simplificado del Ejemplo II, contendrán el mismo peso de óxido ferroso férrico. Al comparar los resultados de las tablas II y V, debe tenerse en cuenta esta distinción del contenido de óxido.

Los datos tabulados de la Tabla V indican que se consiguen los mejores resultados (en términos de luminosidad) para las proporciones de dosificación más bajas, es decir para aproximadamente 25 a 50 ml. La razón probable de esto es que el método de preparar el ferrofluido da como resultado la peptización de las partículas magnéticas individuales, proporcionando muchísimas más semillas magnéticas individuales en la suspensión sembrada. Este aspecto de la presente invención resultará más evidente en relación con el ejemplo XIII siguiente.

Comparando los datos de la Tabla V con los datos testigo de la Tabla I (para las muestras de "Arcilla C", resultará evidente que las mejores luminosidades obtenibles con los ferrofluidos aquí utilizados, son superiores a los resultados obtenidos mediante la flotación de la técnica anterior o mediante la separación magnética de la técnica anterior, individualmente, pero que no son tan buenos como las



mejoras de luminosidad obtenidas mediante los métodos de la técnica anterior de flotación y de separación magnética combinados.

5 También resultará evidente comparando las ta-  
blas II y V, que los mejores resultados obtenidos con el  
tratamiento con ferrofluido eran todavía inferiores a los re-  
sultados proporcionados mediante tratamiento con el material  
en partículas del Ejemplo II. Se ha indicado anteriormente  
que el material en partículas no peptizado, acuoso, del Ejem-  
10 plo II, es preferible para ser utilizado en la presente in-  
vención en lugar de los ferrofluidos, por ejemplo, en lugar  
del ferrofluido del presente ejemplo. Una razón principal  
de esto es, como es natural, la superior luminosidad conse-  
guida mediante los materiales en partículas acuosos, aspecto  
15 de la invención que resultará más evidente en los ejemplos  
que siguen. El coste de estos materiales de activación mag-  
nética es también bajo, permitiendo un tratamiento económi-  
co. Para mejorar la economía del procedimiento aún más, se  
pueden utilizar materiales de partida de calidad más baja  
20 para la preparación de los materiales en partículas del  
Ejemplo II; por ejemplo, las fuentes de sales de hierro  
pueden comprender soluciones residuales de ataque químico  
procedentes de las acerías o productos residuales industria-  
les similares.

25 Además, el uso de materiales en partículas,



no peptizados, acuosos, evita la necesidad de un vehículo, tal como los líquidos orgánicos empleados comúnmente en los ferrofluidos. Esto, a su vez, elimina cualquier necesidad de eliminar, evacuar o recircular el vehículo orgánico, lo cual (además de simplificar el procedimiento) es una consideración muy importante desde el punto de vista del efecto sobre el medio ambiente. En particular, dicho vehículo orgánico, cuando se utiliza, puede ofrecer un problema muy importante de evacuación y/o eliminación.

10

#### Ejemplo VI

Los materiales de partículas, para siembra, magnéticos, de la presente invención, parecen, en general, proporcionar resultados superiores cuando se utilizan en un estado recientemente preparado. Esto es especialmente cierto para los materiales simplificados del Ejemplo II. Se cree que se obtiene este último resultado, debido a que dichos materiales acuosos, puesto que no están dispersados, ya que son coloides verdaderos, son relativamente susceptibles de variar de distribución de tamaños en función del tiempo, es decir por aglomeración, etc.

15

20

Con el fin de demostrar los factores anteriores, se preparó una composición en partículas, acuosa, de acuerdo con el Ejemplo II. La mitad de esta composición

25



fue utilizada, a su vez, para preparar un ferrofluido, es decir, una composición "compleja" como en el Ejemplo V.

El material en partículas simple (Ejemplo II) se añadió a una suspensión de arcilla de caolín, en una proporción de dosificación de 100 ml por cada 1,8 kg de arcilla seca; el material en partículas complejo, es decir el ferrofluido, se añadió en la proporción de 200 ml por cada 1,8 kg de arcilla seca. Como se ha indicado en relación con el Ejemplo V, se añadieron así cantidades aproximadamente equivalentes de  $Fe_3O_4$ . Dichos materiales en partículas fueron añadidos específicamente a la suspensión de arcilla después de los tiempos siguientes: (i) inmediatamente después de la preparación; y después de (ii) 4 horas; (iii) 8 horas; (iv) 20 horas, y (v) 32 horas. Las suspensiones tratadas se hicieron pasar, seguidamente, por un aparato de separación magnética como en el Ejemplo I, a un 20% de sólidos, utilizando un ajuste de bombeo de 10 (correspondiente a un tiempo de permanencia de 72 segundos), siendo la intensidad de campo en la matriz de lana de acero, de 15 kilogauss. El  $TiO_2$  y el  $Fe_2O_3$  se determinaron sobre muestras secas después de la separación y antes de la lixiviación. Las luminosidades se midieron para niveles de lixiviación de 0, 1,8, 2,7 y 3,6 kg/t. Los datos resultantes se exponen en la tabla VI siguiente:

25

Tabla VI

Activador	Tiempo (horas)	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Luminosidad del producto	Luminosidad lixiviada		
					1,8 kg/t	2,7 kg/t	3,6 Kg/t
5 Ninguno	--	1,09	1,05	87,3	90,1	90,2	90,2
10 Material en partículas magnético, acuoso	0	0,61	1,05	86,6	91,0	91,5	91,5
	4			87,2	89,9	90,5	90,6
	8	1,09	0,97	87,6	90,5	90,5	90,5
	20	0,90	0,93	87,5	90,5	90,5	90,5
	32	0,90	0,97	87,0	90,6	90,6	90,6
15 Material en partículas magnético, complejo (ferrofluído)	0	1,12	0,91	86,2	89,8	89,9	89,9
	4	0,90	0,99	85,0	89,5	89,4	89,4
	8	0,93	0,93	86,0	89,8	89,9	89,9
	20	0,87	0,91	86,4	89,8	89,7	89,7
	32	0,91	1,00	86,2	90,0	90,0	89,8
20							

Los datos tabulados en la Tabla VI establecen, de acuerdo con la exposición anterior referente a este punto, que los materia-



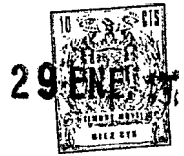
20

les en partículas simplificados se comportan en general de una manera superior, comparados con los materiales en partículas complejos, es decir los ferrofluidos. Además, el material en partículas recientemente preparado, especialmente el material en partículas simplificado, dió claramente los mejores resultados. Se observará que la luminosidad del producto es, en algunos casos, inferior a la luminosidad del producto en el que no se emplea material en partículas, de siembra. Como se ha expuesto anteriormente, en relación con el Ejemplo III, este resultado se obtiene debido a que algo de  $Fe_3O_4$  intensamente coloreado de negro, pasa a través del imán, pero la disminución de luminosidad se recupera por lixiviación, es decir entonces se reduce el exceso de  $Fe_3O_4$  mediante el reactivo de lixiviación hidrosulfito.

15

#### Ejemplo VII

Muestras del material en partículas para siembra, magnético, simplificado, del tipo utilizado en el Ejemplo III, se sometieron a análisis de distribución de tamaños de partícula, mediante un analizador de tamaños de partícula Sedigraph. Se encontró que cuando el óxido ferroso férrico recientemente preparado, se diluía con agua desionizada y se analizaba, la distribución de tamaños de partícula resultante era bimodal, lo que sugería que solamente el



25% aproximadamente de las partículas tenía un diámetro esférico equivalente (E.S.D.) inferior a 1 micra. Sin embargo, cuando una pequeña cantidad (5 a 10 ml) de Dispex (siendo éste una marca registrada de Allied Colloids, Gran Bretaña, para una sal soluble en agua de un ácido poliacrílico o de un ácido polimetacrílico) se añadía a la composición, y se homogeneizaba seguidamente esta última en un mezclador de Waring, la curva de distribución de tamaños de partícula resultante indicaba que aproximadamente el 50% en peso de las partículas eran de un diámetro esférico equivalente inferior a 1 micra, siendo solamente una fracción de las partículas mayor de 10 micras. Además, esta segunda determinación de la distribución de tamaños era completamente reproducible. Se ha supuesto que la determinación de tamaños hecha de este modo en presencia del agente dispersante, refleja un exacto análisis Sedigraph del material en partículas, puesto que se cree que sin el agente dispersante, la aglomeración de partículas y otros factores extraños, impiden una determinación exacta de la distribución de tamaños.

La distribución de tamaños de partículas del mismo material en partículas, que había sido, sin embargo, envejecido durante 16 horas, se determinó seguidamente, de nuevo, en presencia de pequeñas cantidades de Dispex. De este segundo análisis resulta que algo menos del 35% de las partículas tenían un diámetro esférico equivalente inferior



a una micra; terminando el tamaño máximo de partícula, en un diámetro esférico equivalente de aproximadamente 10 micras. Esto indicó que después del tiempo mencionado, se había producido un cierto grado de coagulación.

5                    Seguidamente, se evaluó una serie adicional de ensayos, en la que se añadió Dispex inmediatamente después de la adición de hidróxido amónico, seguido por una operación de homogeneización en un mezclador de alta velocidad. En este caso, la distribución de tamaños de partícula fue tal que el 70% en peso de las partículas tenía un diámetro esférico equivalente inferior a 1 micra. Nuevamente, todas las determinaciones se efectuaron mediante análisis Sedigraph.

15                    Ejemplo VIII

                  En el presente Ejemplo, se trataron muestras de arcillas de caolín del tipo "arcilla D", con proporciones de dosificación ampliamente variables de los materiales en partículas, para siembra, magnéticos, simplificados, del Ejemplo II. Las muestras tratadas se sometieron, seguidamente, a una separación magnética mediante el mismo procedimiento y utilizando el mismo aparato expuesto en el Ejemplo III. En todos los casos, la intensidad de campo utilizada fue de 15 kilogauss, se empleó un ajuste de bombeo de



29 E

10 (correspondiente a un tiempo de permanencia de 72 segundos), y una matriz de lana de acero con un empaquetamiento del 7,5%. En todos los casos, la luminosidad del producto se determinó para las muestras, a partir del separador magnético ("producto"), y se determinaron las luminosidades lixivias para diversos niveles de adición de compuestos de lixiviación. De una manera similar, se determinaron en las muestras tratadas, los contenidos de  $TiO_2$  y de  $Fe_2O_3$ . Para fines de comparación, se efectuaron también varios ensayos, utilizando solamente una flotación de la técnica anterior, una flotación más una separación magnética de la técnica anterior, un mezclado en pasta solamente, y una separación magnética de la técnica anterior solamente. En todos los casos, el curso de tratamiento para las técnicas de la técnica anterior fue el expuesto en el Ejemplo I de esta memoria. Los resultados obtenidos se exponen en la Tabla VII siguiente:

20

25

15.1.76

Tabla VII

Método	Material en partículas, magnético, acuoso (ml/1,8 Kg arcilla)	Luminosidad del pro- ducto	Luminosidad lixiviada			TiO <sub>2</sub> %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %
			1,8 Kg/t	2,7 Kg/t	3,6 Kg/t		
5	Flotación sola- mente	86,3	90,6	90,8	90,8	0,39	1,18
10	Flotación + mag- nético	90,0	91,7	91,7	91,7	0,35	0,91
	Mezclado en pas- ta solamente	83,1	88,0	88,0	88,0	1,47	1,10
	Magnético solamen- te	87,5	89,5	89,6	89,6	1,02	0,90
15	Magnético + mate- rial en particu- las magnético	87,0	89,5	89,5	89,5	0,90	0,93
	"	87,3	89,8	89,8	89,8	0,87	1,01
	"	87,5	89,9	90,0	90,0	0,81	0,89
	"	86,8	89,5	89,5	89,5	0,99	1,01
20	"	89,0	90,5	90,6	90,8	0,70	0,94
	"	85,0	87,3	90,2	90,3	0,78	1,01
	"	85,4	89,5	89,8	90,0	0,99	1,01
	"	72,3	76,7	81,2	83,8	1,02	1,27
25	"	74,7	78,5	78,6	84,8	1,02	1,28

\* Medida repetida

Tabla VII

	Método	Material en partículas, magnético, acuoso (ml/1,8 Kg arcilla)	Luminosidad del pro- ducto	1,8 Kg/
5	Flotación sola- mente		86,3	90,6
10	Flotación + mag nético		90,0	91,7
	Mezclado en pas ta solamente		83,1	88,0
	Magnético solamen te		87,5	89,5
15	Magnético + mate rial en partícu las magnético	25	87,0	89,5
	"	50	87,3	89,8
	"	75	87,5	89,9
	"	100	86,8	89,5
20	"	100*	89,0	90,5
	"	125	85,0	87,3
	"	150	85,4	89,5
	"	175	72,3	76,7
	"	200	74,7	78,5
25				

\* Medida repetida

Luminosidad lixiviada			TiO <sub>2</sub> %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %
1,8 Kg/t	2,7 Kg/t	3,6 Kg/t		
90,6	90,8	90,8	0,39	1,18
91,7	91,7	91,7	0,35	0,91
88,0	88,0	88,0	1,47	1,10
89,5	89,6	89,6	1,02	0,90
89,5	89,5	89,5	0,90	0,93
89,8	89,8	89,8	0,87	1,01
89,9	90,0	90,0	0,81	0,89
89,5	89,5	89,5	0,99	1,01
90,5	90,6	90,8	0,70	0,94
87,3	90,2	90,3	0,78	1,01
89,5	89,8	90,0	0,99	1,01
76,7	81,2	83,8	1,02	1,27
78,5	78,6	84,8	1,02	1,28

Revisando los datos tabulados, se observará que la luminosidad máxima (90,8) se obtuvo para proporciones de dosificación de 100 ml/ por cada 1,8 kg de arcilla seca. Se observará, además, que los resultados mejores obtenidos con el material en partículas para siembra, fueron tan buenos como los obtenidos mediante flotación, superiores en 2,4 unidades a los resultados obtenidos mediante la separación magnética de la técnica anterior solamente, y fueron inferiores a la flotación más separación magnética, tal como se practicaba en la técnica anterior.

Se observará, también, que un aumento del contenido de  $Fe_2O_3$  empieza a tener lugar en las muestras no lixiviadas (y una correspondiente disminución de la luminosidad del producto) cuando la proporción de dosificación empieza a exceder de aproximadamente 100 ml. Esto es indicativo del hecho de que por encima de estos niveles, una cantidad significativa del material en partículas de siembra más contaminantes, pasa sin colector a través del aparato de separación. En esencia, existe un nivel de adición para el cual el material en partículas sobrepasa la capacidad del aparato de separación.

#### Ejemplo IX

Muestras de arcilla de caolín del tipo "Archi-



lla B" fueron sometidas sustancialmente a las mismas condiciones de tratamiento que han sido descritas en el Ejemplo VIII precedente. Los resultados obtenidos para este tipo de arcilla se exponen en la Tabla VIII siguiente:

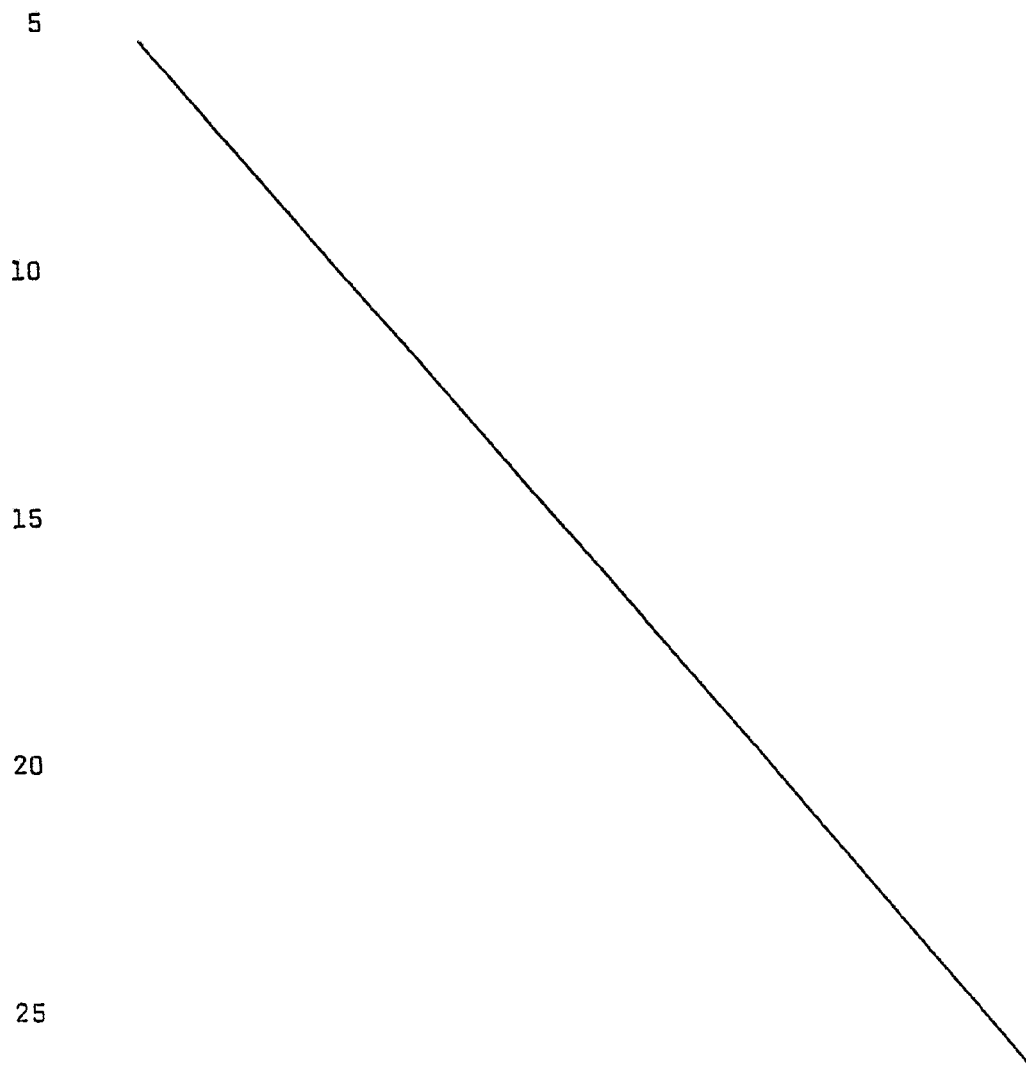




Tabla VIII

Método	Material en partículas, magnético, acuoso (ml/1,8 Kg. arcilla)	Luminosidad del producto	Luminosidad lixiviada			TiO <sub>2</sub> %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %
			1,8 Kg/t	2,7 Kg/t	3,6 Kg/t		
5	Flotación solamente	88,0	90,7	91,0	91,2	0,42	0,24
	Flotación + magnético	89,8	90,6	91,0	91,7	0,42	0,18
	Mezclado en pasta solamente	77,9	84,0	84,1	84,1	1,63	0,24
10	Magnético solamente	84,3	87,8	87,9	87,9	0,99	0,18
	Magnético + material en partículas magnético	90,1	91,7	91,9	92,0	0,99	0,23
	"	90,5	92,3	92,3	92,3	0,31	0,23
15	"	91,1	92,0	93,0	93,1	0,09	0,17
	"	89,0	92,0	92,6	92,6	0,05	0,23
	"	90,0	92,4	92,7	92,7	0,09	0,24
	"	87,4	92,5	92,7	92,7	0,16	0,28
	"	77,5	90,0	90,5	90,8	0,45	0,27
20	"	80,1	91,7	--	91,7	0,61	0,33

Tabla VIII

	Método	Material en partículas, magnético, acuoso (ml/ 1,8 Kg arcilla)	Luminosidad del producto	Lumi 1,8 Kg/t
5	Flotación solamente	---	88,0	90,7
	Flotación + magnético	---	89,8	90,6
10	Mezclado en pasta sola- mente	---	77,9	84,0
	Magnético solamente	---	84,3	87,8
	Magnético + material en partículas magnético	25	90,1	91,7
	"	50	90,5	92,3
15	"	75	91,1	92,0
	"	100	89,0	92,0
	"	125	90,0	92,4
	"	150	87,4	92,5
	"	175	77,5	90,0
20	"	200	80,1	91,7

25

Luminosidad lixiviada			TiO <sub>2</sub> %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %
1,8 Kg/t	2,7 Kg/t	3,6 Kg/t		
90,7	91,0	91,2	0,42	0,24
90,6	91,0	91,7	0,42	0,18
84,0	84,1	84,1	1,63	0,24
87,8	87,9	87,9	0,99	0,18
91,7	91,9	92,0	0,99	0,23
92,3	92,3	92,3	0,31	0,23
92,0	93,0	93,1	0,09	0,17
92,0	92,6	92,6	0,05	0,23
92,4	92,7	92,7	0,09	0,24
92,5	92,7	92,7	0,16	0,28
90,0	90,5	90,8	0,45	0,27
91,7	--	91,7	0,61	0,33



Los datos tabulados anteriormente, indican que una proporción de dosificación para el material en partículas, de siembra, magnético, simplificado, preparado como en el Ejemplo II, está en el margen de 75 a 100 ml. Es de particular importancia el hecho de que la mejor luminosidad obtenida (93,1) es muy superior a la obtenida por cualquiera de las técnicas anteriores, incluidos, en particular, la separación magnética solamente, la flotación solamente, y la técnica de separación magnética más flotación (que hasta el momento actual ha sido el método más ventajoso conocido en la técnica anterior). Debe observarse, también, al revisar los datos tabulados, que de nuevo las proporciones de dosificación excesivas del material en partículas empiezan a tener un efecto perjudicial, tanto sobre el contenido de  $TiO_2$  como sobre el contenido de  $Fe_2O_3$ , mientras que al mismo tiempo disminuyen los niveles de luminosidad.

Ejemplo X

Como se ha indicado anteriormente, los materiales en partículas preferibles para ser utilizados con la presente invención, son los materiales en partículas de óxido ferroso férrico, sintéticos, simplificados, del tipo preparado en el Ejemplo II. De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención, sin embargo, se encuentra que la





para varios niveles (kg/t) de adición de compuesto de lixiviación; y, también, para un ensayo de control en el que no se añadió magnetita.

5

Tabla IX

10

Magnetita Kg/t	Luminosidad del producto	Luminosidad lixiviada		
		1,8 kg/t	2,7 kg/t	3,6 kg/t
0	88,8	90,4	90,4	90,4
2,3	89,4	91,0	91,1	91,1
4,5	89,3	91,1	91,1	91,1

15

20

25

Se ve que los datos tabulados son sustancialmente idénticos para ambos niveles de adición de 2,3 y 4,5 kg/t de magnetita. Como es natural, estará claro que resultan en realidad efectos saludables a consecuencia de la adición de magnetita. Las luminosidades lixiviadas resultantes son superiores a las obtenidas mediante el uso de un procedimiento de separación magnética y de un procedimiento de flotación, tomados individualmente. Sin embargo, estas son inferiores a las mejoras de luminosidad conseguidas median-



te el uso de la flotación unida a la separación magnética de la técnica anterior; y las mismas son también inferiores a las mejoras de luminosidad obtenidas mediante el uso de separación magnética en presencia de activadores sintéticos del Ejemplo II (véase Tabla II).

Se observará, además, que las luminosidades del "producto" de la Tabla IX son de hecho superiores a las correspondientes luminosidades del "producto" obtenidas utilizando tanto los materiales en partículas, acuosos, del Ejemplo II, como los ferrofluidos del Ejemplo V, cada uno de los cuales incluyen el óxido ferroso férrico sintetizado. Se mantiene la hipótesis de que tal resultado se obtiene debido a que la magnetita más gruesa del presente ejemplo es extraída de la suspensión de arcilla, con mayor eficacia de lo que lo es el precipitado sintetizado relativamente mucho más fino, descrito en los ejemplos anteriores de la memoria. Se observará, además, en relación con esto mismo, que las dimensiones relativamente gruesas de las partículas de magnetita natural utilizadas aquí, provocan algunos problemas prácticos, es decir se demostró que era algo difícil mantener en suspensión la magnetita gruesa, antes de hacer pasar la suspensión tratada a través del aparato de separación magnética.

25



### Ejemplo XI

En los ejemplos hasta ahora expuestos, se ha  
utilizado el aparato del tipo general descrito en la paten-  
5 te de Estados Unidos número 3.627.678, de Marston. En todos  
los casos de los Ejemplos anteriores, se empleó una intensi-  
dad de campo de 15 kilogauss, y la matriz para dicho aparato  
comprendía una lana de acero inoxidable, que llenaba el  
receptáculo del aparato con un empaquetamiento del 7,5%,  
10 Mediante este último término se entiende que aunque la lana de  
acero se extendía a todas las partes del receptáculo, sola-  
mente el 7,5% del volumen total del receptáculo estaba real-  
mente ocupado por el material de la matriz.

Aunque la invención es especialmente adecua-  
15 da para ser utilizada por las matrices colectoras de la téc-  
nica anterior, tales como las formadas por lana de acero, se  
pueden emplear otras matrices como las que se conocen en la  
técnica, incluidas aquellas constituidas por alambre, bolas  
de acero, varillas de acero, puntas o tachuelas, esponjas  
20 ferromagnéticas porosas u otras. De manera similar, la inven-  
ción puede ser puesta en práctica con otros numerosos aparatos  
separadores de la técnica anterior, incluidos, por ejemplo,  
el tipo de separadores de placas separadas mostrados,  
por ejemplo, en numerosas patentes de G. H. Jones, tal como  
25 la patente de Estados Unidos número 2.834.470.



En el presente ejemplo, la invención se puso en práctica con un separador de tipo Marston, pero utilizando otros tipos de matrices. Además, el separador magnético se hizo funcionar, en varios casos, con una intensidad de campo magnético de 5 kilogauss.

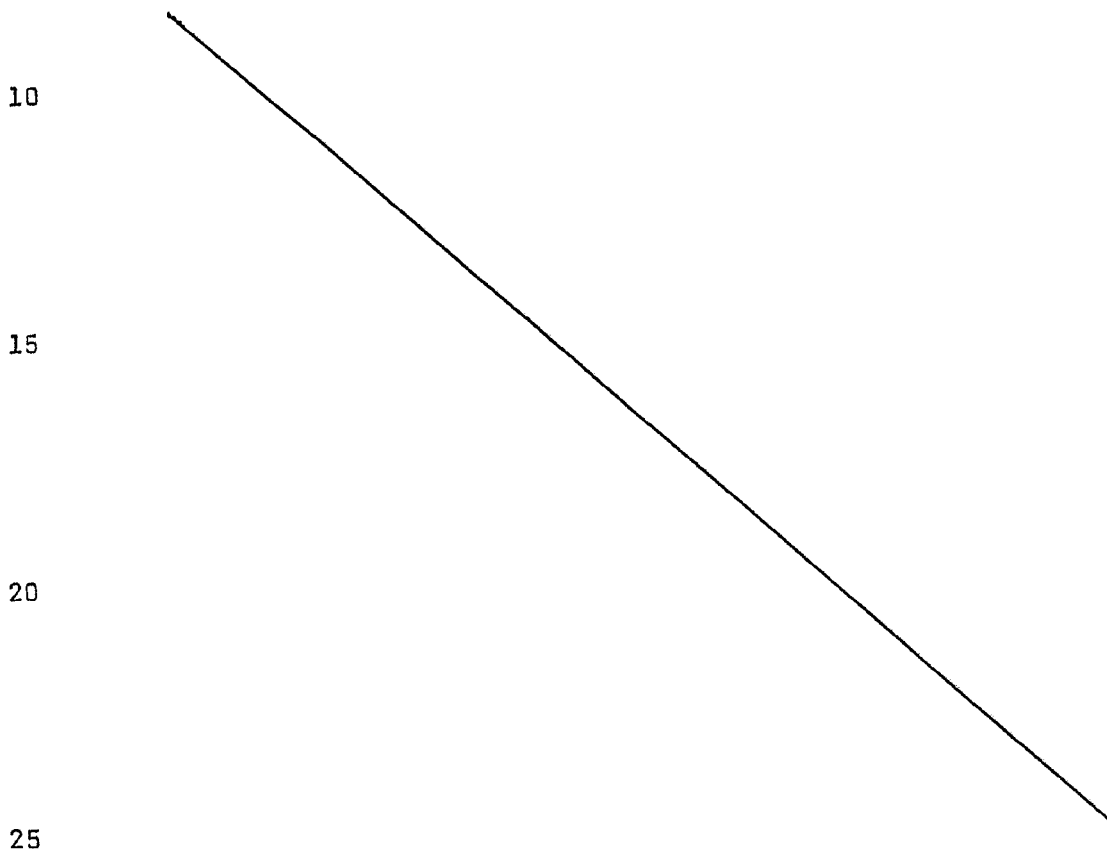
Específicamente, se utilizaron matrices de los siguientes tipos: (a) ninguna matriz; (b) lana de acero empaquetada al 7,5%, que se extendía por la totalidad del receptáculo; (c) lana de acero, colocada solamente en las partes de salida del receptáculo, generalmente cilíndrico; (d) tachuelas de tapicero de 25,4 mm empaquetadas por todo el receptáculo; y (e) bolas de acero que tenían un diámetro medio de aproximadamente 4 mm, empaquetadas por todo el receptáculo.

En el caso del procedimiento (c), la longitud axial total del receptáculo del separador era de 56 cm y su diámetro de aproximadamente 4 cm. Dicha lana de acero fue colocada en el último tramo axial de 15 cm del mismo. El objetivo de tal procedimiento era fomentar que se produjera un grado de floculación magnética, es decir como consecuencia del campo magnético, mucho antes de que la suspensión sembrada chocara con la matriz.

Utilizando las diversas configuraciones anteriormente mencionadas, se sembraron una serie de muestras de arcilla de caolín, del tipo de "arcilla D", con 100 ml por 1,8



kg de arcilla, utilizando el material en partículas magnético del Ejemplo II. Un grupo de las muestras sembradas fue sometido a separación magnética, utilizando un campo de 5 kilogauss; y un segundo grupo de muestras sembradas, se sometió a separación mediante un campo de 15 kilogauss. Los resultados que sobrevinieron se exponen en la tabla X siguiente:





29

Tabla X

Matriz	Campo magnético = 5 KG			Campo magnético = 15 KG			TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
	Producto	Luminosidad		Producto	Luminosidad			
		Lixiviado (3,6 kg/t)			Lixiviado (3,6 kg/t)			
Ninguna	70,0	83,2		73,7	86,7		1,48	1,20
Lana de acero	88,2	91,7		90,0	92,2		0,19	0,95
Lana de acero, 15 cm	82,8	89,9		83,2	90,6		0,51	0,98
Tachuelas de ta- picero	79,7	88,7		83,0	89,5		1,05	1,21
Bolas de acero	85,7	89,5		85,9	89,8		0,66	0,17

5

10

15

20

25

Tabla X

5	Matriz	Campo magnético = 5 KG		TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Product
		Luminosidad				
		Producto	Lixiviado (3,6 kg/t)			
10	Ninguna	70,0	83,2	1,48	1,11	73,7
	Lana de acero	88,2	91,7	0,19	1,01	90,0
	Lana de acero, 15 cm	82,8	89,9	0,73	1,09	83,2
	Tachuelas de ta- picero	79,7	88,7	1,15	1,21	83,0
15	Bolas de acero	85,7	89,5	0,70	1,09	85,9

20

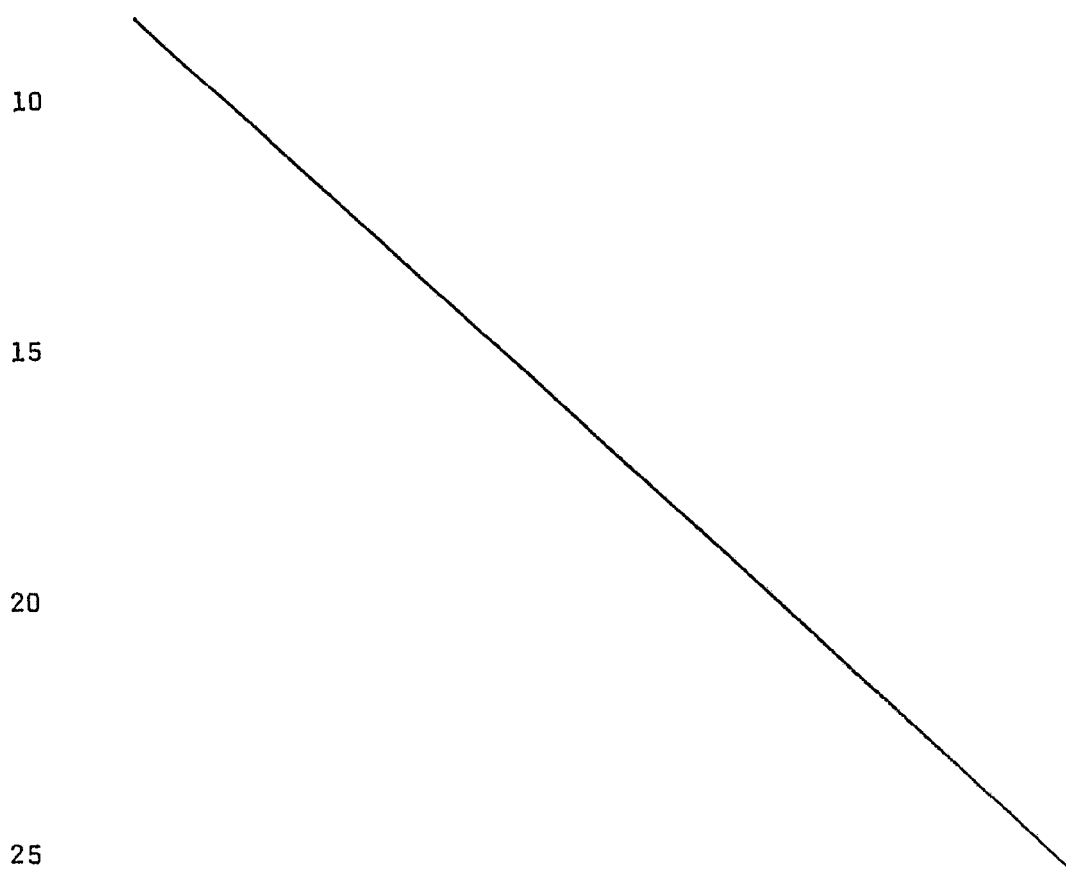
25



Campo magnético = 15 KG		TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
Luminosidad			
Producto	Lixiviado (3,6 kg/t)		
73,7	86,7	1,48	1,20
90,0	92,2	0,19	0,95
83,2	90,6	0,51	0,98
83,0	89,5	1,05	1,21
85,9	89,8	0,66	0,17



En una segunda serie de ensayos, muestras de arcilla de caolín del tipo de "arcilla B" se sembraron con 75 ml por cada 1,8 kg de arcilla seca, con el mismo material en partículas, de siembra, magnético, simple, del Ejemplo II. Se efectuó un grupo similar de ensayos, como se ha descrito en relación con la Tabla XI, estando tabulados los datos resultantes en la Tabla XI siguiente:





20

Tabla XI

Matriz	Campo magnético = 5 KG			Campo magnético = 15 KG			TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
	Luminosidad			Luminosidad						
	Producto	Lixiviado (3,6 kg/t)		Producto	Lixiviado (3,6 kg/t)					
Ninguna	71,0	82,0		72,9	84,9		1,56	0,27	1,56	0,18
Lana de acero	87,4	92,3		87,4	92,3		0,22	0,18	0,16	0,20
Lana de acero, 15 cm	87,9	92,1		88,2	92,3		0,32	0,21	0,19	0,20
Tachuelas de ta picero	82,7	89,4		84,2	90,4		0,50	0,27	0,48	0,24
Bolas de acero *	87,9	88,5		88,0	89,0		0,3	0,24	0,26	0,24
Bolas de acero	84,0	86,0		84,3	86,6		1,56	0,24	1,44	0,24

\* ningún material en partículas testigo

5

10

15

20

25

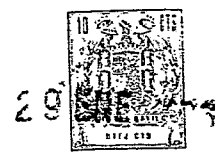
Tabla XI

5	Matriz	Campo magnético = 5 KG		TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Proc
		Luminosidad				
		Producto	Lixiviado (3,6 kg/t)			
	Ninguna	71,0	82,0	1,56	0,27	72
10	Lana de acero	87,4	92,3	0,22	0,18	87
	Lana de acero, 15 cm	87,9	92,1	0,32	0,21	88
	Tachuelas de ta picero	82,7	89,4	0,58	0,27	84
	Bolas de acero	87,9	88,5	0,3	0,24	88
15	Bolas de acero *	84,0	86,0	1,56	0,24	84

\* ningún material en partículas testigo

20

25



Campo magnético = 15 KG		TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
Luminosidad			
Producto	Lixiviado (3,6 kg/t)		
72,9	84,9	1,56	0,18
87,4	92,3	0,16	0,20
88,2	92,3	0,19	0,20
84,2	90,4	0,48	0,24
88,0	89,0	0,26	0,24
84,3	86,6	1,44	0,24



En todos los casos de los datos tabulados de las tablas X y XI, se puede hacer referencia cruzada a la Tabla I de esta memoria, que expone los datos de control. En primer lugar, será evidente que las matrices, en orden de eficacia, son las siguientes: lana de acero; lana de acero, 15 cm; bolas de acero; tachuelas de tapicero; ninguna matriz.

De importancia particular es el hecho de que con matrices de lana de acero y en presencia de materiales en partículas magnéticos de la invención, se obtienen mejoras de luminosidad para una intensidad de campo de 5 kilogauss, las cuales son superiores a los resultados obtenidos con la separación magnética de la técnica anterior para 15 kilogauss. En realidad, para las muestras de "arcilla B" de la Tabla XI, las mejoras de luminosidad que se obtienen con matrices de lana de acero en presencia de los materiales en partículas magnéticos, son superiores, para una intensidad de campo de 5 kilogauss, a las mejoras de luminosidad obtenidas mediante flotación más separación magnética, para 15 kilogauss sin dichos materiales en partículas.

Se observará, como hecho de importancia adicional, que tanto las matrices de tachuelas de tapicero como las de bolas de acero, en presencia del bajo campo de 5 kilogauss, proporcionan mejoras de luminosidad para la muestra de "arcilla B", que son superiores a las mejoras



de luminosidad conseguidas mediante el uso de matrices de lana de acero, sin los materiales en partículas de la invención y para 15 kilogauss.

5 Se observará, además, que para una intensidad de campo de 15 kilogauss, el efecto de las adiciones de material en partículas es obtener mejoras de luminosidad que son superiores a las proporcionadas por la flotación más separación magnética de la técnica anterior, para ambos tipos de arcilla utilizados como ejemplo en la tablas  
10 X y XI.

Como es natural, debe apreciarse, en relación con lo que antecede, que el empleo de un campo magnético de intensidad relativamente reducida (es decir, en comparación con los tratamientos de alta intensidad presentados en la  
15 técnica anterior) tiene enormes consecuencias para la técnica presente. Entre estas están, una amplia reducción de las inversiones de capital que han sido necesarias en el pasado para un aparato capaz de producir un campo de alta intensidad. Por lo tanto por ejemplo, el coste relativamente  
20 enorme de las bobinas de capacidad de corriente alta, puede evitarse cuando se utilizan intensidades de campo más bajas. De manera similar, los costes de funcionamiento se reducen en gran manera, un factor que es de una importancia siempre creciente en vista de que los costes de la energía  
25 eléctrica aumentan precipitadamente. De un modo similar,



será evidente que los costes de mantenimiento del aparato  
diseñado para funcionar con intensidades de campo relati-  
vamente bajas, se reducen mucho en comparación con el cos-  
te de mantenimiento asociado a los separadores de alta in-  
tensidad.

#### EJEMPLO XIII

En este ejemplo, se utilizaron 4 métodos di-  
ferentes de sintetizar materiales en partículas de óxido  
ferroso férrico, para ser utilizados en la invención: (a)  
se utilizó el procedimiento expuesto en el Ejemplo II; (b)  
se siguió el procedimiento del Ejemplo II, a excepción de  
que la solución de sales de hierro se calentó y se colocó  
en un mezclador Waring. Seguidamente, se añadió instantánea-  
mente la solución de hidróxido amónico, para dar un líquido  
negro y viscoso, que no se separa tan fácilmente como el  
preparado por el método (a); (c) se filtró la composición  
obtenida por el método (b) y, seguidamente, se lavó con co-  
piosas cantidades de agua desionizada. Finalmente, ésta se  
lavó con HCl 0,01 N. El sedimento seco se dispersó en agua  
hirviendo; (d) El sedimento de óxido ferroso férrico obte-  
nido mediante el uso del método (c), se dispersó en una so-  
lución hirviendo de jabón al 1,5 %.

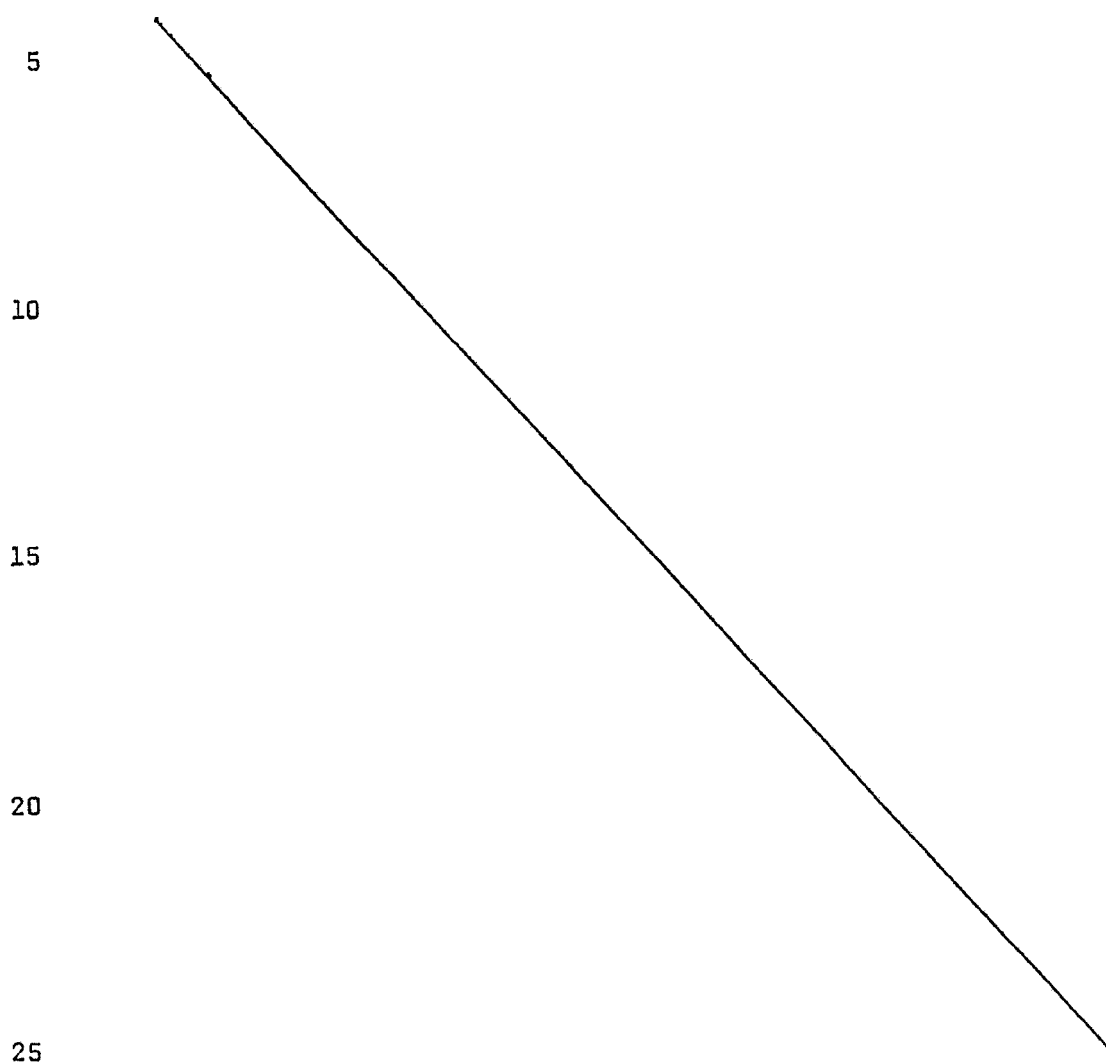
El objetivo de utilizarse diversas técnicas

para sintetizar los materiales en partículas, fue principalmente el de introducir condiciones adicionales que favorecían la producción de un gran número de núcleos, porque el gran número de núcleos es (en general) ventajoso para uso en la invención. El método (a) favorece, hasta cierto punto, la producción de un gran número de núcleos, mediante el uso de una alta concentración de reactivos, y mediante vigorosa agitación. Por otra parte, en el método (a) no existen factores adicionales que favorecen la producción de un gran número de núcleos, incluidos el uso de altas temperaturas y de una rápida adición de un reactivo sobre el otro.

Los materiales de siembra, magnéticos, preparados por los métodos (a), (b), (c) y (d) se utilizaron después en el curso del tratamiento de muestras de arcilla de caolín. En todos los casos, la proporción de dosificación fue igualada de tal modo que cada muestra de arcilla de 1,8 kg contenía 3,72 g de óxido ferroso férrico, es decir el equivalente de 75 ml de las composiciones acuosas del Ejemplo 2. Como experimento testigo, las muestras de arcilla fueron también dosificadas con una cantidad similar de magnetita pulverizada del tipo expuesto en el Ejemplo 10. El aparato de separación fue del mismo tipo utilizado en los ejemplos anteriores, empleándose un campo de 15 kilogauss. Una matriz de lana de acero al



7,5%, y un ajuste de bombeo de 10. Los datos resultantes se exponen en la Tabla XII para dos diferentes grupos de muestras de arcilla, es decir "arcilla B" y "arcilla D".





2

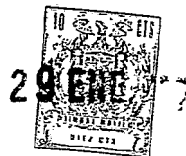
Tabla XII

	Arcilla	Método de preparación	Luminosidad del producto	Luminosidad lixiviada				TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
				1,8 kg/t	2,7 kg/t	3,6 kg/t			
5									
10	Arcilla B	(a) (b) (c) (d) Magnetita	91,1 84,0 88,2 88,2 88,1	92,0 90,1 90,0 89,5 90,2	93,1 90,2 90,0 89,5 90,2	93,1 90,2 90,0 89,5 90,2	0,09 0,43 0,88 0,87 0,92	0,17 0,26 0,13 0,13 0,23	
15									
20	Arcilla D	(a) (b) (c) (d) Magnetita	87,5 87,5 89,5 89,6 89,4	89,9 91,2 91,0 90,7 91,1	90,0 91,2 91,0 90,7 91,1	90,0 91,2 91,0 90,7 91,1	0,81 0,87 0,87 0,94 0,90	0,89 1,03 0,84 0,78 0,83	

Tabla XII

5	Arcilla	Método de preparación	Luminosidad del producto	1,8 kg/
10	Arcilla B	(a)	91,1	92,0
		(b)	84,0	90,1
		(c)	88,2	90,0
		(d)	88,2	89,5
		Magnetita	88,1	90,2
15	Arcilla D	(a)	87,5	89,9
		(b)	87,5	91,2
		(c)	89,5	91,0
		(d)	89,6	90,7
20		Magnetita	89,4	91,1

25



Luminosidad lixiviada			TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
1,8 kg/t	2,7 kg/t	3,6 kg/t		
92,0	93,1	93,1	0,09	0,17
90,1	90,2	90,2	0,43	0,26
90,0	90,0	90,0	0,88	0,13
89,5	89,5	89,5	0,87	0,13
90,2	90,2	90,2	0,92	0,23
89,9	90,0	90,0	0,81	0,89
91,2	91,2	91,2	0,87	1,03
91,0	91,0	91,0	0,87	0,84
90,7	90,7	90,7	0,94	0,78
91,1	91,1	91,1	0,90	0,83



La consideración de la Tabla XII indica que, en general, cada uno de los métodos (a) a (d) proporcionan resultados eficaces con la invención. En el caso de las muestras de "arcilla B", los resultados más eficaces se obtuvieron por el método (a). En el caso de las muestras de "arcilla D", los métodos (b), (c), y (d) e incluso la siembra con magnetita, proporcionan resultados marcadamente superiores a los obtenidos incluso mediante el uso de la flotación más separación magnética de la técnica anterior.

El tamaño de partícula tiene un efecto crítico sobre la densidad de partículas por unidad de volumen de la suspensión sembrada, porque la densidad de partículas es una función cúbica de los tamaños de partícula. Si el tamaño de partícula es realmente más fino cuando se prepara por el método (b), que cuando se prepara por el método (a), actúan dos factores compensadores. En particular, las partículas más pequeñas no son capturadas tan fácilmente por la matriz del separador; inversamente, hay muchas más partículas presentes para sembrar la suspensión de arcilla y, por lo tanto, la extracción mejora. La diferencia entre la luminosidad lixiviada y del producto en los métodos (b), (c) y (d), sugiere que un exceso de hierro pasa a través del separador magnético, indicando que serían ventajosas proporciones de dosificación más bajas de los precipitados más finos. Esto resultará más evidente en relación con el Ejem-



plo XIV.

#### Ejemplo XIV

5                    En este ejemplo se preparó el material en  
partículas, de siembra, magnético, como en el Ejemplo II,  
con la importante excepción de que se añadió rápidamente  
hidróxido amónico a la solución de sal de hierro calentada,  
favoreciendo de este modo (como se ha mencionado anterior-  
10                    mente) la producción de gran número de aquellos núcleos.  
Las muestras de caolines de "arcilla D" y de "arcilla B"  
fueron sembradas con el material en partículas resultante  
y fueron sometidas a separación magnética en el aparato y  
en las condiciones anteriormente expuestas. La intensidad  
15                    de campo, en todos los casos, fue de 15 kilogauss y se uti-  
lizó un ajuste de bombeo de 10 (tiempo de permanencia 72  
segundos). Se varió la proporción de dosificación y la ma-  
triz de lana de acero se empaquetó al 7,5%. Los datos de  
luminosidad obtenidos en consecuencia, se exponen en la  
20                    Tabla XIII para las muestras de "arcilla D", y en la Ta-  
bla XIV para las muestras de "arcilla B".

---

25

15.1.76



Tabla XIII

5	Proporción de dosificación ml/1,8 kg	Luminosidad del producto	Luminosidad lixiviada			TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
			1,8 kg/t	2,7 kg/t	3,6 kg/t		
	6,8	89,8	91,0	91,2	91,2	0,32	1,03
	11,4	91,1	--	--	92,2	0,19	0,88
	22,7	87,7	--	--	90,9	0,19	0,97
10	34	87,5	91,2	91,2	91,2	0,87	1,03

Tabla XIV

15	Proporción de dosificación ml/1,8 kg	Luminosidad del producto	Luminosidad lixiviada			TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
			1,8 kg/t	2,7 kg/t	3,6 kg/t		
	6,8	88,9	90,4	90,6	90,6	0,87	0,27
20	11,4	90,9	92,0	92,0	92,7	0,05	0,21
	22,7	90,8	90,8	91,9	92,3	0,26	0,20
	34	84,0	90,1	90,2	90,2	0,43	0,26

25



Para niveles de proporción de dosificación de 25 ml por cada 1,8 kg de arcilla seca, los resultados conseguidos con el material en partículas, de siembra, utilizado en este ejemplo, son marcadamente superiores a los resultados obtenidos por flotación más separación magnética convencionales. Se observará, además, que los resultados para las muestras de "arcilla B" (mejor luminosidad, 92,2) son mejores que cuando los materiales en partículas sintetizados se preparan mediante una lenta adición de hidróxido amónico. Es, sin embargo, de importancia adicional el hecho de que la proporción de dosificación óptima con los materiales de siembra preparados de acuerdo con el procedimiento del presente ejemplo, es solamente un tercio de las proporciones de dosificación óptimas indicadas cuando los materiales en partículas se preparan por los métodos del Ejemplo II. Se cree que la explicación es que el número mucho más grande de núcleos producidos por el método de este ejemplo, permite (o "exige") el uso de niveles de dosificación mucho menores, con el fin de conseguir resultados óptimos. Cuando los niveles de dosificación del presente tipo de materiales en partículas se aumenta hasta un valor demasiado alto, ocurrirá una sobrecarga del aparato de separación. Como es natural, resultará evidente que una ventaja particular de utilizar los niveles de dosificación mucho menores, es un ahorro comparativamente grande en el coste de materia



les.

#### Ejemplo XV

5                   El presente ejemplo ilustra adicionalmente,  
la manera en la que la práctica de la presente invención  
permite el uso de intensidades de campo ampliamente reduci-  
das en el curso del abrillantado de las suspensiones de mi-  
nerales. En particular, un material en partículas, de siem-  
bra, magnético, preparado como en el Ejemplo XIV, se utili-  
10 zó aquí para sembrar muestras de suspensiones de arcilla de  
caolín de los tipos de "arcilla D" y "arcilla B". Las sus-  
pensiones sembradas se hicieron pasar, después, a través del  
aparato de separación magnética del tipo descrito en rela-  
15 ción con el Ejemplo II. Se empleó una matriz de lana de ace-  
ro, empaquetada al 7,5%. El ajuste de bombeo fue de 10 (co-  
rrespondiente a un tiempo de permanencia de 72 segundos);  
y se utilizó una intensidad de campo de solamente 7 kilo-  
gauss. Se varió la proporción de dosificación del material  
20 en partículas de siembra. Los datos de luminosidad obteni-  
dos en consecuencia, se exponen en la Tabla XV siguiente:

---

25



Tabla XV

5	Arcilla	Proporción de dosifi- cación ml/1,8 kg	Luminosidad		TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
			Producto	Lixiviado (3,6 kg/t)		
10	Arcilla D	20	89,8	91,8	0,48	1,02
		30	89,8	92,2	0,22	0,97
		40	89,7	92,3	0,22	0,97
15	Arcilla B	20	88,8	90,5	0,70	0,21
		30	88,9	91,5	0,51	0,20
		40	88,4	92,5	0,31	0,20

20 Los resultados extremadamente inesperados expuestos en la Tabla, indican ganancias de luminosidad, con una intensidad de campo de solamente 7 kilogauss y proporciones de dosificación comprendidas entre 20 y 40 ml por cada 1,8 kg de arcilla seca, los cuales son notablemente superiores a los resultados obtenidos uti-  
25 lizando la flotación más separación magnética de la técnica ante-



rior, para intensidades de campo altas, es decir para 15 kilogauss. A este respecto véanse los correspondientes datos de control de la Tabla I de esta memoria. Similarmente, la reducción de contenido de  $TiO_2$  y de  $Fe_2O_3$  es comparable a los resultados conseguidos mediante la citada técnica combinada de la técnica anterior.

#### Ejemplo XVI

10 En el presente Ejemplo, se utilizó la magnetita natural pulverizada descrita en el Ejemplo X, para sembrar suspensiones de arcilla de caolín del tipo utilizado en el Ejemplo XIV. Las suspensiones sembradas fueron sometidas, seguidamente, a una separación magnética de baja  
15 intensidad, nuevamente como en el Ejemplo XIV. Los resultados de estas operaciones se exponen en la Tabla XVI siguiente:

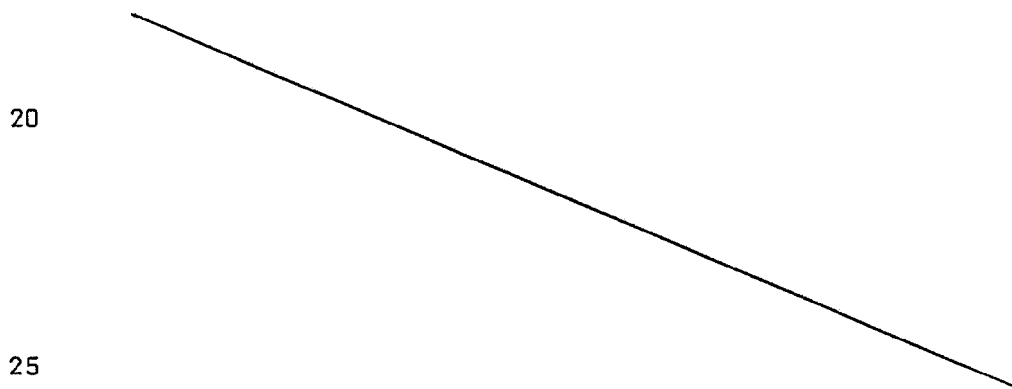




Tabla XVI

5	Arcilla	Proporción de dosifi- cación kg/t	Luminosidad		TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
			Producto	Lixiviada (3,6 kg/t)		
10	Arcilla D	0,9	88,6	90,4	0,87	0,97
		1,8	88,8	90,7	0,87	1,02
		2,7	88,7	90,4	0,93	0,99
15	Arcilla B	0,9	87,5	89,8	1,02	0,24
		1,8	86,9	89,5	1,02	0,26
		2,7	87,0	89,5	0,99	0,20

20 La consideración de los datos tabulados ante-  
riormente, establecerá que las mejoras de luminosidad conse-  
guidas son, generalmente, inferiores a las obtenidas mediante  
el uso de los materiales en partículas de óxido ferroso-férri-  
co sintetizados preferidos, por ejemplo, como en el Ejemplo  
25 XV. Sin embargo, los resultados conseguidos, por ejemplo, con

29



las muestras de "arcilla B", aunque inferiores a los que permite la flotación convencional, son superiores a la luminosidad conseguida mediante la separación magnética convencional para 15 kilogauss. Además, en el caso de las muestras de "arcilla D", los resultados de luminosidad conseguidos son superiores a los llevados a efecto mediante el uso de la separación magnética convencional, para 15 kilogauss, o de la flotación convencional, o mediante la flotación más separación magnética convencionales, para 15 kilogauss.

Resultará evidente, en particular considerando los ejemplos 14 y 15, y comparando los datos tabulados en estos ejemplos con los datos de la Tabla II de esta memoria (Ejemplo III), que la concentración de material en partículas de óxido ferroso-férrico sintetizado que proporciona una eficacia máxima en una separación determinada, es en parte función del modo de síntesis el material en partículas. En general, sin embargo, un margen de concentración útil para el material en partículas de óxido ferroso-férrico, acuoso, sintetizado, es de aproximadamente 10 a 150 ml/1,8 kg de arcilla seca, en la que cada uno de dichos ml incluye aproximadamente 0,05 equivalentes gramo de  $Fe_3O_4$ . Puede observarse que esto corresponde a un margen de aproximadamente a 0,23 a 3,2 kg, por tonelada de arcilla seca, de  $Fe_3O_4$ , porque, como se ha mencionado anteriormente, cada 100 ml del material en partículas, acuoso, anteriormente menciona-

do, contiene aproximadamente 5 equivalentes gramo de  $Fe_3O_4$ .

Ejemplo XVII

5                   En este ejemplo, se utilizaron materiales en  
partículas, acuosos, de materiales ferrimagnéticos adicionales,  
como materiales en partículas de siembra en la presente  
10                   invención. En particular, se prepararon ferritos de níquel  
y cobalto, utilizando el procedimiento descrito en "Prepara-  
ción, crecimiento y estudio de partículas de ferritos ultra-  
finas" (Schuelle, W. J. y Deetscreek, V. D., J. Appl. Phys.  
32 Suppl, Nº 3, página 235S, (1961)). Este es similar al mé-  
todo de Elmore mencionado anteriormente, para producir óxido  
15                   ferroso férrico. De este modo, se mezcló cloruro de níquel  
(o de cobalto) con el cloruro férrico, en la proporción mo-  
lar de 1:1,8 (como para el óxido ferroso férrico) y se añadió  
20                    $NH_4OH$  a la mezcla, rápidamente.

Los materiales en partículas, de siembra, magnéticos,  
así preparados, se utilizaron, seguidamente, para  
20                   sembrar muestras de suspensiones de arcilla de caolín del  
tipo de "arcilla B". Las suspensiones sembradas se hicieron  
pasar, seguidamente, por un aparato de separación magnética  
del tipo descrito en relación con el Ejemplo II. Se empleó  
una matriz de lana de acero, empaquetada al 7,5%. El ajuste  
25                   de bombeo fue de 10 (correspondiente a un tiempo de per-



manencia de 72 segundos); y se utilizó una intensidad de campo de 15 kilogauss. Se varió la proporción de dosificación del material en partículas de siembra. Los datos de luminosidad obtenidos en consecuencia, se exponen en la Tabla XVII siguiente:

5

Tabla XVII

Material en partículas, de siembra, magnético	Concentración (ml/1,8 kg <u>az</u> cilla)	Luminosidad		TiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
		Producto	Lixiviado (3,6 kg/t)		
NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	25	86,8	89,6	0,93	0,13
NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	40	88,4	90,7	0,81	0,11
CoFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	25	87,5	90,0	0,78	0,16
CoFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	40	88,2	90,6	0,81	0,16

15

20

Como puede comprobarse por los datos de control de la Tabla I, estos resultados son inferiores a los obtenidos mediante la flotación unida a la separación magnética, de la técnica anterior. Sin embargo, en todos los casos, son superio-

25



res a la separación magnética de la técnica anterior, realizada en condiciones similares, pero sin utilizar los métodos de siembra de la presente invención.

5 Aunque la presente invención ha sido expuesta particularmente en términos de realizaciones específicas de la misma, se entenderá, en vista de la presente memoria, que dentro del alcance de la presente enseñanza, residen todavía numerosas variaciones sobre la invención. Por consiguiente, la invención ha de considerarse en términos generales, y limitada  
10 da solamente al alcance y espíritu de las reivindicaciones que ahora se adjuntan a la misma.

15

20

25



29 EN

5

- REIVINDICACIONES -

10

1ª.- Un método para separar magnéticamente contaminantes que hacen variar el color, poco susceptibles de ser atraídos magnéticamente, desde una arcilla de caolín cruda, que comprende las operaciones de: formar una suspensión acuosa dispersada de dicha arcilla; sembrar dicha suspensión con un material en partículas, de partículas magnéticas finamente divididas; y someter la suspensión sembrada a un campo magnético para flocular magnéticamente dichos contaminantes y dichas partículas de siembra, y para eliminar por lo menos parte de dicho material en partículas, junto con dichos contaminantes.

15

20

2ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª, en el que dichas partículas de siembra son ferrimagnéticas.

25

3ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 2ª, en el que dicho material en partículas compren-

15.1.76

29 ENE. 1976

de óxido ferroso férrico.

5 4ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 3ª, que incluye, además, lixiviar el producto purificado procedente de dicha operación de floculación y separación magnética, para eliminar el exceso de hierro, incluyendo por lo menos parte de las cantidades remanentes de dicho material en partículas de siembra.

10 5ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 3ª, en el que por lo menos el 50% en peso de dichas partículas de siembra son inferiores a 30 micras de diámetro esférico equivalente.

15 6ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 3ª, en el que dicho material en partículas es el producto de la coprecipitación acuosa de sales de hierro (III) con sales de hierro (II), en presencia de un exceso de una base fuerte.

20 7ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 6ª, en el que dicho material en partículas, acuoso, se añade a dicha suspensión en concentraciones comprendidas entre aproximadamente 10 a 150 ml por cada 1,8 kg de arcilla seca, en el que cada uno de dicho ml incluye aproximadamente 0,05 equivalentes gramo de  $Fe_3O_4$ .

25 8ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 6ª, en el que dicho material en partículas se añade en concentraciones que incluyen desde aproximadamente 230 a

29



3.200 equivalentes gramo de  $Fe_3O_4$  por tonelada de arcilla seca.

5           9ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 6ª, en el que por lo menos el 50% de dichas partículas en peso, son inferiores a una micra de diámetro esférico equivalente.

10          10ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 6ª, en el que dicho óxido ferroso férrico tiene una proporción de hierro (III) a hierro (II) comprendida entre aproximadamente de 1 a 2,5.

11ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 10ª, en el que dicha proporción está comprendida en el margen de aproximadamente 1,5 a 2,0.

15          12ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª, en el que dicho campo magnético tiene una intensidad media tan baja como de 5 kilogauss.

20          13ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 12ª, en el que dicha suspensión sembrada se somete a dicho campo magnético, haciendo pasar dicha suspensión a través de una matriz ferromagnética, porosa, colocada en dicho campo.

25          14ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 13ª, en el que dicha matriz comprende lana de acero.

15ª.- Un método de acuerdo con la reivindi-



cación 13<sup>a</sup>, en el que dicha matriz comprende bolas de acero.

5                    16<sup>a</sup>.- Un método de acuerdo con la reivindicación 13<sup>a</sup>, en el que dicha matriz comprende tachuelas de acero.

17<sup>a</sup>.- Un método de acuerdo con la reivindicación 13<sup>a</sup>, en el que dicho campo magnético tiene una intensidad media comprendida entre aproximadamente 5 y 15 kilogauss.

10                   18<sup>a</sup>.- Un método de acuerdo con la reivindicación 14<sup>a</sup>, en el que dicho campo magnético tiene una intensidad media comprendida entre aproximadamente 15 y 22 kilogauss.

15                   19<sup>a</sup>.- Un método de acuerdo con la reivindicación 18<sup>a</sup>, en el que el tiempo de permanencia de dicha suspensión en dicho campo magnético es de 15 segundos, por lo menos.

20                   20<sup>a</sup>.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1<sup>a</sup>, en el que dicho material en partículas comprende un ferrofluido.

21<sup>a</sup>.- Un método de acuerdo con la reivindicación 20<sup>a</sup>, en el que dicho ferrofluido comprende un material en partículas de óxido ferroso férrico dispersado en un vehículo portador orgánico.

25                   22<sup>a</sup>.- Un método de acuerdo con la reivindi-

cación 5ª, en el que dicho material en partículas comprende magnetita natural.

5 23ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 2ª, en el que dicho material en partículas comprende un ferrito magnético.

24ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 23ª, en el que dicho ferrito comprende  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ .

25ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 23ª, en el que dicho ferrito comprende  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ .

10 26ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 6ª, en el que dicho material en partículas se prepara calentando una solución acuosa de dichas sales de hierro y añadiendo, rápidamente, dicha base a ella, para favorecer la producción, en dicho material en partículas, de gran número de diminutos núcleos de siembra.

15 27ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 26ª, en el que dicha base comprende hidróxido amónico.

20 28ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 26ª, en el que dicho material en partículas, acuoso, se añade a dicha suspensión en concentraciones comprendidas entre aproximadamente 10 y 65 ml por cada 1,8 kg de arcilla seca, donde cada uno de dichos ml incluye aproximadamente 0,05 equivalentes gramo de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

25 29ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación

ción 28ª, en el que dicho material en partículas, acuoso, se añade en concentraciones comprendidas entre aproximadamente 20 y 40 ml por cada 1,8 kg de arcilla seca.

5 30ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 28ª, en el que dicha suspensión sembrada se somete a dicho campo magnético, haciendo pasar dicha suspensión por una matriz ferromagnética, porosa, situada en dicho campo.

10 31ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 30ª, en el que dicha matriz comprende lana de acero y en el que dicho campo es de una intensidad media tan baja como de 5 kilogauss.

15 32ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 31ª, en el que dicho campo tiene una intensidad media comprendida entre aproximadamente 5 y 15 kilogauss.

33ª.- Un método para separar magnéticamente contaminantes que hacen variar el color, poco susceptibles de ser atraídos magnéticamente, desde una arcilla.

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

Esta Memoria consta de ochenta hojas escritas

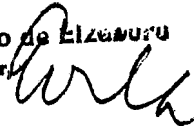
25

11.5.77

a máquina por una sola cara.

Madrid, 6. MAY 1977

P.A. Alberto de Elzauru  
Por Poder



5

10

15

20

25

11.5.77  
E.E.L.  
