

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

10 ES

11  
21

449007

10 A1

22

FECHA DE PRESENTACION

6-7-76



PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
------------------------------	----------	---------

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL B28C	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION  
UN METODO DE TRATAMIENTO DE UNA ARCILLA PARA MEJORAR SUS PROPIEDADES REOLOGICAS.

71 SOLICITANTE (S)  
ENGLISH CLAYS LOVERING POCHIN & COMPANY LIMITED

DOMICILIO DEL SOLICITANTE  
John Keay House, St. Austell, Cornwall, England. Inglaterra

72 INVENTOR (ES)  
Jan Ivan BIDWELL, Roger William ADAMS y Walter Briam JEPSON todos de nacionalidad británica, los cuales han cedido sus derechos a la compañía solicitante.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE  
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU





1 de revestimiento de papel de manera que tenga que separarse  
la cantidad mínima de agua del papel de base revestido por  
evaporación. En los modernos aparatos de revestimiento de  
papel, la composición de revestimiento del papel se somete  
5 a unos grados de cizallamiento que pueden ser hasta de 10.000  
seg<sup>-1</sup>, o incluso mayores, y es importante que las propieda-  
des reológicas de un pigmento de revestimiento sean tales  
que la composición de revestimiento del papel todavía sea  
10 fluída bajo estas condiciones. También se obtiene una impor-  
tante ventaja si cuando el pigmento de revestimiento de papel  
se prepara en forma de suspensión acuosa defloculada de gran  
contenido en sólidos, permanece fluído incluso después de va-  
rios días de almacenamiento de manera que el pigmento sea  
capaz de ser transportado en forma de pasta y de ser bombea-  
15 do con éxito al llegar a su destino.

Con frecuencia se han encontrado depósitos naturales  
de arcillas con buena blancura y tamaño fino de partícula pe-  
ro con propiedades reológicas inferiores de manera que son  
inadecuados, por ejemplo, para uso en los procesos de colada  
20 con pasta líquida o como pigmentos para el revestimiento de  
papel. Evidentemente es conveniente poder mejorar las propie-  
dades reológicas de estas arcillas para que cumplan las nor-  
mas requeridas para ser adecuadas para uso en los procesos  
de colada con pasta líquida o como pigmentos para el revesti-  
25 miento del papel y un objeto de esta invención es proporcio-  
nar un método de tratamiento de una arcilla con propiedades  
reológicas naturales malas para obtener a partir de la misma  
un material cuyas propiedades reológicas son tales que puede  
ser utilizado como pigmento para el revestimiento del papel  
30 o en los procesos de colada con pasta líquida.



1

5

10

15

20

25

30

En la memoria de la patente británica n°1.228.538 se describe un método de formación de una caolinita revestida con propiedades físicas mejoradas, especialmente en lo que se refiere a su uso en sistemas poliméricos orgánicos, cuyo método consiste en formar una suspensión de una caolinita, en la que está disuelto un compuesto o compuestos capaz de formar, solo o en combinación, un gel inorgánico cuando se modifica el pH de la pasta y ajustar el pH de la pasta para formar el gel inorgánico y producir la deposición de dicho gel sobre la superficie de la caolinita. La memoria indica que los geles inorgánicos adecuados son el silicato magnésico, silicato de aluminio, sílice y alúmina y el método es ilustrado por numerosos ejemplos, en uno de los cuales (el Ejemplo 4) una caolinita se trata con hidróxido de aluminio en una cantidad superior a 10 mg de aluminio (Al) por gramo de arcilla.

De acuerdo con esta invención, se proporciona un método de tratamiento de una arcilla para mejorar sus propiedades reológicas, que consiste en formar una mezcla de una suspensión acuosa de la arcilla a un pH comprendido entre 5 y 9 y una cantidad de un hidroxipolímero inorgánico de aluminio débilmente cargado con una carga positiva, tal que haya en la mezcla de 0,5 mg a 10,0 mg de aluminio por gramo de arcilla, calculado sobre el peso seco.

Se cree que el hidroxipolímero inorgánico de aluminio débilmente cargado con una carga positiva utilizado en el método de esta invención es de estructura similar a la de la gibbsita, pero con un espesor de solamente una o dos capas moleculares. Se trata de un polímero inorgánico de tipo salino, que contiene aluminio (que puede ser preparado en forma



1

sólida, en suspensión o en solución) que comprende varias especies poliméricas diferentes en las que los iones aluminio están parcialmente hidrolizados por el álcali y la relación promedia de iones hidróxido a iones aluminio está com-

5

prendida entre 0,5 y 2,8. El hidroxipolímero inorgánico de aluminio débilmente cargado con una carga positiva puede ser precipitado in situ en la mezcla, mezclando con una suspen-

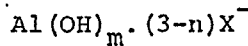
10

sión de arcilla una sal soluble en agua de aluminio siendo el pH de la suspensión en el momento de la adición de la sal soluble en agua tal que el hidroxipolímero no precipita y después ajustando el pH de la suspensión a un valor com-

15

prendido entre 5 y 9 mediante la adición de una base o de un ácido adecuados, según sea necesario, para precipitar prácticamente por completo el hidroxipolímero de aluminio deseado. Las bases adecuadas para este fin son los carbonatos o hidróxidos de litio, sodio, potasio y amonio y los ácidos adecuados son el ácido sulfúrico, ácido clorhídrico y ácido nítrico. El hidroxipolímero inorgánico de aluminio que se obtiene de esta forma puede ser representado en general por la fórmula

20

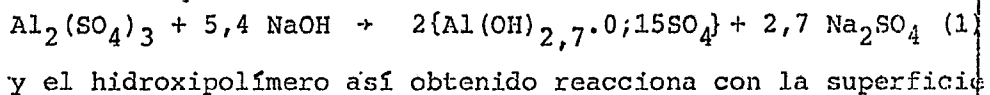


donde  $0,5 \leq n \leq 2,8$  y  $\text{X}^-$  es  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$  o  $1/2 \cdot \text{SO}_4^{2-}$ . El hidroxipolímero inorgánico de aluminio puede ser producido, por ejemplo, valorando una solución de una sal de aluminio con una

25

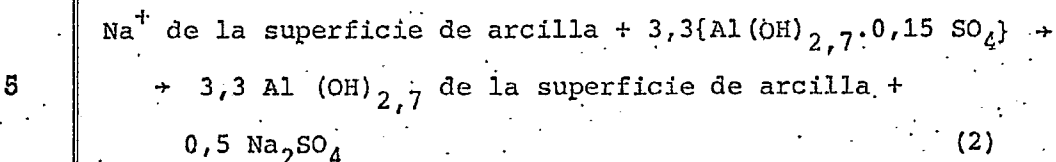
base hasta una relación final OH/Al de alrededor de 2,7:1; si se utiliza sulfato de aluminio e hidróxido sódico, la reacción que ocurre puede representarse por el siguiente esquema:

30





1 de las partículas de arcilla y desplaza los cationes inter-  
cambiables que pueden ser, por ejemplo, iones  $\text{Na}^+$ , de acuer-  
do con el siguiente esquema de reacción:



10 Cuando se forma el hidroxipolímero inorgánico de alu-  
minio in situ, es preferible, después de agregar la sal de alu-  
minio soluble en agua a la suspensión acuosa de arcilla,  
ajustar el pH de la mezcla para que esté comprendido entre  
6,0 y 8,0 y produzca la precipitación del hidroxipolímero  
inorgánico de aluminio.

15 Preferiblemente, la cantidad de hidroxipolímero inorgá-  
nico de aluminio mezclada con la suspensión acuosa de arcilla  
o formada in situ es tal que hay de 1,0 a 7,0 mg y más venta-  
josamente de 1,0 a 4,0 mg de aluminio por gramo de arcilla,  
calculado sobre el peso seco. La dosis óptima de hidroxipo-  
límero inorgánico de aluminio para una arcilla particular  
está comprendida generalmente dentro del intervalo preferido  
20 citado y puede ser determinada experimentalmente. Sin embar-  
go, no debe utilizarse una cantidad de hidroxipolímero inor-  
gánico de aluminio tal que la cantidad de aluminio presente  
sea superior a 10 mg por gramo de arcilla seca ya que la me-  
jora de las propiedades reológicas de la arcilla alcanza un  
25 máximo a una dosis de aluminio que es inferior a 10 mg de  
aluminio por gramo de arcilla seca y cuanto mayor sea la do-  
sis de aluminio mayor es la cantidad de defloculante que se-  
rá necesaria posteriormente para deflocular la arcilla.

30 Es ventajoso someter la arcilla, como masa plástica,  
a un trabajo mecánico, por ejemplo en una amasadora, un moli-



1 no amasador de arcilla o un molino de muelas verticales,  
durante un tiempo suficiente para disipar en la masa plástica  
por lo menos 50 caballos-hora de energía por tonelada larga de arcilla  
seca ( $1,3 \times 10^5$  julios/kg): esto puede hacerse antes o des-  
5 pués de que la arcilla se ha mezclado con el hidroxipolímero  
inorgánico de aluminio insoluble en agua y débilmente cargado  
con una carga positiva.

10 La suspensión acuosa de arcilla obtenida al realizar  
el método de la invención puede ser desaguada por medios  
convencionales, por ejemplo por filtración o en una centrífuga,  
para formar una torta. La torta así producida puede ser  
secada, si es necesario, a una temperatura que preferiblemente  
no es superior a  $120^{\circ}\text{C}$ . Puede ser ventajoso lavar la torta  
con agua limpia, v.g. agua de río o agua corriente, vol-  
15 viendo a suspender y desaguar la arcilla por lo menos una vez  
más antes de secar o utilizar la arcilla en cualquier forma;  
este agua "limpia" no debe contener más de 20 ppm de  $\text{Ca}^{++}$  y  
 $\text{Mg}^{++}$ , no más de 20 ppm de  $\text{Na}^{+}$  y no más de 20 ppm de silica-  
tos expresados como  $\text{SiO}_2$ . Si se desea evitar las operaciones  
20 de volver a suspender la torta en agua limpia y después fil-  
trar de nuevo, debido a que estas operaciones son molestas  
y caras a gran escala, es posible preparar el hidroxipolíme-  
ro inorgánico de aluminio independientemente de la suspensión  
de arcilla. El hidroxipolímero inorgánico de aluminio puede  
25 ser obtenido como precipitado añadiendo una solución de una  
base a una solución de una sal de aluminio. Después el preci-  
pitado es desaguado y suspendido de nuevo en agua limpia. La  
suspensión del hidroxipolímero inorgánico de aluminio puede  
ser mezclada entonces con la suspensión de arcilla en la can-  
30 tidad apropiada y el pH ajustado, si es necesario, a un valor



1

comprendido entre 5 y 9. Después la suspensión resultante puede ser desaguada sin ninguna etapa adicional de lavado.

5

La suspensión acuosa de arcilla a tratar por el método de esta invención contiene preferiblemente no más de 200 ppm, y todavía mejor no más de 50 ppm, de sílice disuelta expresada como  $SiO_2$ . Si es necesario tratar una suspensión de arcilla que inicialmente contiene una concentración mayor de sílice disuelta, es decir, más de 200 ppm expresada como  $SiO_2$ , la suspensión de arcilla debe ser desaguada y redispersada en agua limpia antes de emplear el método de esta invención.

10

15

20

25

30

Aunque la arcilla puede ser tratada por el método de la invención antes de ser sometida a un proceso de blanqueo reductivo, es ventajoso tratar la arcilla por el procedimiento de la invención simultáneamente con o posteriormente al proceso de blanqueo reductivo, como se describe en la memoria de la patente británica n°520.498. En un procedimiento, la arcilla, si ya no está en forma de suspensión, se mezcla primero con agua para formar una suspensión; el contenido en sólidos de la suspensión se ajusta a un valor comprendido entre 5 y 20 % en peso de sólidos y el pH de la suspensión se ajusta entre 2,5 y 5,5. Después la suspensión se trata con una sal de aluminio soluble en agua, se ajusta el pH si es necesario con un ácido mineral o con una base a un valor comprendido entre 2,5 y 3,0 y se agrega un agente blanqueador reductor. Después el pH se eleva por adición de una base adecuada hasta un valor comprendido entre 5 y 9 y se filtra la suspensión. La torta del filtro resultante se suspende de nuevo en agua limpia, se filtra de nuevo y la torta se seca a una temperatura no superior a 120°C. En otro procedi-



1 miento, el pH de la suspensión de arcilla se reduce primero  
a un valor comprendido entre 2,5 y 3,0, después se agrega  
el agente blanqueador reductor, se eleva preferiblemente el  
5 pH a un valor comprendido entre 3,0 y 5,5 y después se añade  
la sal de aluminio soluble en agua. Después se eleva el pH  
por adición de una base adecuada, se filtra la suspensión, se  
suspende de nuevo la torta y se filtra otra vez y a continua-  
ción se seca la torta como se ha descrito antes. En otro pro-  
10 cedimiento posible, el pH de la suspensión de arcilla se re-  
duce primero a un valor comprendido entre 2,5 y 3,0, después  
se añade la sal de aluminio soluble en agua y a continuación  
el agente blanqueador reductor. Después se eleva el pH por  
adición de una base adecuada, se filtra la suspensión, se  
suspende y se filtra de nuevo la torta y a continuación se  
15 seca.

Cualquiera que sea el procedimiento adoptado, no se  
debe dejar la suspensión de arcilla en presencia de la sal  
de aluminio a un pH bajo, es decir, a un pH inferior a 5,0,  
durante más de unas 10 horas. Preferiblemente la suspensión  
20 de arcilla no se deja en presencia de la sal de aluminio a  
un pH inferior a 6,5 durante más de algunas horas.

El procedimiento de la invención es especialmente  
adecuado para el tratamiento de las arcillas caoliníticas,  
v.g. caolín (también conocida por china) pero también puede  
25 ser utilizado para otras arcillas del grupo de la kandita  
que comprende la caolinita, dickita, nacrita y haloisita.

En una realización preferida de la invención, una  
suspensión de la arcilla en agua, cuyo contenido en sólidos  
se ajusta entre 5 y 20 % en peso de sólidos y cuyo pH se  
30 ajusta entre 2,5 y 5,5, se trata con una sal de aluminio so-



1

luble en agua en una cantidad tal que hay presente en la suspensión de 1,0 a 7,0 mg de aluminio por gramo de arcilla

5

seca. Después el pH de la suspensión se ajusta dentro de un corto período de tiempo mediante la adición de una base adecuada, de manera que se encuentre entre 6 y 8. La suspensión acuosa es después desaguada y la torta resultante se

10

suspende de nuevo en agua limpia y de nuevo se desagua. La arcilla desaguada se somete a un trabajo mecánico antes de ser secada, es decir, mientras se encuentra en forma de masa plástica, durante un tiempo suficiente para disipar en la arcilla por lo menos 50 caballos-hora de energía por tonelada de arcilla (calculado sobre el peso seco). La arcilla desaguada y mecánicamente trabajada se seca después a una temperatura no superior a 120°C.

15

La invención será ilustrada ahora mediante los siguientes ejemplos. En los ejemplos, el término "concentración de viscosidad" significa la concentración de sólidos, en porcentaje en peso de sólidos, de una suspensión acuosa totalmente defloculada de la arcilla que tiene una viscosidad de 5 poises a 22°C y en cada caso la determinación de la

20

"concentración de viscosidad" se realizó de la siguiente forma: se mezcla una muestra de la arcilla (a) con agua suficiente para formar una suspensión con un contenido conocido de sólidos que es superior en alrededor de un 2 % en peso

25

al de una suspensión totalmente defloculada que justamente fluiría desde el extremo de una varilla de vidrio y (b) con 0,25 % en peso de un poliacrilato sódico defloculante con un peso molecular promedio en número de 1650, calculado sobre

30

el peso de la arcilla seca, siendo formada la mezcla por agitación mediante un mezclador de gran velocidad durante un



1 total de 20.000 revoluciones. Después de mezclar, una mues-  
tra de la suspensión se enfría a 22°C y se mide su viscosi-  
dad en un viscosímetro Brookfield empleando una velocidad de  
5 100 rpm y un husillo n°3, cuya combinación de husillo y velo-  
cidad de rotación da un grado de cizallamiento de 30 seg<sup>-1</sup>.  
Después se agrega agua suficiente para reducir el contenido  
en sólidos de la suspensión en alrededor del 2 % en peso y  
la viscosidad se mide de nuevo después de corregir la tempe-  
ratura a 22°C. El contenido en sólidos de la suspensión di-  
10 luída se comprueba pesando una muestra antes y después de  
evaporar a sequedad. Se calcula la inversa de la raíz cua-  
drada de la viscosidad en poises para cada contenido en só-  
lidos y los dos puntos se representan en un gráfico. Uniendo  
los dos puntos con una línea recta, puede determinarse des-  
15 pués el contenido en sólidos de la suspensión que tendría  
una viscosidad de 5 poises a 22°C.

En la mayoría de los ejemplos se ha utilizado agua  
desionizada en el ensayo pero en lugar de agua desionizada  
puede utilizarse "agua limpia" como se ha descrito antes.

20 Los Ejemplos 1 a 17 tratan principalmente de la pro-  
ducción de una arcilla adecuada para uso como pigmento para  
el revestimiento de papel mientras que los Ejemplos 18 a 21  
tratan principalmente de la producción de una arcilla adecua-  
da para uso en un procedimiento de colada con pasta líquida.

#### EJEMPLO 1

25 Se suspende en agua un caolín inglés, que tiene una  
distribución de tamaños de partícula tal que el 80 % en peso  
está constituido por partículas menores de 2 micras de diáme-  
tro esférico equivalente pero con malas propiedades reológi-  
cas, para formar una suspensión con un contenido en sólidos  
30



1 del 10 % en peso y un pH de 4,5 aproximadamente. Se añade una  
solución aproximadamente 0,2M de sulfato de aluminio, con agi-  
tación, en cantidad suficiente para proporcionar 1 mg de alu-  
minio por gramo de arcilla seca. Poco después se añade con  
5 agitación una solución aproximadamente 1M de sosa cáustica  
hasta que el pH de la suspensión asciende a 7,5. Después la  
suspensión se filtra para dar una torta de filtro que contie-  
ne alrededor de 40 % en peso de agua. La torta se suspende de  
nuevo en agua desionizada para formar una suspensión que con-  
tiene 10 % en peso de sólidos y luego la suspensión se filtra  
10 por segunda vez. La torta se seca durante 16 horas a 80°C en  
una estufa bien ventilada y se mide la concentración de vis-  
cosidad de la arcilla seca. El procedimiento se repite para  
diferentes dosis de aluminio y los resultados obtenidos se  
15 encuentran en la siguiente Tabla I.

TABLA I

<u>Dosis de aluminio (mg Al/g de arcilla)</u>	<u>Concentración de vis- cosidad (% en peso)</u>
0	52,3
1,0	62,8
2,0	66,2
2,5	66,9
3,0	67,7
3,5	67,9
4,0	67,0

20  
25 Puede observarse que la concentración de viscosidad  
alcanza un máximo cuando la dosis de aluminio es alrededor  
de 3,5 mg de Al/g de arcilla y comienza a disminuir cuando la  
dosis de aluminio aumenta por encima de este valor óptimo.



1

EJEMPLO 2

5

Un caolín inglés, con una distribución de tamaños de partícula tal que el 75 % en peso está constituido por partículas menores de 2 micras de diámetro esférico equivalente y con propiedades reológicas medianas, se trata en la forma descrita en el Ejemplo 1 y se encuentra que la cantidad óptima de aluminio a utilizar es de 1,5 mg de Al por gramo de arcilla seca. Después se repite el procedimiento del Ejemplo 1 utilizando la dosis óptima a excepción de que el pH final después de la adición de sosa cáustica es solamente 5,5.

10

La arcilla tratada se filtra, se lava, se filtra de nuevo y se seca, como en el Ejemplo 1, y se mide la concentración de viscosidad. Se repite después el experimento para diferentes valores finales del pH y los resultados obtenidos se encuentran en la siguiente Tabla II.

15

TABLA II

<u>pH final</u>	<u>Concentración de viscosidad (% en peso)</u>
5,5	69,2
6,0	69,7
6,5	70,5
7,0	70,3
7,5	70,5
8,0	69,9
9,0	69,3

20

Puede observarse que el pH final óptimo está comprendido entre 6,5 y 7,5 aproximadamente.

25

EJEMPLO 3

Una suspensión del mismo caolín inglés utilizado en el Ejemplo 2 se divide en dos porciones, A y B. La porción A se trata exactamente como en el Ejemplo 1 y la porción B se

30



1 trata como en el Ejemplo 1 pero se omiten las operaciones de  
 5 suspender la torta del filtro en agua desionizada y filtrar  
 una segunda vez. Se mide la concentración de viscosidad de  
 cada muestra de arcilla y los resultados obtenidos se encuen-  
 10 tran en la siguiente Tabla III.

TABLA III

Dosis de aluminio, (mg de Al/g de arcilla)	Concentración de viscosidad, (% en peso)	
	Porción A	Porción B
0	68,0	68,0
0,5	68,7	68,8
0,75	69,2	69,2
1,0	69,7	69,5
1,5	70,4	68,6
2,0	70,5	68,1
2,5	70,5	-

15 Esto demuestra que la omisión de las operaciones de  
 lavado produce una reducción de la concentración de viscosi-  
 dad máxima que puede ser obtenida.

EJEMPLO 4

20 Una suspensión que contiene 10 % en peso de un caolín  
 inglés, con una distribución de tamaños de partícula tal que  
 el 75 % en peso está constituido por partículas mayores de  
 2 micras de diámetro esférico equivalente y con propiedades  
 25 reológicas medianas, se trata como se ha descrito en el Ejem-  
 plo 1 y se encuentra que la dosis óptima de aluminio es de  
 2 mg de Al por gramo de arcilla. Otras muestras de la misma  
 arcilla se suspenden en agua para formar suspensiones con di-  
 ferentes contenidos en sólido que varían entre 2,5 % y 30 %  
 30 en peso y estas se tratan después como en el Ejemplo 1 y se



1 miden las concentraciones de viscosidad. Los resultados se encuentran en la Tabla IV bajo el título de "Operación 1".

5 Se prepara otra serie de suspensiones de diferentes contenidos en sólidos y después las suspensiones se tratan como en el Ejemplo 1 a excepción de que las operaciones de suspensión en agua desionizada y filtración por segunda vez se realizan dos veces más, con tres operaciones de lavado en total. Se miden las concentraciones de viscosidad y los resultados se encuentran en la Tabla IV bajo el título "Operación 2".

10

TABLA IV

Concentración de viscosidad, (% en peso)

<u>Contenido en sólidos (% en peso)</u>	<u>Operación 1</u>	<u>Operación 2</u>
2,5	70,9	-
5,0	70,5	-
10,0	70,8	71,1
15,0	70,2	71,0
20,0	70,4	71,2
25,0	69,5	70,8
30,0	69,0	70,7

15

20

Puede observarse que si la arcilla tratada con aluminio se lava muy bien, la tendencia a disminuir la concentración de viscosidad con el aumento del contenido en sólidos se reduce significativamente.

25

Una tercera serie de suspensiones de la arcilla, todas ellas al 10 % en peso de sólidos, se trata como en el Ejemplo 1 a excepción de que se omiten las operaciones de suspensión de la torta en agua desionizada y filtración por segunda vez y en lugar de ello la torta se suspende de nuevo en soluciones

30



1 de sulfato sódico de concentraciones variables. En todos los  
 casos la suspensión se filtra de nuevo, la torta se seca y  
 se mide la concentración de viscosidad de la arcilla seca.  
 Los resultados se encuentran en la siguiente Tabla V.

5 TABLA V

Na <sup>+</sup> calculado sobre la arcilla (ppm)*	Concentración de viscosidad, (% en peso)
73	70,0
106	69,6
153	69,4
166	69,2

10 \* Esta cifra representa el número de gramos de Na<sup>+</sup> por 10<sup>6</sup>  
 gramos de arcilla. Estos resultados indican que la tendencia  
 a que la concentración de viscosidad disminuya al aumentar el  
 contenido en sólidos es función de la cantidad de ion Na<sup>+</sup> o  
 más generalmente de ion metálico alcalino adsorbido sobre los  
 sólidos arcillosos.

15 EJEMPLO 5

20 100 Tm. de un caolín inglés que ha sido refinado uti-  
 lizando un agente dispersante de poliacrilato sódico con un  
 peso molecular promedio en número de 1650 hasta una distribu-  
 ción de tamaños de partícula tal que el 72 % en peso está  
 constituido por partículas menores de 2 micras de diámetro  
 esférico equivalente se suspenden en agua y la suspensión se  
 25 espesa por sedimentación gravitatoria hasta un contenido en  
 sólidos del 17 % en peso. Unas muestras de esta suspensión  
 se tratan en el laboratorio como en el Ejemplo 1. y se encuen-  
 tra que la dosis óptima de aluminio es de 3,0 mg de aluminio  
 por gramo de arcilla. La concentración de viscosidad inicial  
 30 de la arcilla no tratada es del 59,0 % en peso y la concentra-



1 ción de viscosidad máxima obtenida en el laboratorio es del  
67,2 % en peso.

5 Después el resto de la suspensión se trata en el apa-  
rato indicado en la Figura 1 de los dibujos que acompañan a  
esta memoria. La suspensión entra en un tanque 1 agitado a  
través de un conducto C y se agrega a través del conducto A  
una solución aproximadamente 1M de sulfato de aluminio en  
una cantidad tal que la dosis de aluminio es de 3,0 mg de  
10 aluminio por gramo de arcilla seca (correspondiente a 4256  
libras (1930,5 kg) de sulfato de aluminio). La suspensión  
mixta se pasa por un conducto 2 a un tanque 3 al que también  
se ha añadido hidróxido sódico a través de un conducto S has-  
ta que el pH es 7,5. La cantidad total de hidróxido sódico  
15 agregada es de 160 libras (72,6 kg). La suspensión de arcilla  
abandona el tanque 3 por el conducto 4 y se divide de manera  
que el 75 % pasa a lo largo de un conducto 5 hasta un filtro-  
prensa 7 y el 25 % pasa a lo largo de un conducto 6 hasta un  
filtro-prensa 8. La cantidad de suspensión suministrada al  
filtro-prensa 7 llena solamente el 75 % del volumen total de  
20 las cámaras del filtro-prensa. Primero se prensa la suspen-  
sión de arcilla del filtro-prensa 8 y la torta se deja caer  
en una mezcladora 9, donde es suspendida de nuevo en agua lim-  
pia suministrada a través de un conducto W para formar una  
suspensión que contiene 17 % en peso de sólidos. Esta suspen-  
25 sión se bombea a través de un conducto 10 para completar el  
llenado del filtro-prensa 7. Se filtra la suspensión y se sa-  
ca la torta.

30 Se seleccionan al azar 10 tortas del filtro-prensa y  
se toman un total de 29 muestras cilíndricas de las 10 tortas,  
siendo tomada cada muestra de todo el espesor de una sola tor



1 ta. Las muestras cilíndricas se secan a 80°C durante 16 ho-  
ras y se pulverizan y después se mide la concentración de  
viscosidad de cada una de ellas. El valor medio es 66,9 % que  
5 concuerda bien con el valor de 67,2 % obtenido en el labora-  
torio.

Se prepara otra suspensión conteniendo 100 Tm de la  
misma arcilla al 17 % en peso de sólidos y se trata en el  
aparato descrito en la Figura 2 de los dibujos que acompañan  
a esta memoria. Primero se toman unas muestras de la suspen-  
10 sión y se tratan en el laboratorio como en el Ejemplo 1, a  
excepción de que las operaciones de volver a suspender en  
agua desionizada y volver a filtrar se realizan dos veces  
más con un total de tres operaciones de lavado como en la  
Operación 2 del Ejemplo 4. Se halla que la concentración de  
15 viscosidad óptima es de 69,0 % en peso, que es considerable-  
mente mejor que el valor del 67,2 % en peso obtenido en el  
laboratorio después de una sola operación de lavado. La sus-  
pensión se trata con sulfato de aluminio en un tanque 1 agita-  
do y con sosa cáustica en un tanque 3 agitado, exactamente  
20 como se ha descrito al tratar del aparato mostrado en la Fi-  
gura 1. Después se pasa a través de un conducto 4 una canti-  
dad de suspensión suficiente para llenar un filtro-prensa 11,  
se filtra la arcilla y las tortas se dejan caer sobre la pla-  
taforma P. Por el conducto 13 se envía el 75 % de las tortas  
25 a unas amasadoras. 17 del tipo de hélice y desde allí a un  
secadero D y el 25 % restante se envía por el conducto 14 a  
una mezcladora 15 donde se suministra a través de un conducto  
W agua limpia suficiente para formar una suspensión que con-  
tiene 17 % en peso de sólidos. En el ciclo siguiente, el fil-  
30 tro-prensa 11 se llena hasta tres cuartos de su capacidad con



1 la suspensión tratada a través del conducto 4 y el cuarto  
restante con suspensión limpia a través del conducto 16. De  
nuevo, después de filtrar en el filtro-prensa, se envía el  
75 % de la torta a las amasadoras y se seca y el  
5 25 % restante se vuelve a suspender en agua limpia. Después  
de que se ha realizado tres veces el ciclo de volver a suspen-  
der parte de la torta del filtro en agua limpia y volver a  
filtrar, se seleccionan al azar 8 tortas y se toma un total  
de 21 muestras cilíndricas, a través de sus espesores. La con-  
10 centración de viscosidad de cada muestra se determina como  
antes y se encuentra que el valor medio es 68,3 % en peso  
que es solamente un poco más bajo que el valor para la mues-  
tra tratada en el laboratorio.

EJEMPLO 6

15 Una suspensión que contiene 10 % en peso de un caolín  
inglés, con una distribución de tamaños de partícula tal que  
el 75 % en peso está constituido por partículas menores de 2  
micras de diámetro esférico equivalente, se trata como se ha  
descrito en el Ejemplo 1. La concentración de viscosidad inicial  
20 de la arcilla es 66,6 % en peso, la dosis óptima de aluminio es  
1,5 mg de aluminio por gramo de arcilla seca y la concentra-  
ción de viscosidad máxima de la arcilla tratada es 70,1 % en  
peso.

25 En otro experimento, la suspensión se trata como en  
el Ejemplo 1 a excepción de que la adición de solución de so-  
sa cáustica 1M se interrumpe cuando el pH ha llegado a 4,5 y  
después la suspensión se deja en reposo durante 48 horas. Des-  
pués se prosigue la adición de solución de sosa cáustica has-  
30 ta que el pH llega a 7,5 y entonces se filtra la suspensión y  
se lava una vez de acuerdo con el Ejemplo 1. La concentración



1

de viscosidad final es 69,0 % en peso.

5

En un tercer experimento, la suspensión se trata como en el Ejemplo 1 a excepción de que, después de la adición de solución de sosa cáustica 1M para llevar el pH a 7,5, la suspensión se deja en reposo a pH 7,5 durante 48 horas antes de ser filtrada, lavada, filtrada de nuevo y secada. En este caso, la concentración de viscosidad final es 70,0 % en peso de manera que es evidente que el mantenimiento de la suspensión a pH 4,5 durante 48 horas ejerce un efecto perjudicial pero el mantenimiento del pH a 7,5 durante 48 horas no ejerce ningún efecto adverso.

10

EJEMPLO 7

15

Una suspensión que contiene 10 % en peso de un caolín inglés, con una distribución de tamaños de partícula tal que el 75 % en peso está constituido por partículas menores de 2 micras de diámetro esférico equivalente, se divide en 5 porciones iguales, A, B, C, D y E. Se encuentra que una muestra de la suspensión contiene 200 ppm (200 g por 10<sup>6</sup> g de solución acuosa) de silicato disódico, expresado como SiO<sub>2</sub>, en la fase acuosa.

20

25

Se filtra la porción A y la torta se suspende de nuevo en agua limpia para formar una suspensión con un contenido en sólidos del 10 % en peso y un pH de 4,5 para reducir el contenido en silicato. Se realizan adiciones de silicato, como silicato sódico, a las porciones C, D y E para dar los contenidos en silicato indicados en la siguiente Tabla VI.

30



1

TABLA VI

Contenido en silicato de la fase acuosa (ppm expresado como SiO<sub>2</sub>)

5

Porción	
A	20
B	200
C	450
D	600
E	800

10

Cada porción se trata como en el Ejemplo 1 y se determinan las concentraciones de viscosidad correspondientes a las diferentes dosis de aluminio y se representan gráficamente como curvas A a E en la Figura 3 de los dibujos que acompañan a esta memoria. La porción A es la que da el mejor aumento de la concentración de viscosidad desde el 69,5 % hasta el 71,4 % mientras que la porción B presenta una mejora menor hasta el 70,8 %. La porción C da una mejora todavía menor y las porciones D y E no presentan ninguna mejora en absoluto. La dosis óptima de aluminio para las porciones C, D y E es mayor que para las porciones A y B. Puede observarse que el ion silicato ejerce un efecto adverso sobre la respuesta de la arcilla al tratamiento de acuerdo con la invención.

15

20

EJEMPLO 8

25

Se suspende una muestra de caolín inglés crudo en agua limpia y la suspensión resultante se mezcla bien y se divide en 2 porciones, A y B. La porción A se refina para dar un producto con una distribución de tamaños de partícula tal que el 80 % en peso está constituido por partículas menores de 2 micras de diámetro esférico equivalente, utilizando como defloculante silicato sódico en una proporción equivalente a 10 libras (4,540 kg) de silicato sódico P60 por tonelada lar-

30



1

ga (1016 kg) de arcilla (el "silicato sódico P60" es una solución de vidrio soluble con un peso específico de 1,300). La porción B se refina para dar un producto con una distribución de tamaños de partícula tal que el 80 % en peso está constituido por partículas menores de 2 micras de diámetro esférico equivalente, utilizando como defloculante un poliacrilato sódico con un peso molecular promedio en número de 1650, a una dosis de 0,67 g de defloculante seco por kg de arcilla seca. Cada porción es floculada con ácido sulfúrico y se deja espesar hasta un contenido en sólidos de alrededor del 10 % en peso. A esta concentración, la porción A contiene 104 ppm de SiO<sub>2</sub> en la fase acuosa.

5

10

15

Cada porción se trata como en el Ejemplo 1 y se determina la máxima concentración de viscosidad. En otro experimento, se filtra una muestra de la porción A a una concentración del 10 % en peso de sólidos y la torta se suspende de nuevo en agua limpia para formar una suspensión que contiene 10 % en peso de sólidos. Después la suspensión se trata como en el Ejemplo 1. Los resultados se encuentran en la siguiente Tabla VII.

20

TABLA VII

	<u>Porción A</u>	<u>Porción B</u>	<u>Porción A lavada</u>
Concentración de viscosidad original	56,5	56,4	56,5
Concentración de viscosidad máxima	64,0	66,5	66,4

25

Esto demuestra que si la arcilla que ha de ser tratada de acuerdo con la invención ha sido refinada empleando silicato sódico como defloculante, la arcilla debe ser lavada antes del tratamiento. Si se emplea un defloculante que

30



1 no contenga silicato, no se requiere el lavado preliminar.

EJEMPLO 9

5 Una suspensión que contiene 10 % de un caolín inglés con una distribución de tamaños de partícula tal que el 75% en peso está constituido por partículas menores de 2 micras de diámetro esférico equivalente, se trata por el método descrito en el Ejemplo 1 con las siguientes variaciones:

- 10 1. después de que se ha agregado la solución de sulfato de aluminio, se añade ditonito sódico en forma de solución diluída y en una cantidad equivalente a 2,2 g de ditonito sódico por kg de arcilla seca;
- 15 2. la suspensión se deja en reposo durante 15 minutos después de añadir el ditonito sódico para blanquear la arcilla.

20 Después el pH de la suspensión se eleva a 7,5 con solución de sosa cáustica y se completa el proceso como en el Ejemplo 1. Se determina la máxima concentración de viscosidad y los resultados obtenidos se encuentran en la Tabla VIII junto con los resultados obtenidos por tratamiento de una muestra de la misma suspensión de arcilla exactamente como en el Ejemplo 1 y sin adición de ditonito sódico.

TABLA VIII

	<u>Con ditonito</u>	<u>Sin ditonito</u>
25 Concentración de viscosidad original	63,9	63,9
Máxima concentración de viscosidad	69,1	69,2

30 El brillo de la arcilla se midió antes y después del tratamiento con el ditonito sódico como se ha descrito. Como control se blanqueó otra muestra de la suspensión de arcilla con la misma cantidad de ditonito pero se omitió la adi



1

ción de sulfato de aluminio. Los resultados se encuentran en la siguiente Tabla IX.

TABLA IX

5

	<u>Con sulfato de aluminio</u>	<u>Sin sulfato de aluminio</u>
Reflectancia original a la luz de 458 nm de longitud de onda	86,5	86,5
Reflectancia final a la luz de 458 nm de longitud de onda	89,8	89,6
Reflectancia original a la luz de 574 nm de longitud de onda	92,0	92,0
Reflectancia final a la luz de 574 nm de longitud de onda	92,2	92,1

10

Es evidente que el tratamiento de acuerdo con la invención no ha afectado adversamente al proceso de blanqueo.

EJEMPLO 10

15

Una suspensión de la misma arcilla utilizada en el Ejemplo 1 se divide en 2 porciones A y B. La porción A se trata como en el Ejemplo 1 y, después de la segunda operación de filtración, parte de la torta se seca a 80°C y la arcilla seca se combina con el resto de la torta para dar un material que contiene 28 % en peso de agua. La porción B se filtra sin el tratamiento preliminar de acuerdo con la invención y parte de la torta se seca y la arcilla seca se mezcla con el resto de la torta para dar un material que contiene de nuevo 28 % de agua. Las masas plásticas obtenidas de las porciones A y B se someten después a cantidades diferentes de trabajo mecánico en una amasadora de hélice y se miden las concentraciones de viscosidad de las arcillas tratadas. Los resultados se encuentran en la siguiente tabla X.

20

25

30



1

TABLA X

	<u>Trabajo suministrado</u>		<u>Concentraciones de viscosidad,</u> <u>(% en peso)</u>	
	<u>HP-h./Ton julios/kg.10<sup>4</sup></u>		<u>A</u>	<u>B</u>
5	0	0	67,8	52,4
	30	7,9	69,3	60,9
	60	15,9	70,0	63,8
	90	23,8	70,3	64,7

10

Esto demuestra que el tratamiento de acuerdo con esta invención produce una mayor mejora de las propiedades reológicas que el tratamiento convencional en una amasadora de hélice y también que puede obtenerse una nueva mejora de las propiedades reológicas sometiendo una muestra de arcilla que ha sido tratada de acuerdo con la invención a un trabajo mecánico, por ejemplo en una amasadora de hélice.

15

EJEMPLO 11

20

Una suspensión que contiene 10 % en peso de un caolín inglés con una distribución de tamaños de partícula tal que el 75 % en peso está constituido por partículas menores de 2 micras de diámetro esférico equivalente se divide en 2 porciones, A y B. La porción A se trata como en el Ejemplo 1 siendo la dosis de aluminio de 2 mg de aluminio por gramo de arcilla seca y después se divide en dos subporciones A1 y A2.

25

La subporción A2 y la porción B se filtran después, se secan parcialmente y se tratan en una amasadora de hélice como en el Ejemplo 11 pero con un trabajo suministrado de  $13,2 \times 10^4$  julios/kg (50 HP-h./Tm). Las concentraciones de viscosidad de la arcilla original, subporción A1, subporción A2 y porción B se miden después. Cada subporción que ha sido utilizada en los ensayos de concentración de viscosidad se di-

30



1 luye después con agua hasta que la viscosidad es de 200 cp.  
 Después todas las suspensiones se dejan en reposo en un vaso  
 durante una semana y se miden de nuevo las viscosidades de las  
 suspensiones. Los resultados se encuentran en la siguiente  
 5 Tabla XI.

TABLA XI

<u>Arcilla</u>	<u>Concentración de viscosidad (% en peso)</u>	<u>Aumento de viscosidad en una semana (cp)</u>
Original	66,7	150
A1	69,6	100
A2	71,2	620
B	68,8	640

10

15

La arcilla A1 tratada es ligeramente más estable que la arcilla original y la arcilla A2 que ha sido tratada de acuerdo con la invención y después sometida a la acción de la amasadora presenta un aumento de viscosidad aproximadamente igual al de la arcilla original que ha sido sometida a la acción de la amasadora.

EJEMPLO 12

20

25

30

Se emplea una determinada cantidad de un caolín inglés con una distribución de tamaños de partícula tal que el 80 % en peso está constituido por partículas menores de 2 micras de diámetro esférico equivalente y que ha sido secada hasta un contenido en agua del 10,8 % en peso. Parte de esta cantidad se seca a 80°C hasta un contenido nulo en agua y el resto se suspende en agua para formar una suspensión que contiene 10 % en peso de agua y se trata como en el Ejemplo 1, a una dosis de aluminio de 2 mg de aluminio por gramo de arcilla seca. La arcilla tratada con aluminio se divide en dos partes, la primera de las cuales se seca a 80°C hasta un



1 10 % de agua y la segunda se seca a 80°C hasta un contenido nulo en agua.

5 Después cada muestra de arcilla se mezcla con agua que contiene 0,25 % en peso de pirofosfato tetrasódico y 0,05 % en peso de un poliacrilato sódico como agente dispersante, con un peso molecular promedio en número de 1650, estando calculada la cantidad de cada agente dispersante sobre el peso de la arcilla seca. Las mezclas resultantes se agitan en un mezclador de turbina de laboratorio manufacturado por Etablissement Cellier S.A. para formar dos suspensiones, cuyo pH es 7,5 en ambos casos. A intervalos se realizan medidas del contenido en sólidos, de la temperatura y de la viscosidad de la suspensión. No puede detectarse ninguna diferencia de comportamiento entre la arcilla húmeda tratada y la arcilla tratada que ha sido secada hasta un contenido nulo de agua y ambas suspensiones tienen una viscosidad menor a un contenido de sólidos dado que la arcilla no tratada.

10 15 La suspensión de la arcilla tratada que ha sido secada solamente hasta que su contenido en agua es del 10 % en peso se diluye con agua hasta que la viscosidad es de 200 cp. Después la suspensión se deja en reposo en un vaso durante una semana y de nuevo se mide la viscosidad. El aumento de viscosidad es solamente de 150 cp.

20 EJEMPLO 13

25 30 Un caolín inglés con una distribución de tamaños de partícula tal que el 71 % en peso está constituido por partículas menores de 2 micras de diámetro esférico equivalente se divide en dos porciones. La primera porción se suspende en agua y se trata como en el Ejemplo 1, siendo la dosis de aluminio de 1,5 mg de aluminio por gramo de arcilla seca. Des-

6 JUL 1958



1

pués de la segunda etapa de filtración, parte de la arcilla tratada se seca y la arcilla seca se mezcla con la torta del filtro para dar un material con un contenido en humedad del 28 % en peso. Unas muestras de este material se someten a

5

diferentes cantidades de trabajo mecánico en una amasadora de hélice. La segunda porción de arcilla se suspende en agua y el contenido en agua se ajusta al 28 % en peso por el método descrito para la primera porción. Unas muestras de este material también se someten a diferentes cantidades de trabajo mecánico en una amasadora de hélice.

10

Cada muestra de ambas porciones se suspende en agua que contiene 0,25 % en peso de pirofosfato tetrasódico y 0,05 % en peso de un poliacrilato sódico como agente dispersante, con un peso molecular promedio en número de 1650, ambas proporciones calculadas sobre el peso de la arcilla seca, para formar una suspensión que contiene 65 % en peso de sólidos. Se mide la viscosidad de cada suspensión con un viscosímetro de cono y placa Ferranti-Shirley, a un grado de cizallamiento de  $11.200 \text{ seg}^{-1}$  y se representan gráficos de la viscosidad en función del trabajo suministrado. Se observa que la arcilla tratada de acuerdo con la invención da unas viscosidades consistentemente menores que la arcilla no tratada. Las cifras representativas tomadas de los gráficos se encuentran en la siguiente Tabla XII.

15

20

25

TABLA XII

<u>Trabajo suministrado</u> (HP-h/Ton) (julios/kg.10 <sup>4</sup> )		<u>Viscosidad a un grado<sub>1</sub> de cizallamiento de 11.200 seg<sup>-1</sup> (cp)</u>	
		<u>Arcilla tratada</u>	<u>Arcilla no tratada</u>
30	7,9	130	185
50	13,2	75	105
70	18,5	40	70

30



EJEMPLO 14

Una muestra de caolín inglés crudo se refina en el laboratorio empleando silicato sódico como defloculante, se filtra y se vuelve a suspender en agua desionizada para dar una suspensión que contiene 10 % en peso de sólidos. La suspensión se divide en dos porciones A y B.

La porción A se trata como en el Ejemplo 1 y se mide la concentración de viscosidad para diversas dosis de aluminio. Los resultados se encuentran en la siguiente Tabla XIII.

TABLA XIII

<u>Dosis de aluminio (mg de Al/g de arcilla)</u>	<u>Concentración de viscosidad, ( % en peso)</u>
0	52,5
1,0	58,5
2,0	63,0
3,0	66,1
3,5	66,1

La porción B se trata agregando una solución de sosa cáustica aproximadamente 1M para elevar el pH de la suspensión a 11,8. Se prepara una solución de aluminato sódico agregando una solución de sosa cáustica 1M a una solución de sulfato de aluminio 0,2M hasta que se redisuelve el precipitado formado en primer lugar. El pH de esta solución es 11,8. Después la solución de aluminato sódico se agrega a la suspensión de arcilla con agitación, en cantidad suficiente para dar una dosis de aluminio de 3 mg de aluminio por gramo de arcilla. A continuación se añade con agitación una solución de ácido sulfúrico 1M hasta que el pH de la suspensión se reduce a 7,5. Finalmente se filtra la suspensión y la torta se suspende de nuevo en agua desionizada al 10 % en peso de sólidos. La suspensión se filtra una segunda vez, se seca la torta y



1 se mide la concentración de viscosidad de la arcilla. El experimento se repite utilizando diferentes dosis de aluminio y los resultados se encuentran en la siguiente Tabla XIV.

TABLA XIV

5	Dosis de aluminio (mg de Al/g de arcilla)	Concentración de viscosidad (% en peso)
	0	52,5
	3,0	62,3
	3,5	62,4
10	4,0	64,3
	4,7	62,0

15 Comparando los resultados de las Tablas XIII y XIV, se observa que puede obtenerse una mejora útil de la concentración de viscosidad cuando el aluminio se agrega en forma de ion aluminato en lugar de ion aluminio pero la mejora no es tan grande como en el caso del ion aluminio.

EJEMPLO 15

20 Se prepara una suspensión que contiene 10 % en peso de un caolín inglés con una distribución de tamaños de partícula tal que el 80 % en peso está constituido por partículas menores de 2 micras de diámetro esférico equivalente. La suspensión se divide en tres porciones, A, B y C, que se tratan como sigue:

25 La porción A se trata como en el Ejemplo 1 empleando diversas dosis de aluminio y se mide la concentración de viscosidad para cada dosis de aluminio.

30 La porción B se ajusta primero a pH 7,5 por adición de solución de sosa cáustica 1M. Se prepara una suspensión de un hidroxipolímero de aluminio por adición de una solución de sosa cáustica 1M a una solución de sulfato de aluminio 0,2M



1 hasta que el pH asciende a 7,5. Después se filtra el hidroxipolímero de aluminio y se suspende de nuevo en agua desionizada. Después de añadir la suspensión de hidroxipolímero de  
5 aluminio a la suspensión de arcilla, el pH de la suspensión se eleva a 7,5 de nuevo por adición de una pequeña dosis de solución de sosa cáustica 1M. La suspensión se filtra después y la arcilla se seca sin ninguna etapa intermedia de lavado. Se mide la concentración de viscosidad de la arcilla tratada y luego se repite el experimento utilizando diferentes dosis  
10 de aluminio.

El pH de la porción C se ajusta primero a 4,5 y después se añade a esta suspensión de arcilla una suspensión de hidroxipolímero de aluminio que ha sido preparada por adición de una solución de sosa cáustica 1M a una solución de sulfato  
15 de aluminio 0,2M hasta que el pH asciende a 4,5 y después filtrando la suspensión y suspendiendo de nuevo el hidroxipolímero de aluminio en agua desionizada. La cantidad de hidroxipolímero de aluminio es suficiente para dar una dosis de aluminio de 2,0 mg por gramo de arcilla seca. A continuación se  
20 añade una solución de sosa cáustica 1M para elevar el pH a 7,5, después de lo cual se filtra la suspensión y la arcilla se seca sin ninguna etapa intermedia de lavado. Se mide la concentración de viscosidad de la arcilla tratada y después se repite el experimento empleando diferentes dosis de alumi-  
25 nio.

Los resultados se encuentran en la siguiente Tabla XV



1

TABLA XV

Dosis de aluminio (mg de Al/g de arcilla)	<u>Concentración de viscosidad (% en peso)</u>		
	<u>Porción A</u>	<u>Porción B</u>	<u>Porción C</u>
0	56,8	58,8	58,8
2,0	68,1	65,0	67,2
2,5	68,1	65,7	67,6
3,0	67,5	65,0	65,3

5

Estos resultados demuestran que se obtienen resultados similares si el hidroxipolímero de aluminio se prepara en la presencia de la arcilla y se añade en forma de una suspensión preparada. Si el hidroxipolímero de aluminio se agrega separadamente, es preferible añadirlo a la arcilla a un pH de 4,5 y después elevar el pH a 7,5.

10

EJEMPLO 16

Para cuatro muestras de caolín sedimentario, A, B, C y D, procedentes de diversas localidades de Georgia, Estados Unidos, se determina la cantidad óptima de aluminio a utilizar por el método descrito en el Ejemplo 1. Después se realiza el procedimiento del Ejemplo 1 utilizando la dosis óptima. La arcilla tratada se filtra, se lava, se filtra de nuevo y se seca, como en el Ejemplo 1, y se mide la concentración de viscosidad en cada caso.

15

20

Los resultados se encuentran en la siguiente Tabla XVI.

TABLA XVI

<u>Caolín</u>	<u>% en peso menor de 2 <math>\mu</math>m d.e.e.</u>	<u>Concentración inicial de viscosidad (% en peso)</u>	<u>Dosis óptima de Al<sup>3+</sup> (mg/g)</u>	<u>Concentración final de viscosidad</u>
A	81	66,7	2,0	71,1
B	83	68,1	2,0	71,1
C	84	72,0	1,0	73,8
D	83	70,3	1,5	72,6

25

30



1

Estos resultados demuestran que los caolines de Georgia, que son sedimentarios en comparación con el caolín inglés que se encuentra en depósitos primarios, también responden al tratamiento de la invención.

5

Los productos obtenidos por tratamiento de los caolines A y B de acuerdo con la invención se someten en forma de masa plástica a un trabajo mecánico en una amasadora de hélice y se mide la concentración de viscosidad de cada producto mecánicamente trabajado. La cantidad de energía disipada en la mezcladora de hélice y la concentración de viscosidad final en cada caso se encuentran en la Tabla XVII.

10

TABLA XVII

Caolín	Energía disipada en el caolín (HP-h/Tbn) · (julios/kg.10 <sup>4</sup> )	Concentración final de viscosidad (% en peso)
A	78 · 20,6	71,3
B	61 · 16,1	71,5

15

Estos resultados indican que puede conseguirse un nuevo aumento de la concentración de viscosidad cuando un caolín de Georgia tratado de acuerdo con la invención se somete a una etapa subsiguiente de trabajo mecánico.

20

EJEMPLO 17 (comparativo)

Un caolín inglés con una distribución de tamaños de partícula tal que el 79 % en peso está constituido por partículas menores de 2 micras de diámetro esférico equivalente se trata en la forma descrita en el Ejemplo 4 de la memoria de la patente británica n°1.228.538. Una muestra de la arcilla seca (500 g) se suspende en 1,5 litros de agua y a esta suspensión se añaden 65 g de sulfato de aluminio (Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·18H<sub>2</sub>O) en 650 ml de agua. La cantidad de sulfato de aluminio añadida es equivalente a 10,5 mg de Al<sup>3+</sup>/g de arcilla. Al cabo de 10 mi-

25

30



1

nutos de mezclar, el pH es 3,3. Se añaden 250 ml de hidróxi-  
do amónico al 10 % para llevar el pH a 7,5 y formar un gel  
de hidróxido de aluminio que reviste a las partículas de  
caolinita. Se filtra la suspensión y la arcilla recubierta  
de gel se lava dos veces con agua desionizada y después se  
seca durante la noche a 90° C.

5

Una segunda muestra del mismo caolín inglés se trató  
de acuerdo con esta invención, en la forma descrita en el  
Ejemplo 1, siendo la cantidad de sulfato de aluminio añadida  
suficiente para proporcionar 2 mg de Al<sup>3+</sup> por gramo de arcilla  
seca.

10

Se mide la concentración de viscosidad de la arcilla  
seca tratada por cada uno de los dos métodos y también de la  
arcilla seca no tratada, utilizando como defloculante una  
mezcla que contiene 0,25 % en peso de pirofosfato tetrasódico  
y 0,05 % en peso de un defloculante de poliacrilato sódico  
con un peso molecular promedio en número de 1650, estando  
calculada la cantidad de cada defloculante sobre el peso de  
la arcilla seca. Se determina la estabilidad reológica de  
una suspensión acuosa de cada una de las tres muestras dilu-  
yendo la suspensión que ha sido utilizada en el ensayo de  
concentración de viscosidad con agua hasta que su viscosidad  
es de 200 cp. Después las suspensiones se dejan en reposo  
en un vaso durante una semana y se miden de nuevo las visco-  
sidades de las mismas. Los resultados se encuentran en la  
Tabla XVIII.

15

20

25

30



TABLA XVIII

Dosis de aluminio (mg Al <sup>3+</sup> /g de arcilla)	Concentración de viscosidad (% en peso)	Aumento de viscosidad en una semana (cp)
0	66,7	92
2	71,0	37
10,5	42,1	500

Estos resultados demuestran que el tratamiento de la arcilla de acuerdo con la invención, empleando 2 mg de Al<sup>3+</sup>/g de arcilla, proporciona una mejora útil tanto en la concentración de viscosidad como en la estabilidad reológica. Sin embargo, si la misma arcilla se trata con 10,5 mg de Al<sup>3+</sup>/g de arcilla en la forma descrita en la memoria de la patente británica n°1.228.538, tanto la concentración de viscosidad como la estabilidad reológica son considerablemente peores que cuando la arcilla se encuentra en estado no tratado.

La concentración de viscosidad de la muestra tratada con 10,5 mg de Al<sup>3+</sup>/g de arcilla puede ser mejorada agregando una cantidad mayor de defloculante, obteniéndose la mejora máxima posible cuando la cantidad de defloculante es de 1,25 % del peso de la arcilla seca. Incluso con una adición de defloculante a este nivel, la concentración de viscosidad es solamente del 64,4 % en peso, que es menor que la de la muestra no tratada y el aumento de viscosidad en una semana es de 1,585 cp que es inaceptablemente alto.

En los siguientes Ejemplos 18 a 21, se midieron la concentración de colada, la velocidad de colada y el módulo de ruptura de los diversos productos, siendo determinados los valores de estos parámetros como sigue:

(a) Concentración de colada

La arcilla se seca a una temperatura máxima de 60°C,



1

hasta un contenido en humedad comprendido entre 0,5 % y 2 % en peso de agua y la arcilla incompletamente seca se tritura hasta que atraviesa un tamiz del n°10 de las Normas Británicas (apertura nominal 1,676 mm). La cantidad de arcilla incompletamente seca que es equivalente a 250 g de arcilla

5

totalmente seca se agrega después lentamente sobre agua destilada suficiente para formar una pasta líquida con un contenido en sólidos de alrededor del 1 % en peso mayor que el que se estima mediante experiencias previas que es la concentración de colada de la arcilla. Se agita con una varilla de vidrio lo menos posible y se realizan adiciones de una solución de silicato sódico en incrementos de 0,2 ml, según sea necesario, para evitar que la viscosidad aumente por encima

10

de unos 40 poises, que es la viscosidad a la cual la pasta líquida fluye justamente desde el extremo de la varilla de vidrio. Se prepara la solución de silicato sódico recogiendo 50 g de silicato sódico P84 en 100 ml de agua destilada (el silicato sódico P84 da un análisis típico de 9,35 % de  $\text{Na}_2\text{O}$ , 30 % de  $\text{SiO}_2$  y 60,65 % de  $\text{H}_2\text{O}$ , siendo la relación molecular media de  $\text{SiO}_2$  a  $\text{Na}_2\text{O}$  de 3,3:1). Si todavía no se ha

15

añadido toda la arcilla y la adición de 0,2 ml de la solución de silicato sódico no produce una diferencia apreciable en la fluidez de la pasta líquida, se añade agua destilada, en la medida necesaria, en incrementos de 1 ml para reducir el

20

porcentaje en peso de sólidos. Cuando toda la arcilla se ha agregado, debe resultar una pasta líquida que todavía no está totalmente defloculada. Esta pasta líquida se deja en reposo durante 30 minutos en un vaso cubierto para reducir al mínimo las pérdidas de agua por evaporación. Transcurrido

25

este tiempo, la pasta líquida se agita ligeramente para ase-

30



1 gurarse de que no queda nada de arcilla sin dispersar y se  
mide la viscosidad de la pasta líquida con un viscosímetro  
Brookfield empleando el husillo n°3 a 20 rpm, anotándose la  
lectura después de la quinta revolución. Se realizan otras  
5 adiciones de 0,2 ml de solución de silicato sódico a inter-  
valos de 5 minutos, agitando ligeramente la pasta líquida  
con la varilla de vidrio y se mide la viscosidad después de  
cada adición. Se prosiguen las adiciones de solución de si-  
licato sódico hasta que una nueva adición de 0,2 ml ya no  
10 reduce la viscosidad o incluso produce un ligero aumento.  
La viscosidad mínima debe ser por encima de 5 poises si el  
procedimiento dado anteriormente ha sido realizado cuidadosa-  
mente. Después se agrega agua destilada en incrementos de  
1 ml, midiéndose la viscosidad después de cada adición, has-  
15 ta que la viscosidad es de 5 poises. La cantidad total de  
agua en la pasta líquida se utiliza entonces para calcular  
el porcentaje en peso de arcilla en dicha pasta líquida que  
tiene una viscosidad de 5 poises. Este valor se denomina  
"concentración de colada".

20 (b) Velocidad de colada

Se mide la temperatura de la pasta líquida de colada  
con una viscosidad de 5 poises, preparada como se ha descrito  
antes, y se realizan coladas vertiendo porciones de la pas-  
ta líquida en moldes de yeso cilíndricos de 5 cm de altura  
25 y 5 cm de diámetro. Las porciones de pasta líquida se dejan  
en los moldes durante 5, 10 y 20 minutos respectivamente;  
transcurridos estos tiempos, se vierte el exceso de pasta  
líquida, se seca la pieza colada y se mide el espesor de  
la paredde la pieza colada seca a mitad de camino a lo largo  
30 de la superficie curvada del cilindro. El cuadrado del espe-



1 sor es proporcional al tiempo y una representación gráfica  
del cuadrado del espesor en función del tiempo da una línea  
5 recta, cuyo gradiente es denominado "velocidad de colada" y  
tiene las dimensiones de  $\text{mm}^2/\text{minuto}$ . La velocidad de colada  
a la temperatura  $t^\circ\text{C}$  se corrige para una velocidad de cola-  
da a  $20^\circ\text{C}$  multiplicando la velocidad de colada a  $t^\circ\text{C}$  por  
el factor  $k$  donde

$$k = \frac{\text{Viscosidad del agua a } t^\circ\text{C}}{\text{Viscosidad del agua a } 20^\circ\text{C}}$$

10 (c) Módulo de ruptura

Se mezclan 150 g de arcilla seca con agua hasta que  
se ha dispersado totalmente para formar una suspensión con  
un contenido en sólidos comprendido entre 25 % y 50 % en pe-  
so de sólidos. Esta suspensión se vierte a través de un tamiz  
15 del n° 120 de las Normas Británicas (apertura nominal 0,124  
mm) y después se desairea vertiéndolo en un matraz de filtra-  
ción a vacío que se evacúa a una presión no superior a 1"  
(25 mm) de mercurio. La suspensión desaireada se vierte des-  
pués cuidadosamente sobre un papel de filtro colocado en un  
20 embudo Buchner y se desagua hasta un estado plástico y la  
torta del filtro plástica se trabaja a mano para llevarla a  
un estado adecuado para extrusión, teniendo cuidado de ase-  
gurarse de que no se reintroduce aire durante estas opera-  
ciones. Después la arcilla plástica se extruye para formar  
25 varillas de 12" (30,5 cm) de longitud y 0,25" (0,625 cm) de  
diámetro. Las varillas se secan al aire durante 16 horas y  
después se secan en una estufa a  $60^\circ\text{C}$  durante algunas horas.  
Finalmente las varillas secas se acondicionan durante 16 ho-  
ras en una vitrina que contiene aire al 80 % de humedad re-  
lativa. En una varilla se determina el módulo de ruptura,  
30 soportando la varilla sobre dos bordes de cuchilla a una dis-



1 tancia de P cm entre sí y aplicando a un punto situado a  
mitad de distancia entre los bordes de las cuchillas una  
carga constantemente creciente. Esta carga constantemente  
5 creciente se aplica haciendo correr agua a velocidad lenta  
y uniforme en un vaso contrapesado. El peso de agua en el  
vaso en el momento en que se rompe la varilla da la carga,  
L kg, que es suficiente para producir la ruptura de la va-  
rilla.

10 El módulo de ruptura se calcula a partir de la si-  
guiente expresión:

$$\text{Módulo de ruptura} = \frac{8 PL}{\pi D^3} \text{ Kgf/cm}^2$$

donde D es el diámetro de la varilla en cm.

#### EJEMPLO 18

15 Un caolín inglés con una distribución de tamaños de  
partícula tal que el 41 % en peso está constituido por par-  
tículas con un diámetro esférico equivalente menor de 2 mi-  
cras, se mezcla con agua en las proporciones de 1 kg de cao-  
lín seco por cada 9 litros de agua, agitando la mezcla con-  
20 tinuamente para formar una suspensión que contiene 10 % en  
peso de arcilla seca. Se añade a la suspensión, agitando  
continuamente, una cantidad de sulfato de aluminio,  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot$   
 $16\text{H}_2\text{O}$ , equivalente a 0,5 mg de aluminio por gramo de caolín  
seco y se agrega gota a gota una solución de carbonato sódico  
25 para mantener el pH constante en un valor de 6,7, durante  
5 a 10 minutos. Se filtra después la suspensión de caolín  
tratado; se suspende de nuevo la torta del filtro en agua  
desionizada para formar una suspensión que contiene 10 % en  
30 peso de caolín seco, se filtra de nuevo la suspensión y la  
torta se seca a una temperatura no superior a 60°C hasta  
que el contenido en humedad está comprendido entre 0,5 % y



1 2 % en peso. Se miden la concentración de colada, la cantidad de silicato sódico P84 requerida para una viscosidad mínima y la velocidad de colada.

5 Después se repite el procedimiento anterior empleando cantidades de sulfato de aluminio equivalentes a 1,0 mg, 1,5 mg, 2,0 mg, 7,0 mg y 10,0 mg de aluminio por gramo de caolín seco, respectivamente. Finalmente se repite el procedimiento pero sin adición de sulfato de aluminio.

10 Los resultados obtenidos se encuentran a continuación en la Tabla XIX.

EJEMPLO 19

15 Se repite el experimento descrito en el Ejemplo 18 pero empleando un caolín inglés adecuado para uso en la industria cerámica que tiene una distribución de tamaños de partícula tal que el 59 % en peso está constituido por partículas con un diámetro esférico equivalente menor de 2 micras.

Los resultados obtenidos se encuentran más adelante en la Tabla XX.

EJEMPLO 20

20 Se repite el experimento descrito en el Ejemplo 19 pero empleando un caolín inglés adecuado para uso en la industria cerámica, que tiene una distribución de tamaños de partícula tal que el 23 % en peso está constituido por partículas con un diámetro esférico equivalente menor de 2 micras.

25 Los resultados obtenidos se encuentran más adelante en la Tabla XXI.

30 La muestra de caolín que ha sido tratada con 1 mg de aluminio por gramo de caolín seco se ajusta hasta un contenido en agua del 28 % en peso y unas porciones de las masas plásticas así formadas se someten a trabajo mecánico en una



1 amasadora de hélice, siendo disipadas cantidades variables de energía en las masas plásticas.

5 En cada una de las porciones mecánicamente trabajadas se determinan la concentración de colada, la cantidad de silicato sódico P84 para una viscosidad mínima, la velocidad de colada y el módulo de ruptura al 80 % de humedad relativa.

Los resultados obtenidos están indicados más adelante en la Tabla XXII.

10 Se observará que el trabajo mecánico del caolín que ha sido tratado con el hidroxipolímero de aluminio mejora el módulo de ruptura y produce un nuevo aumento de la concentración de colada a expensas de una mayor demanda de defloculante y de una menor velocidad de colada.

#### EJEMPLO 21

15 Un caolín inglés adecuado para uso en la industria cerámica tiene una distribución de tamaños de partícula tal que el 39 % en peso está constituido por partículas menores de 2 micras. El caolín se mezcla con agua para formar una suspensión que contiene 10 % en peso de caolín seco y la

20 suspensión se divide en cinco porciones, cuatro de las cuales se tratan con cantidades variables de una solución de nitrato de aluminio de manera que se añaden a las porciones 0,5 mg, 1,0 mg, 2,0 mg, 4,0 mg, 7,0 mg y 10,0 mg de aluminio por gramo de caolín seco, respectivamente. A la quinta porción no se añade nitrato de aluminio. El pH de cada una de

25 las cinco porciones se ajusta a 7,5 con una solución de hidróxido sódico y cada porción se filtra, se suspende de nuevo la torta en agua desionizada, se filtra la resuspensión resultante una segunda vez y se seca la torta a 80°C. En

30 las porciones de arcilla seca se determinan la concentración



1 de colada y la velocidad de colada.

Los resultados obtenidos se encuentran más adelante en la Tabla XXIII.

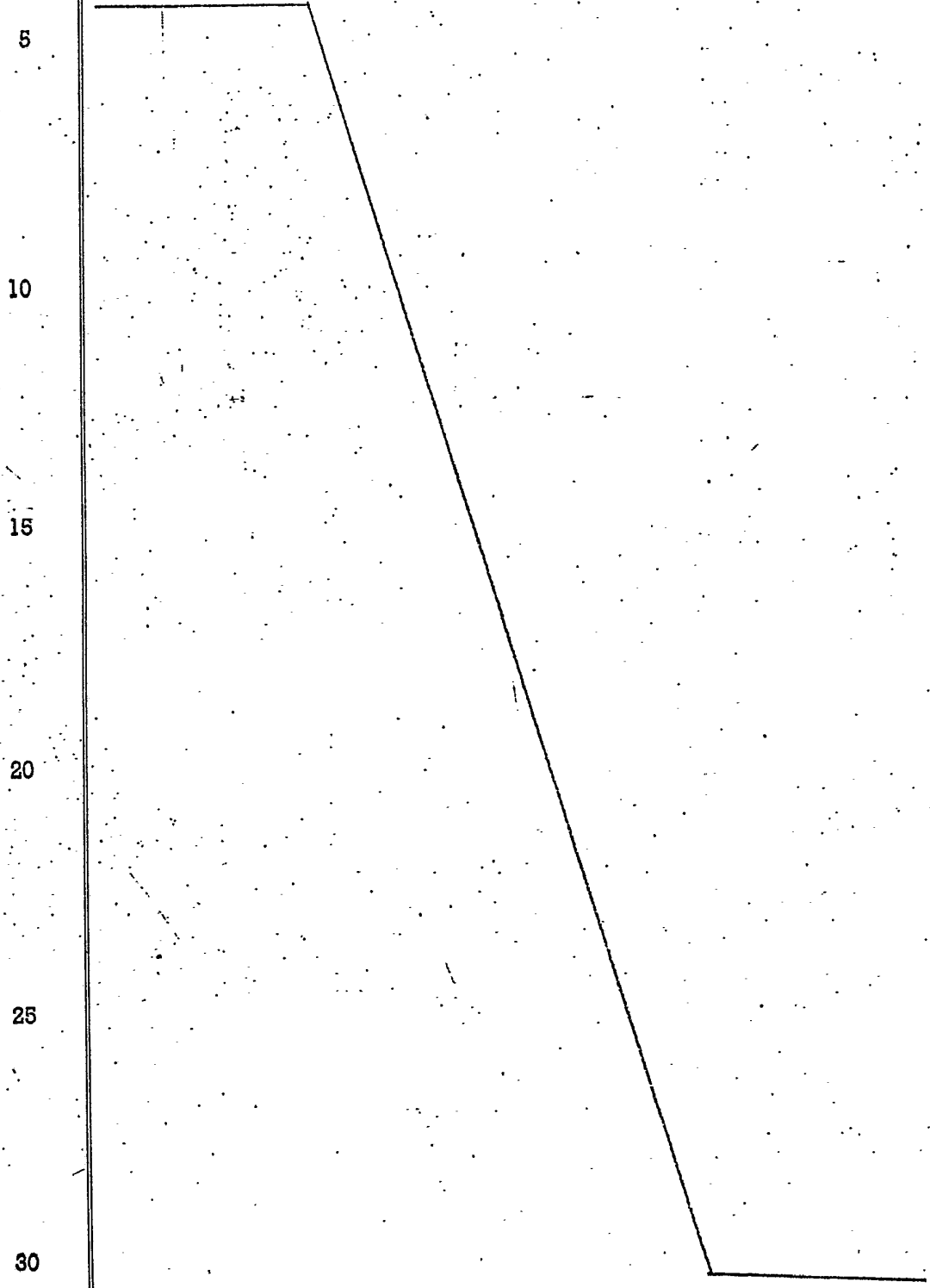




TABLA XIX

	Adición de aluminio (mg/g de caolín seco)					
	0	0,5	1,0	1,5	2,0	7,0
Concentración de colada (% en peso de sólidos)	65,1	66,9	67,1	67,3	67,5	57,2
Cantidad de silicato sódico P84 para una viscosidad mínima (g de P84 por 100 g de caolín)	0,40	0,40	0,40	0,44	0,52	1,4
Velocidad de colada (mm <sup>2</sup> /minuto)	1,69	2,12	3,06	3,1	4,75	-

TABLA XX

	Adición de aluminio (mg/g de caolín seco)					
	0	0,5	1,0	1,5	2,0	7,0
Concentración de colada (% en peso de sólidos)	61,6	62,4	65,3	65,7	65,9	54,2
Cantidad de silicato sódico P84 para una viscosidad mínima (g de P84 por 100 g de caolín)	0,48	0,48	0,48	0,52	0,60	1,6
Velocidad de colada (mm <sup>2</sup> /minuto)	1,1	1,1	1,2	1,2	1,37	-

TABLA XXI

	Adición de aluminio (mg/g de caolín seco)					
	0	0,5	1,0	1,5	2,0	7,0
Concentración de colada (% en peso de sólidos)	64,3	65,2	65,9	64,4	63,5	48,5
Cantidad de silicato sódico P84 para una viscosidad mínima (g de P84 por 100 g de caolín)	0,36	0,36	0,44	0,60	1,04	3,5
Velocidad de colada (mm <sup>2</sup> /minuto)	6,8	9,8	11,9	15,6	27,9	-

1

5

10

15

20

25

30

1

TABLA XIX

5

	<u>Adición de al</u>		
	<u>0</u>	<u>0,5</u>	<u>1,0</u>
Concentración de colada (% en peso de sólidos)	65,1	66,9	67,1
Cantidad de silicato sódico P84 para una viscosidad mínima (g de P84 por 100 g de caolín)	0,40	0,40	0,4
Velocidad de colada (mm <sup>2</sup> /minuto)	1,69	2,12	3,1

10

TABLA XX

	<u>Adición de al</u>		
	<u>0</u>	<u>0,5</u>	<u>1,0</u>
Concentración de colada (% en peso de sólidos)	61,6	62,4	65,1
Cantidad de silicato sódico P84 para una viscosidad mínima (g de P84 por 100 g de caolín)	0,48	0,48	0,4
Velocidad de colada (mm <sup>2</sup> /minuto)	1,1	1,1	1,2

15

TABLA XXI

	<u>Adición de al</u>		
	<u>0</u>	<u>0,5</u>	<u>1,0</u>
Concentración de colada (% en peso de sólidos)	64,3	65,2	65,9
Cantidad de silicato sódico P84 para una viscosidad mínima (g de P84 por 100 g de caolín)	0,36	0,36	0,4
Velocidad de colada (mm <sup>2</sup> /minuto)	6,8	9,8	11,9

20

25

30



TABLA XIX

	Adición de aluminio (mg/g de caolín seco)						
	0	0,5	1,0	1,5	2,0	7,0	10,0
de sólidos)	65,1	66,9	67,1	67,3	67,5	57,2	48,0
ra una vis- g de caolín)	0,40	0,40	0,40	0,44	0,52	1,4	2,3
	1,69	2,12	3,06	3,1	4,75	-	-

TABLA XX

	Adición de aluminio (mg/g de caolín seco)						
	0	0,5	1,0	1,5	2,0	7,0	10,0
de sólidos)	61,6	62,4	65,3	65,7	65,9	54,2	44,2
ra una vis- 00 g de cao	0,48	0,48	0,48	0,52	0,60	1,6	2,5
	1,1	1,1	1,2	1,2	1,37	-	-

TABLA XXI

	Adición de aluminio (mg/g de caolín seco)						
	0	0,5	1,0	1,5	2,0	7,0	10,0
de sólidos)	64,3	65,2	65,9	64,4	63,5	48,5	36,2
ra una vis- 0 g de	0,36	0,36	0,44	0,60	1,04	3,5	4,5
	6,8	9,8	11,9	15,6	27,9	-	-

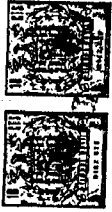


TABLA XXII

	Cantidad de energía disipada en el caolín					
	(HP-h/ton)	0	9,2	26,8	44,5	93,5
(JKg <sup>-1</sup> .10 <sup>4</sup> )	0	2,4	7,1	11,8	24,7	
Concentración de colada (% en peso de sólidos)	65,9	68,4	69,8	71,1	71,8	
Cantidad de silicato sódico P84 para una viscosidad mínima (g de P84 por 100 g de caolín)	0,44	0,48	0,40	0,48	0,60	
Velocidad de colada (mm <sup>2</sup> /minuto)	11,9	2,1	2,1	1,6	1,35	
Módulo de ruptura a 80 % de humedad relativa (Kgf.cm <sup>-2</sup> )	1,9	3,2	3,7	4,7	6,4	

TABLA XXIII

	Adición de aluminio (mg/g de caolín seco)						
	0	0,5	1,0	2,0	4,0	7,0	10,0
Concentración de colada (% en peso de sólidos)	65,5	67,9	68,5	68,0	65,7	58,6	48,6
Velocidad de colada (mm <sup>2</sup> /minuto)	1,94	2,74	2,45	3,21	5,04	-	-

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

1

TABLA XXII

5

	Cantidad de	
(HP-h/Ton)	0	9,2
(JKg <sup>-1</sup> .10 <sup>4</sup> )	0	2,4
Concentración de colada (% en peso de sólidos)	65,9	68,4
Cantidad de silicato sódico P84 para una viscosidad mínima (g de P84 por 100 g de caOlín)	0,44	0,48
Velocidad de colada (mm <sup>2</sup> /minuto)	11,9	2,1
Módulo de ruptura a 80 % de humedad relativa (Kgf.cm <sup>-2</sup> )	1,9	3,2

10

TABLA XXIII

15

	Adición de al		
	0	0,5	1,0
Concentración de colada (% en peso de sólidos)	65,5	67,9	68,5
Velocidad de colada (mm <sup>2</sup> /minuto)	1,94	2,74	2,4

20

25

30

En resumen, la Patente de Invención que s  
siguientes:

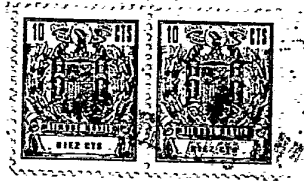


TABLA XXII

	Cantidad de energía disipada en el caolín				
(HP-h/Ton)	0	9,2	26,8	44,5	93,5
(JKg <sup>-1</sup> ·10 <sup>4</sup> )	0	2,4	7,1	11,8	24,7
o de sólidos)	65,9	68,4	69,8	71,1	71,8
ara una vis 00 g de caolín)	0,44	0,48	0,40	0,48	0,60
	11,9	2,1	2,1	1,6	1,35
ad relativa	1,9	3,2	3,7	4,7	6,4

TABLA XXIII

	Adición de aluminio (mg/g de caolín seco)						
	0	0,5	1,0	2,0	4,0	7,0	10,0
o de sólidos)	65,5	67,9	68,5	68,0	65,7	58,6	48,6
	1,94	2,74	2,45	3,21	5,04	-	-

resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las



REIVINDICACIONES

1

1. Un método de tratamiento de una arcilla para mejorar sus propiedades reológicas que comprende las operaciones de formar una mezcla de una suspensión acuosa de la arcilla a un pH comprendido entre 5 y 9 y una cantidad de un hidroxipolímero inorgánico de aluminio, débilmente cargado con carga positiva, tal que haya presente en la mezcla de 0,5 mg a 10,0 mg de aluminio por gramo de arcilla, calculado sobre el peso seco.

5

10

2. Un método según la Reivindicación 1, donde se forma una mezcla de la suspensión acuosa de la arcilla y una cantidad del hidroxipolímero inorgánico de aluminio débilmente cargado con una carga positiva, tal que haya presente en la mezcla de 1,0 a 7,0 mg de aluminio por gramo de arcilla seca.

15

3. Un método según las Reivindicaciones 1 o 2, donde el pH de la suspensión acuosa de la arcilla está comprendido entre 6,0 y 8,0 o es ajustado dentro de esos límites.

20

4. Un método según las Reivindicaciones 1, 2 o 3, donde el hidroxipolímero inorgánico de aluminio se forma in situ en la mezcla.

25

5. Un método según la Reivindicación 4, donde el hidroxipolímero inorgánico de aluminio se forma por adición a la suspensión acuosa de la arcilla de una sal de aluminio seguida de una base en cantidad suficiente para elevar el pH de la suspensión acuosa hasta 5,0 como mínimo y así precipitar el hidroxipolímero inorgánico de aluminio y donde la adición de una cantidad de dicha base suficiente para elevar el pH del medio acuoso hasta 5,0 como mínimo se realiza no más de unas 10 horas después de la adición de dicha sal de aluminio a la suspensión acuosa de arcilla citada.

30

*ME*



1

6. Un método según las Reivindicaciones 1, 2, 3, 4 o 5, donde la suspensión acuosa de la arcilla tiene en solución un contenido en silicato no superior a 200 ppm expresado como SiO<sub>2</sub>.

5

7. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 5, donde dicha suspensión acuosa de la arcilla se trata de manera que el contenido en sílice disuelta sea inferior a 200 ppm, expresada como SiO<sub>2</sub>, antes de mezclarla con el hidroxipolímero de aluminio citado.

10

8. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 7, donde la suspensión acuosa de arcilla se somete a un proceso de blanqueo reductivo simultáneamente con la formación de la mezcla de suspensión acuosa de arcilla e hidroxipolímero inorgánico de aluminio.

15

9. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 7, donde la suspensión acuosa de arcilla se somete a un proceso de blanqueo reductivo antes de la formación de la mezcla de suspensión acuosa de arcilla e hidroxipolímero inorgánico de aluminio.

20

10. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, donde el contenido en sólidos de la suspensión acuosa de la arcilla se ajusta entre 5 % y 20 % en peso de sólidos.

25

11. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 10, donde la mezcla de la suspensión acuosa de arcilla e hidroxipolímero inorgánico es desaguada y el producto así obtenido se suspende de nuevo en agua limpia y después se desagua otra vez.

30

12. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, donde antes de formar la mezcla de suspensión

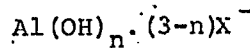
*MCE*



1 acuosa de arcilla con el hidroxipolímero de aluminio, la  
suspensión acuosa de arcilla se somete en forma de masa plás-  
tica a un trabajo mecánico bajo condiciones que dan lugar  
a la disipación en la arcilla de por lo menos 50 HP.hora  
5 de energía por tonelada de arcilla seca ( $13,2 \cdot 10^4$  julios/Kg).

13. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones  
1 a 11, donde dicha mezcla se transforma en una masa plásti-  
ca y después se somete a un trabajo mecánico bajo condicio-  
nes que dan lugar a la disipación en la arcilla de por lo  
10 menos 50 HP.hora de energía por tonelada de arcilla seca  
( $13,2 \cdot 10^4$  julios/Kg).

14. Un método según la Reivindicación 1, donde dicha  
arcilla es una arcilla caolinítica que contiene por lo me-  
nos un 70 % en peso de partículas menores de 2 micras de  
15 diámetro esférico equivalente; donde se forma una mezcla de  
(a) una suspensión acuosa de dicha arcilla que se encuentra  
a un pH comprendido entre 6 y 8 y tiene un contenido en só-  
lidos comprendido entre 5 % y 20 % en peso de sólidos y (b)  
un hidroxipolímero inorgánico de aluminio débilmente cargado  
20 con una carga positiva, que puede ser representado por la  
fórmula:



25 donde  $0,5 \leq n \leq 2,8$  y  $\text{X}^-$  es  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{HO}_3^-$  o  $\text{SO}_4^{2-}$  y está presente  
en dicha mezcla en una cantidad tal que la mezcla contiene  
de 1,0 a 7,0 mg de aluminio por gramo de arcilla (calcula-  
do sobre el peso seco); donde la mezcla así obtenida es  
desaguada; donde la mezcla desaguada de arcilla e hidroxipo-  
límero de aluminio es suspendida de nuevo en agua limpia y  
donde la mezcla resuspendida es desaguada.

30 15. Un método según la Reivindicación 14, donde el

*mge*



1  
  
  
  
5  
  
  
  
10  
  
  
  
15  
  
  
  
20  
  
  
  
25  
  
  
  
30

producto de desaguar dicha mezcla resuspendida se seca a una temperatura no superior a 120°C.

16. Un método según la Reivindicación 14, donde el producto de desaguar dicha mezcla resuspendida se somete en forma de masa plástica a un trabajo mecánico durante un tiempo suficiente para disipar en la arcilla como mínimo 50 HP.hora de energía por tonelada larga de arcilla seca (  $13,2 \cdot 10^4$  julios/Kg).

17. Un método según las Reivindicaciones 14, 15 o 16, donde dicha mezcla de (a) y (b) se forma por adición a la suspensión acuosa de la arcilla de una sal de aluminio seguida de una base de forma que el pH de la suspensión acuosa se eleva hasta 6,0 como mínimo y así precipita el hidroxipolímero inorgánico de aluminio y donde la adición de dicha base para elevar el pH del medio acuoso a 6,0 como mínimo se produce no más de unas 10 horas después de la adición de dicha sal de aluminio a dicha suspensión acuosa de arcilla.

18. Se- reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN METODO DE TRATAMIENTO DE UNA ARCILLA PARA MEJORAR SUS PROPIEDADES REOLOGICAS.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de cuarenta y ocho páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 6 de Julio de 1976  
BERNARDO UNGRIA  
P.P.

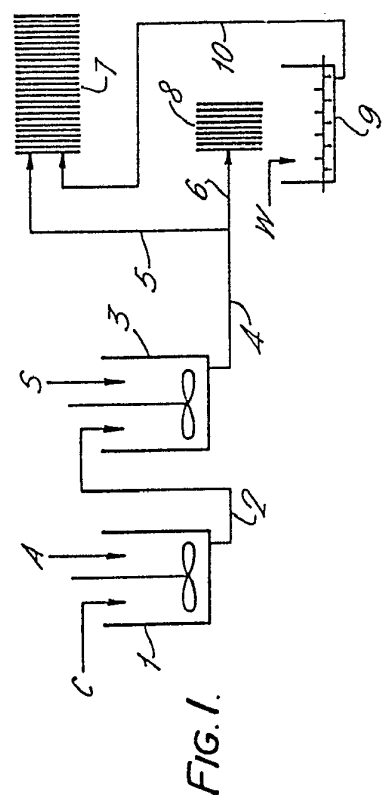


FIG. 1.

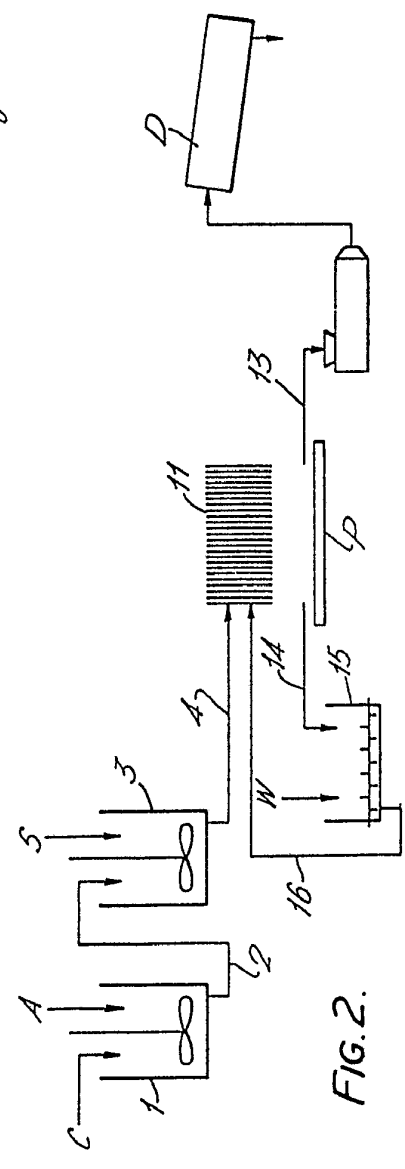


FIG. 2.

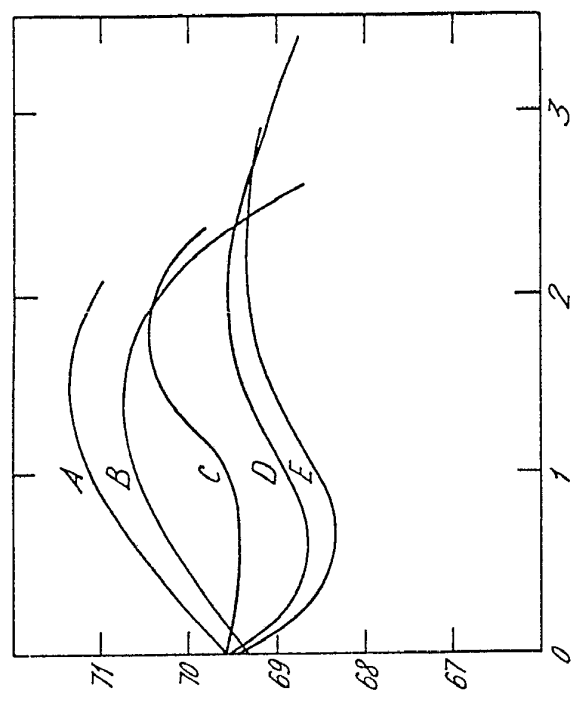
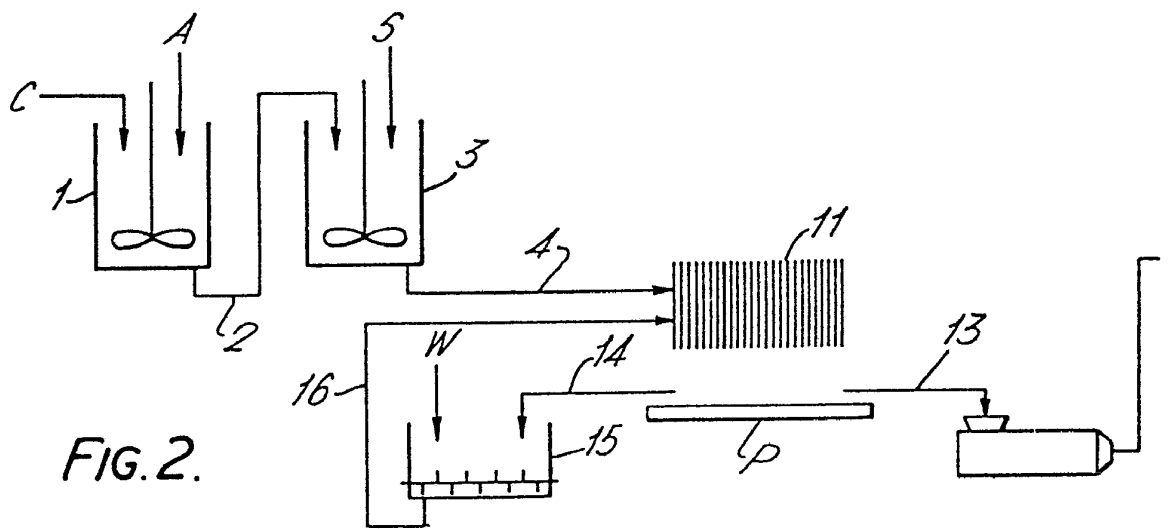
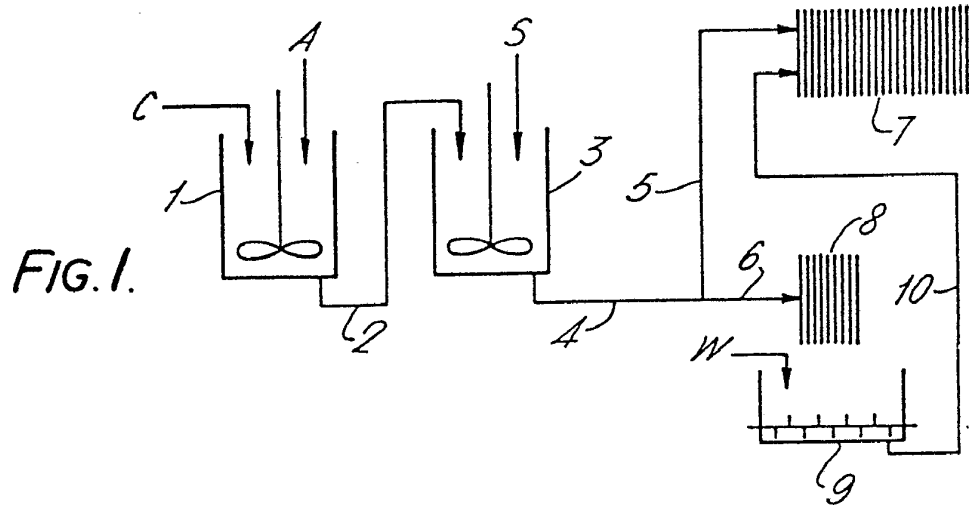


FIG. 3.

ESCALA VARIABLE  
 Madrid, 6 de Julio de 1.976  
 BERNARDO UNGRIA  
 P.P.



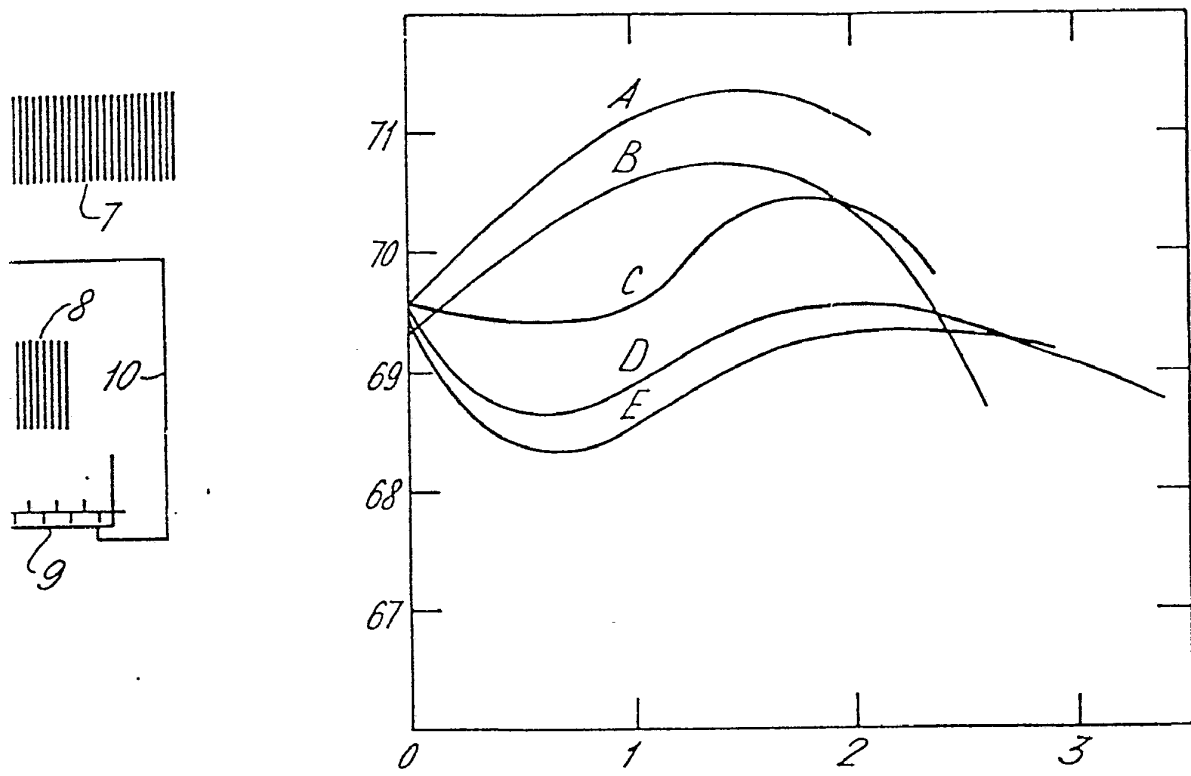
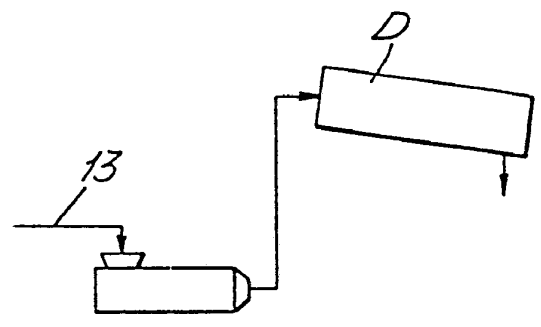


FIG.3.



ESCALA VARIABLE  
Madrid, 6 de Julio de 1.976  
BERNARDO UNGRIA  
P.P.