



ESPAÑA

10 ES	11 NUMERO	12 AI
21	458651	
22	FECHA DE DEPÓSITO	
	10 JULIO 1976	

PATENTE DE INVENCION

10 PRIORIDADES	22 FECHA	23 PAIS
21 NUMERO		
707.163	21 Julio 1976	U.S.A.

47 FECHA DE PUBLICACION	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	Co 1 B	---

54 TITULO DE LA INVENCION
"Procedimiento para producir un mineral de fluoruro cálcico concentrado"

71 SOLICITANTE (S)
ALLIED CHEMICAL CORPORATION

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Morris Township, Morris County, New Jersey, U.S.A.

12 INVENTOR (ES)
Samuel Louis Bean y Walter Raymond Buckman

13 TITULARES

24 REPRESENTANTE
M. Curall Suñol

U.S. Serial 707.163 - P.D. 5600-490Sp
EX-US

UNE A-4 MOD 3100

UTILICISE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

POOR
QUALITY

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE años

solicitada en España a favor de ALLIED CHEMICAL CORPORATION,
de nacionalidad norteamericana, domiciliada en Morris
Township, Morris County, New Jersey, U.S.A., por "Procedi-
miento para producir un mineral de fluoruro cálcico concen-
trado", con prioridad de la solicitud norteamericana 707.163
de fecha 21 Julio 1976. - - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

CAMPO DE LA INVENCION

Esta invención se refiere de manera general a la
5. fabricación de fluoruro de hidrógeno y, más específicamente,
a un procedimiento en el que se provee una carga o alimenta-
ción mejorada de espato fluor para la fabricación de fluoru-
ro de hidrógeno. - - - - -

DESCRIPCION DE LA TECNICA ANTERIOR

10. Es conocido desde hace largo tiempo el producir

fluoruro de hidrógeno haciendo reaccionar fluoruro cálcico con ácido sulfúrico en un horno rotativo calentado externamente. De manera general se emplea mineral de espato fluor como fuente de fluoruro cálcico. Sin embargo, dado que el es

5. pato fluor que se encuentra en la naturaleza se halla normalmente combinado con otros minerales, tales como calcita (mineral que contiene carbonato cálcico) y cuarcita (mineral que contiene dióxido de silicio), es deseable eliminar los minerales que constituyen la impureza para impedir el consumo de

10. ácido sulfúrico en el horno, que se presenta en reacciones con carbonato cálcico y dióxido de silicio, ilustradas por las siguientes ecuaciones: - - - - -



15. El CO₂ se convierte en una impureza en los gases de HF producidos y aumenta los problemas relacionados con la recuperación del HF. - - - - -

Un método empleado para eliminar impurezas de calcita y de cuarcita del mineral de espato fluor implica el uso

20. de técnicas de flotación en que el mineral se trata por molido hasta un grado deseado de finura, para liberar partículas de calcita y de cuarcita, se suspende el mineral molido en agua, se mezcla la suspensión con un agente adecuado de flotación y crea una espuma ("froth") de la mezcla resultante,

25. por ejemplo por medio del insuflado de aire a través de la

suspensión acuosa de mineral que contiene el agente de flotación. El agente de flotación recubre las partículas de espato fluor y deja que estas partículas se colecten en la superficie como parte de la espuma. Al mismo tiempo, la mayor parte de las partículas de calcita y de cuarcita liberadas se decantan hacia el fondo del recipiente que contiene la espuma y se descartan. Este proceso origina mineral que contiene tanto como el 97% en peso o más de fluoruro cálcico. La espuma se elimina del recipiente de flotación, en general, dejándola rebosar del recipiente y luego se trata (por ejemplo, por filtración) para recuperar los sólidos de espato fluor concentrado que posteriormente se secan antes de hacerlos pasar al uso en la fabricación de fluoruro de hidrógeno. - - - - -

Si bien las anteriores técnicas de flotación han originado mineral de espato fluor concentrado que contiene menos impurezas de dióxido de silicio y de carbonato cálcico, la presencia de agente residual de flotación en el espato fluor concentrado seco origina la formación de una espuma ("foam") en el horno, debido a la generación, en el horno de reacción, de gases de HF y de dióxido de carbono, siendo provocado el último por la reacción de las impurezas residuales de carbonato cálcico con el ácido sulfúrico. - - - - -

La espuma a que se refiere el párrafo anterior es muy perjudicial. No sólo refleja pérdidas de materia prima, como resultado de la reacción de ácido sulfúrico y de carbonato cálcico con la misma sino que además la espuma puede pro

5. vecar el bloqueo de las tuberías de gas, lo que exige un paro completo del horno y reduce substancialmente la producción de la unidad. La espuma provoca también una disminución substancial de la transferencia térmica a la masa de reacción desde las paredes del horno, aumentando el consumo de energía. Si bien el volumen de espuma puede controlarse por medio de la reducción de la carga en el horno, esto reduce también la productividad de la unidad. - - - - -

10. Este problema ha sido reconocido por la técnica anterior. Téngase por ejemplo en cuenta la patente US 3.878.294 (concedida el 15 Abril 1975 a W. Schabacher et al.) que intenta evitar el problema por medio del calentamiento del espato fluor a una temperatura de 500 a 800°C utilizando una contracorriente de gas caliente a fin de vaporizar todo agente de flotación residual. Sin embargo, el proceso es indeseable debido al alto consumo de energía. - - - - -

20. La relación teórica entre ciertos sólidos y líquidos y la creación en tales sistemas sólidos/líquidos de espumas estabilizadas ha sido expuesta en la literatura. Véase por ejemplo J.J. Bikermann, "Surface Chemistry Theory and Applications", p. 378 (2ª ed., Academic Press) (1958) y S. Ross, Chemical Engineering Progress, Vol. 63, 9, pag. 41 (1967). Es conocido que cuando una burbuja de gas entra en contacto con un sólido imperfectamente humedecido el sólido es arrastrado hacia la intercara entre las fases gaseosa y líquida y proporciona rigidez a la delgada película líquida

25.

de la burbuja, impidiendo que el líquido pase a través de la capa de espuma y estabilizando la espuma. El aumento del área superficial disponible de la fase sólida aumenta la estabilidad de la espuma. Así, la de Bikermann revela que el polvo grueso de galena (diámetro de partícula próximo a 0,03 cm) elevó la duración de la espuma desde 17 segundos a 60 segundos y la galena fina (diámetro de partícula próximo a 0,01 cm) a varias horas (Bikermann, supra, en pág. 378). - - - - -

10. Sin embargo, la técnica no ha investigado el efecto que tienen los tamaños de partícula sobre la estabilización de espumas durante la reacción entre minerales de fluoruro cálcico y de ácido sulfúrico para formar fluoruro de hidrógeno. - - - - -

COMPENDIO DE LA INVENCION

15. Según la presente invención, se provee un mineral de fluoruro cálcico concentrado, que tiene un menor valor de espuma y que es particularmente adecuado para la fabricación de fluoruro de hidrógeno por medio de un procedimiento que comprende: (a) triturar mineral de fluoruro cálcico, que con-
20. tiene partículas de calcita y cuarcita, para formar partículas de fluoruro cálcico y liberar por lo menos una porción de dichas partículas de calcita y cuarcita; (b) mezclar el mineral triturado con un medio acuoso y una cantidad eficaz de un agente adecuado de flotación para formar una primera
25. suspensión acuosa que contiene dichos agente de flotación,

- fluoruro cálcico y partículas de calcita y cuarcita; (c) hacer contactar dicha primera suspensión acuosa con un gas bajo condiciones suficientes para producir (i) una espuma que contiene una porción principal de dicho agente de flotación y partículas espumadas que comprenden partículas de fluoruro cálcico junto con una porción menor de las partículas de calcita y cuarcita de dicha primera suspensión, y (ii) sólidos separados que contienen una porción principal de las partículas de calcita y cuarcita de dicha primera suspensión; (d)
5. recuperar, como segunda suspensión acuosa, por lo menos una porción de dicha espuma que contiene dichas partículas espumadas y dicha porción de agente de flotación; (e) sacar de dicha segunda suspensión acuosa una porción principal de dichas partículas espumadas que tienen un tamaño de partícula inferior a unos 10 micrones, para producir con ello una suspensión acuosa espesada que contiene partículas de fluoruro cálcico; y (f) recuperar, como producto, partículas de fluoruro cálcico de dicha suspensión acuosa espesada. - - - - -
- 10.
- 15.

DESCRIPCION DE LOS PLANOS ANEXOS

20. La Figura 1 es una ilustración esquemática de una realización del procedimiento de la presente invención. - -

La Figura 2 es una vista en sección transversal de un ciclón de líquidos utilizado en la realización preferida del procedimiento de la presente invención. - - - - -

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

Según el procedimiento de la presente invención, se producen sólidos que contienen fluoruro cálcico y que tienen un menor valor de espuma. Tal como se utiliza aquí, la expresión "valor de espuma" de un material que contiene fluoruro cálcico significa la tendencia del material, cuando se pone en contacto con ácido sulfúrico, a espumar bajo las condiciones de los hornos HF y se determina como sigue: Una muestra del material que contiene fluoruro cálcico, por ejemplo espato fluor, se seca a una temperatura de unos 300°F (aprox., 110°C) durante un período de 15 a 20 minutos. La muestra se enfría a temperatura ambiente y luego se mezcla íntimamente, a una temperatura de unos 0°C, con H₂SO₄, en una relación molar CaF₂/H₂SO₄ de unos 1:1. La mezcla resultante se coloca en un baño de agua que tiene una temperatura de unos 50°C y el volumen de espuma que se desarrolla se mide hasta que se alcanza el volumen máximo de espuma. El "valor de espuma" se calcula entonces por medio de la expresión. -

20.
$$\text{Valor de espuma} = \frac{\text{Volumen máximo}}{\text{Volumen inicial}} \times 100$$

en que el "volumen inicial" es el volumen de la mezcla antes del calentamiento. De manera general, son aceptables materiales que contienen fluoruro cálcico y que tienen un valor de espuma no superior a unos 250 para el trabajo en hornos de HF, mientras que los que tienen valores de espuma superiores a

unos 250 provocan dificultades de trabajo y pérdidas crecientes tanto de la materia prima como del producto en la fabricación de HF. - - - - -

- Los minerales de fluoruro cálcico que pueden tratarse según el procedimiento de la presente invención pueden tener una composición ampliamente variable tanto por lo que se refiere a su contenido de fluoruro cálcico como al carácter y a las cantidades de sus impurezas. Sin embargo, típicamente un mineral de fluoruro cálcico (es decir "espato fluor")
5. contendrá unos 40-85 por ciento en peso de fluoruro cálcico, unos 3-5 por ciento en peso de calcita (calculada como carbonato cálcico), unos 30-40 por ciento en peso de cuarcita (calculada como dióxido de silicio) y unos 6-10 por ciento en peso de otras impurezas, tales como azufre elemental, sulfuros y fosfatos metálicos y sulfato bórico. - - - - -
- 10.
- 15.

- Como se ha indicado anteriormente, el mineral de fluoruro cálcico que se encuentra en la naturaleza es primero triturado para liberar partículas de calcita y cuarcita para la posterior separación en el proceso de flotación de estas partículas indeseadas respecto a las partículas de fluoruro cálcico. El grado en que el mineral de fluoruro cálcico es triturado puede variar ampliamente según la cantidad de impurezas en el mineral, el rendimiento del horno en la producción de HF y otros factores. Una gama típica de distribuciones de tamaño de partícula del mineral triturado es como sigue: - - - - -
- 20.
- 25.

<u>Tamaño de partícula, micrones</u>	<u>% en peso, gama</u>
- 5 a +3	18 a 20
-10 a +5	20 a 50
-20 a +10	30 a 50
-40 a +20	10 a 15
+40	2 a 8

El mineral triturado que contiene partículas de fluoruro cálcico, calcita, cuarcita e impurezas se mezcla entonces con agua y con un agente adecuado de flotación para formar una primera suspensión acuosa. - - - - -

5. La cantidad del mineral de fluoruro cálcico triturado empleada en la primera suspensión acuosa no es crítica y puede variar ampliamente. Sin embargo, típicamente, la primera suspensión acuosa contiene el mineral triturado en una cantidad de unos 30-60 por ciento en peso y preferentemente de unos 40-50 por ciento en peso. Desde luego, la cantidad de partículas de fluoruro cálcico, calcita y cuarcita de la primera suspensión acuosa dependerá del grado en que se haya triturado el mineral, de la composición original del mineral de fluoruro cálcico y de otros factores, además de
10. la cantidad de mineral triturado introducida en la primera suspensión acuosa. Tal como se utiliza aquí, la expresión "partículas de fluoruro cálcico" se refiere a partículas que contienen fluoruro cálcico e impurezas obtenidas de la anterior etapa de trituración. Si bien la trituración libera can
- 15.

tidades de partículas de calcita y de cuarcita presentes en el mineral de fluoruro cálcico, debe entenderse que las partículas de fluoruro cálcico pueden también contener calcita y cuarcita residuales, además de otras impurezas, aunque en cantidades menores de las presentes en el mineral original.

5. Por ejemplo, las partículas de fluoruro cálcico que contienen unos 97 por ciento en peso de fluoruro cálcico pueden también contener unos 0,5-1,5 por ciento en peso de calcita (calculada como carbonato cálcico), unos 1,0-2,0 por ciento en peso de cuarcita (calculado como dióxido de silicio) y unos 0,05-0,2 por ciento en peso de otras impurezas presentes en el mineral original. - - - - -

10.

Los agentes de flotación que pueden emplearse son convencionales y su descripción no es crítica en la presente invención. Así, los agentes de flotación adecuados son como los describe la patente US 3.430.765 (concedida en 1969 a G.E. Allen et al.) e incluyen ácidos grasos saturados e insaturados, tales como ácidos grasos saturados que tiene de 4 a 22 átomos de carbono (por ejemplo ácido oléico, ácido linoléico y ácido esteárico) y ácidos grasos insaturados que tienen de 18 a 22 átomos de carbono. La cantidad de agentes de flotación empleada en la primera suspensión acuosa no es crítica y puede variar ampliamente según factores tales como la cantidad de partículas de calcita y cuarcita en el mineral triturado, la distribución del tamaño de partícula del mineral triturado y otros factores. En general, sin embargo, el agente de flotación se introduce en la suspensión acuosa en

15.

20.

25.

una cantidad de unos 0,01-0,3 por ciento en peso, y, preferentemente, de unos 0,1-0,25 por ciento en peso. - - - - -

5. El pH de esta primera suspensión acuosa que puede utilizarse para lograr la flotación máxima en la etapa posterior es conocido en la técnica y puede determinarse empleando métodos convencionales, tales como los descritos en la patente US 3.430.765. - - - - -

10. La primera suspensión acuosa se trata de manera convencional para crear una espuma. Puede hacerse pasar gas (por ejemplo aire) que no sea reactivo con ningún componente de la primera suspensión acuosa a través de la suspensión bajo condiciones de temperatura, presión y caudal de gas suficientes para crear la espuma deseada. Si bien no es crítico en la presente invención, la primera suspensión acuosa se espuma de manera general a su temperatura de ebullición. Tipicamente, la suspensión se espuma en un recipiente provisto de un extremo superior abierto. Se introduce gas en el líquido por la parte inferior del recipiente y se deja que la espuma se colecte en la superficie del líquido. La espuma puede dejarse rebosar del recipiente y fluir hacia una arca prevista alrededor de la circunferencia del extremo superior del recipiente. El recipiente puede también estar provisto de brazos giratorios que giren horizontalmente sobre la superficie del líquido para facilitar la remoción de la espuma del mismo. Al sacarla del recipiente de espumación, la espuma se destruye en general espontáneamente para formar

15.

20.

25.

- una suspensión (denominada aquí "segunda suspensión acuosa") que contiene partículas de fluoruro cálcico y partículas de calcita y cuarcita y otras impurezas que se colectan en la espuma. El porcentaje de calcita y cuarcita en el mineral de fluoruro cálcico que se elimina como sólidos en el recipiente de flotación puede variar ampliamente según la cantidad de agente de flotación empleada, la cantidad de partículas de fluoruro cálcico, calcita y cuarcita de la primera suspensión acuosa y otros factores. Sin embargo, de manera general, hasta unos 90 por ciento en peso de la calcita (calculada como carbonato cálcico) y en general hasta unos 95 por ciento en peso de la cuarcita (calculada como dióxido de silicio) de la primera suspensión acuosa se sedimenta hacia el fondo del recipiente de flotación y se elimina por tanto de la primera suspensión acuosa. Estos sólidos sedimentados pueden eliminarse del recipiente de flotación y hacerse pasar a las aguas residuales. Así, la espuma y la segunda suspensión acuosa contienen, de manera general, partículas espumadas en una cantidad que es en general menor de unos 2 por ciento en peso y preferentemente menor de unos 1 por ciento en peso de la calcita (calculada como carbonato cálcico) y en general menor de unos 2 por ciento en peso y preferentemente menor de unos 1 por ciento en peso de la cuarcita (calculada como dióxido de silicio) contenidas en la primera suspensión acuosa y contienen también, en general, por lo menos unos 90 por ciento en peso y preferentemente por lo menos unos 95 por ciento en peso del fluoruro cálcico (calculado como Ca F_2) contenido en la primera suspensión acuosa. La
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

espuma y la posterior segunda suspensión acuosa contienen tam-
bién una porción principal (es decir por lo menos 50 por cien-
to en peso y preferentemente por lo menos unos 70 por ciento
en peso del agente de flotación obtenido en la primera suspen-
sión acuosa. Las cantidades exactas presentes variarán según
5. la cantidad y el tipo de agente de flotación empleado y una
serie de otros factores. - - - - -

La espuma o la segunda suspensión acuosa formada
espontáneamente de la misma se trata entonces para eliminar
una porción principal, es decir por lo menos 50 por ciento
10. en peso y preferentemente por lo menos 70 por ciento en peso,
de sólidos que tienen un tamaño de partícula inferior a unos
10 micrones y, más preferentemente, inferior a unos 5 micro-
nes. Se ha hallado que estos sólidos finos pueden eliminarse
15. convenientemente de esta suspensión haciendo pasar la suspen-
sión a un ciclón de líquidos en que la suspensión se somete
a un movimiento de torbellino rápido que origina la separa-
ción de los sólidos finos como separado por arriba y la for-
mación de una suspensión espesada como separado por debajo
20. que puede luego tratarse para recuperar fluoruro cálcico del
mismo. - - - - -

Se ha hallado que la eliminación de los anteriores
sólidos finos origina la eliminación con los sólidos finos de
una porción substancial (de manera general, por lo menos unos
25. 50 por ciento en peso y preferentemente por lo menos unos 70
por ciento en peso) del agente de flotación en la segunda sus

pensión acuosa y preferentemente origina una suspensión espesa que contiene en general menos de unos 0,2 por ciento en peso y preferentemente menos de unos 0,1 por ciento en peso de agente de flotación. - - - - -

5. Se hace referencia ahora a la Figura 1 en la que se ilustra una realización de la presente invención. Se hace pasar mineral de fluoruro cálcico por la tubería 2 al aparato 4 de trituración en el que el mineral se tritura hasta la finura deseada. El mineral triturado se extrae por la tubería 6 y se hace pasar opcionalmente al clasificador 8 en el que el mineral triturado se separa para eliminar toda fracción gruesa indeseada que se recicla a la trituradora 4 por la tubería 10 y el mineral triturado de carga, del tamaño de partícula deseado, que se extrae del clasificador 8 por la tubería 12 y se hace pasar al recipiente 14. En el recipiente 14, el mineral triturado de carga se mezcla con agua, introducida en el mismo por la tubería 16, y agente de flotación, introducido en el mismo por la tubería 18, para formar una primera suspensión acuosa que se extrae por la tubería 20 y se hace pasar al recipiente 22 de flotación. Se introduce gas (por ejemplo aire) en el líquido contenido en el recipiente 22 por la tubería 24 y en el aparato 26 de introducción, produciendo con ello la espuma 31 en la superficie del líquido. Se deja que la espuma 31 rebosa del recipiente 22 para recogerla por medio de artesas 28 situadas circunferencialmente alrededor del recipiente 22 por debajo de su borde superior. La espuma 31 contiene partículas espumadas que com-

- prenden partículas de fluoruro cálcico junto con una porción menor de las partículas de calcita y cuarcita de la primera suspensión acuosa y de una porción principal del agente de flotación de la primera suspensión acuosa. Los sólidos no incorporados en la espuma se decantan hacia el fondo del recipiente 22 y se extraen hacia las aguas residuales por la tubería 30. Estos sólidos contienen una porción principal de las partículas de calcita y cuarcita presentes en la primera suspensión acuosa. La espuma recogida en las artesas 28 se destruye en general espontáneamente para formar una segunda suspensión acuosa que se extrae y se hace pasar por la tubería 32 hacia el aparato de separación de sólidos, por ejemplo el ciclón 34 para líquidos, para el tratamiento de la segunda suspensión acuosa a fin de eliminar de la misma una porción principal de las partículas que tienen un tamaño de partícula inferior a 10 micrones. La segunda suspensión acuosa se introduce por la tubería 38 al ciclón 34, por lo que se origina un separado por arriba (extraído por la tubería 36) que contiene la porción principal de las partículas de calcita presentes en la segunda suspensión acuosa y un separado por debajo, espesado, (extraído por la tubería 40) que contiene partículas de fluoruro cálcico. La suspensión espesada por debajo se hace pasar a una posterior separación de sólidos, por ejemplo el filtro 42, en que los sólidos son extraídos y se hacen pasar por la tubería 44 al tratamiento subsiguiente, incluyendo el secado y el paso de los sólidos secos a la fabricación de HF. El líquido extraído del filtro 42 por la tubería 46 puede reciclarse al recipiente 14 en el
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

que se suspende el mineral triturado. - - - - -

Aunque el ciclón para líquidos puede ser de construcción convencional y la exposición detallada de su estructura no es esencial en la presente invención, la Figura 2 ilustra un ejemplo típico de tal ciclón. El aparato de la Figura 2 comprende una carcasa alargada provista de una sección superior cilíndrica 108 y de una sección inferior cónica 110 que comunica con aquélla. La entrada 106 se halla prevista para la introducción tangencial de la segunda suspensión acuosa que contiene partículas de fluoruro cálcico, calcita y cuarcita y el agente de flotación a alta velocidad, haciendo que se mueva rápidamente en torbellino en la cámara 108. Desde la cámara 108 la suspensión circula en una corriente que forma continuamente torbellino hacia abajo a lo largo de la pared cónica de la sección inferior 110 en un trayecto de radio constantemente decreciente, y, por tanto, de velocidad creciente. Las fuerzas centrífugas creadas provocan un movimiento hacia afuera de las partículas según una cantidad que depende de su peso específica, de su forma y de sus dimensiones. - - - - -

Las partículas susceptibles de separación por esta fuerza son lanzadas hacia la pared de la sección cónica y se colectan en el fondo de la cámara 110 donde son descargadas a través de la abertura 112 del vértice. A medida que la corriente en torbellino se acerca al fondo de la sección cónica 112 es obligado a circular hacia el eje central 120

5. y luego hacia arriba y hacia afuera a través del tubo vertical 116 del torbellino y hacia el interior de la cámara superior 114 de la que se extrae por la salida 100 como corriente 102. La suspensión espesada se elimina por la salida 112 del fondo de la cámara 110. - - - - -

La invención puede ilustrarse adicionalmente por medio de los siguientes ejemplos: - - - - -

EJEMPLO

10. Se prepara una suspensión acuosa que contiene 25% en peso de mineral de fluoruro cálcico triturado que contiene 97,2% en peso de fluoruro cálcico, 0,33% en peso de calcita (calculada como carbonato cálcico), 1,6% en peso de cuarcita (calculada como dióxido de silicio) y 0,3% en peso de impurezas (es decir agente de flotación, sulfuros metálicos fosfatos, etc.). Esta suspensión acuosa se bombea a un caudal de unos 20 galones (aprox., 75 l) por minuto a través de un ciclón para líquidos Whirlstream Modelo 110 (fabricado por Polyclon, Inc.) y que tiene la forma general ilustrada en la Figura 2. Se toman muestras del separado por arriba y del separado por debajo, espesado, y se analizan por lo que se refiere al agente de flotación orgánico residual, al carbonato cálcico, al valor de espuma y a los sólidos totales. Los resultados de estos análisis se indican en la siguiente Tabla I: - - - - -

15.

20.

TABLA I

<u>Análisis</u> <u>(Base en seco)</u>	<u>Carga de suspensión</u> <u>acuosa</u>	<u>Separado por</u> <u>arriba</u>	<u>Separado por</u> <u>debajo</u>
Porcentaje en peso de sólidos totales	25	9	75
Porcentaje en peso de CaCO ₃	0,33	1,09	0,15
Porcentaje en peso orgánico total	0,20	0,34	0,09
Valor de espuma	320	614	241

La siguiente Tabla II compara la distribución del tamaño de partícula para los sólidos del separado por arriba y del separado por debajo que salen del ciclón con la distribución del tamaño de partícula del mineral triturado presente en la suspensión acuosa de partida y refleja también las cantidades relativas de cada tamaño de partícula que entra en las corrientes de separado por arriba y separado por debajo.

TABLA II

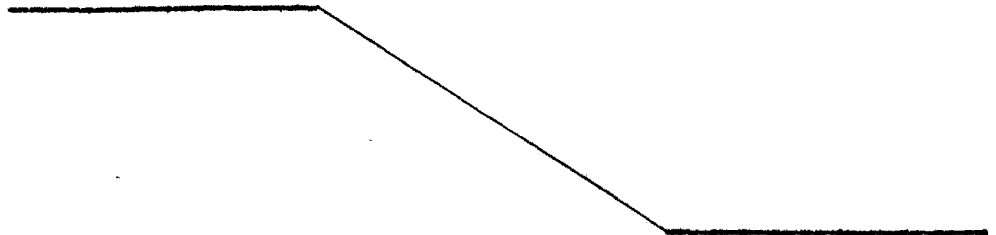
<u>Gama de</u> <u>tamaño</u> <u>de par-</u> <u>tícula</u> <u>(Micro-</u> <u>nes)</u>	<u>Carga de</u> <u>suspen-</u> <u>sión</u> <u>acuosa</u> <u>(% pe-</u> <u>so)</u>	<u>Corriente separada por arriba</u> <u>% peso de</u> <u>muestra</u>	<u>Corriente separada por</u>	
			<u>de carga</u> <u>en el sepa-</u> <u>rado por</u> <u>arriba</u>	<u>de carga</u> <u>en el sepa-</u> <u>rado por</u> <u>debajo</u>
-5 a +3	8,8	14,0	3,9	4,8
-10 a +5	41,7	74,5	20,9	20,8
-20 a +10	36,4	11,4	3,1	33,3
-40 a +20	10,8	<0,1	<0,03	10,8
+40	2,3	-	-	2,3

5. Como puede verse de los anteriores resultados, la eliminación de unos 26% del mineral triturado de partida y de unos 93% en peso del agua de la suspensión acuosa produjo un separado por arriba, espesado, que contenía valores de fluoruro cálcico que cuando pasaron a un horno de HF para la fabricación de HF originaron una cantidad substancialmente menor de espuma y, por lo tanto, un comportamiento mejorado del funcionamiento del horno. - - - - -

10. Si bien se han descrito varias realizaciones de la invención, los métodos descritos deben entenderse como limitadores del alcance de la invención puesto que se considera que son posibles cambios en los mismos y que se pretende además que cada elemento citado en cualquiera de las siguientes reivindicaciones se entienda como referido a todos los elementos equivalentes para lograr los mismos resultados, substancialmente de la misma forma o de forma equivalente, pretendiéndose cubrir la invención ampliamente en cualquier forma en que pueda utilizarse su principio. - - - - -

15.

20. A los efectos consiguientes, se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las reivindicaciones que siguen. - - - - -



REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para producir un mineral de fluoruro cálcico concentrado, que tiene un menor valor de espuma y que es particularmente adecuado para la fabricación de fluoruro de hidrógeno, caracterizado porque comprende:
5. (a) triturar mineral de fluoruro cálcico, que contiene partículas de calcita y de cuarcita, para formar partículas de fluoruro cálcico y liberar por lo menos una porción de dichas partículas de calcita y de cuarcita;
10. (b) mezclar el mineral triturado con un medio acuoso y con una cantidad eficaz de un agente adecuado de flotación para formar una primera suspensión acuosa que contiene dichos agente de flotación, fluoruro cálcico y partículas de calcita y de cuarcita;
15. (c) hacer contactar dicha primera suspensión acuosa en un gas bajo condiciones suficientes para producir (i) una espuma que contiene una porción principal de dicho agente de flotación y partículas espumadas que comprenden partículas de fluoruro cálcico junto con una porción menor de las partículas de calcita y de cuarcita de dicha primera suspensión y (ii) sólidos separados que contienen una porción principal de las partículas de calcita y de cuarcita de dicha primera suspensión;
20. (d) recuperar, como segunda suspensión acuosa, por lo menos una porción de dicha espuma que contiene dichas partículas espumadas y dicha porción de agente de flotación;
25. (e) sacar de dicha segunda suspensión acuosa una porción principal de dichas partículas espumadas que tienen un tamaño de partícula inferior a unos 10 micrones, para producir con ello una

suspensión acuosa espesada que contiene partículas de fluoruro cálcico; y (f) sacar, como producto, partículas de fluoruro cálcico de dicha suspensión acuosa espesada. - - - - -

5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha segunda suspensión acuosa es tratada para sacar por lo menos unos 70% en peso de dichas partículas espumadas que tienen un tamaño de partícula inferior a unos 10 micrones. - - - - -

10. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque por lo menos el 50% en peso del agente de flotación de dicha segunda suspensión acuosa se saca con dicha porción principal de partículas espumadas que tienen un tamaño de partícula superior a unos 10 micrones. - - - - -

15. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha suspensión acuosa espesada contiene menos de unos 0,2% en peso de agente de flotación. - - - - -

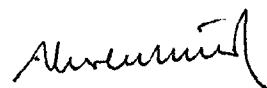
20. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha segunda suspensión acuosa se trata para sacar una porción principal de dichas partículas espumadas que tienen un tamaño de partícula inferior a unos 5 micrones. - - - - -

6.- "PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN MINERAL DE FLUORURO CALCICO CONCENTRADO". - - - - -

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veintidós hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras y de dos figuras que la ilustran.

MADRID 10 MAYO 1977

P. A. M. CURELL SUÑER



mcm.

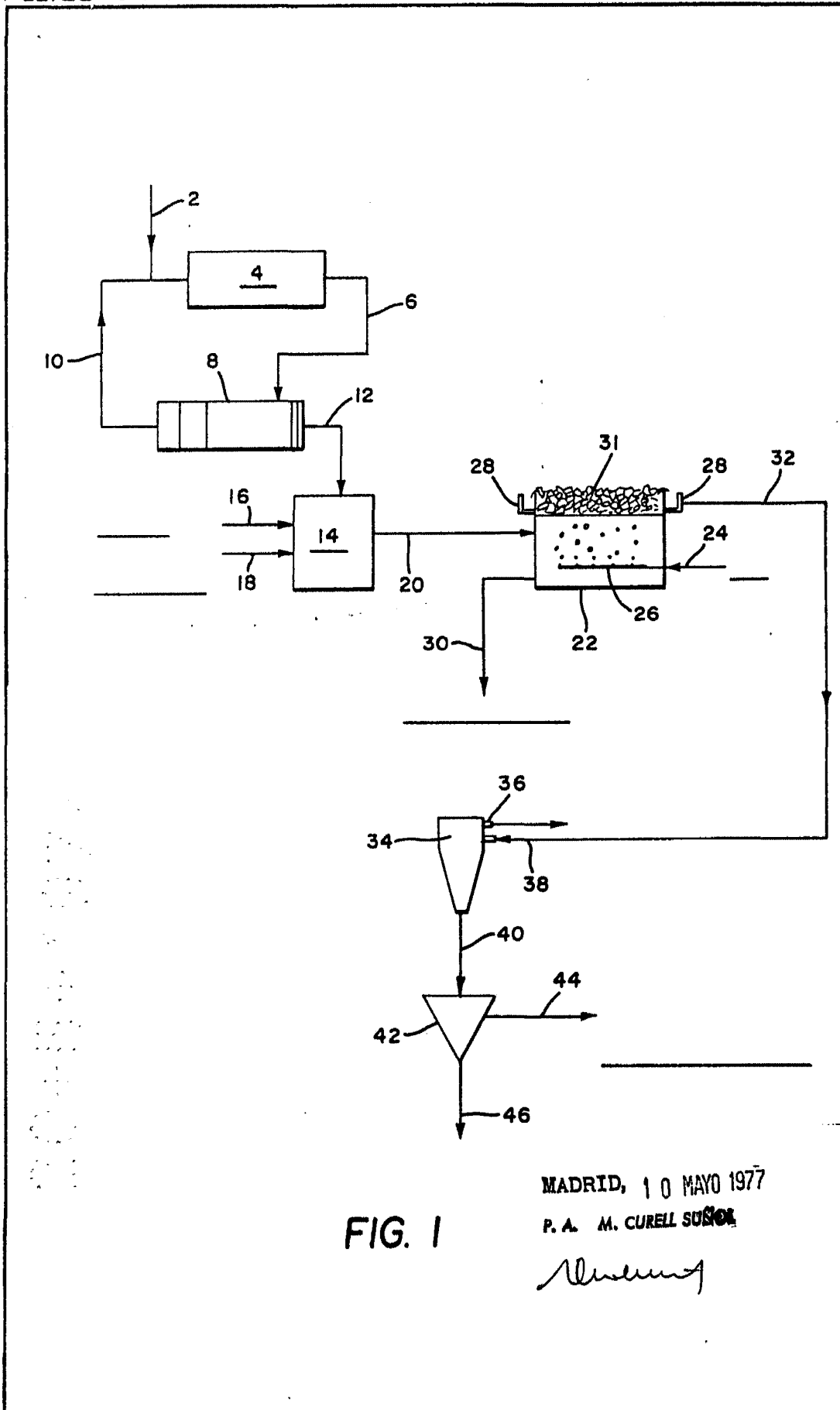


FIG. 1

MADRID, 10 MAYO 1977

P. A. M. CURELL ~~SUSSEX~~

[Handwritten signature]

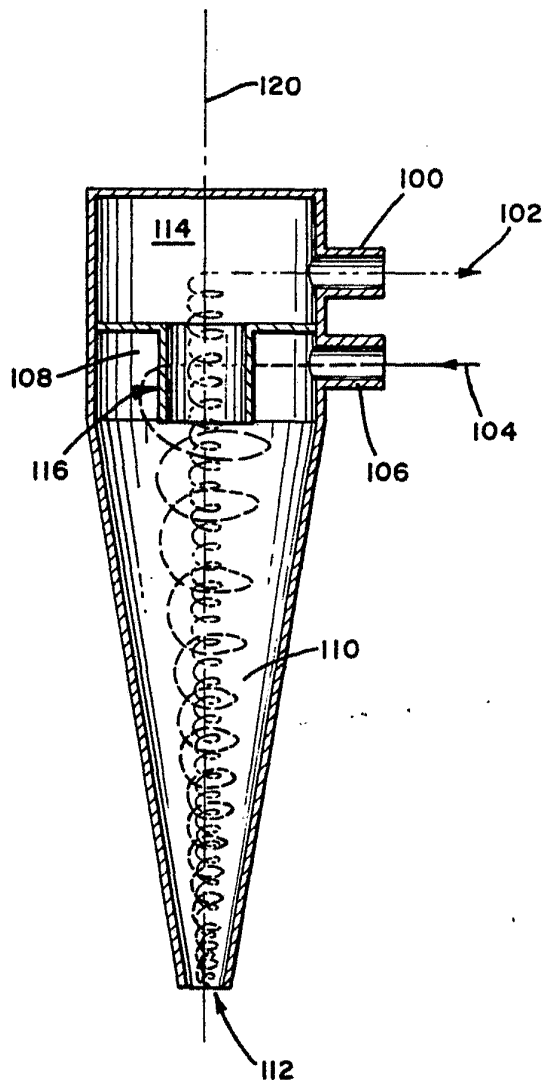


FIG. 2

MADRID, 10 MAYO 1977

P. A. M. CURELL SUÑOL

Alvarez