



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

244945

(11)

(B2)

(22) Přihlášeno 05 08 83

(21) (PV 5816-83)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 06 08 82
(406 074) Spojené státy americké

(40) Zveřejněno 17 09 85

(45) Vydáno 15 07 88

(51) Int. Cl.⁴

B 28 C 1/06

B 28 C 1/20

(72)

Autor vynálezu

COOK JERRY ALLEN; COBB GARY LAWSON, ATLANTA, GEORGIA
(Sp. st. a.)

(73)

Majitel patentu

ANGLO-AMERICAN CLAYS CORPORATION, ATLANTA, GEORGIA
(Sp. st. a.)

(54) **Způsob výroby kalcinovaného jílu s nízkým otěrem a vysokou optickou odrazností**

1

2

Vynález se týká způsobu odstraňování barvicích nečistot obsahujících titan a železo ze surového kaolinového jílu. Z jílu se připraví disperzní vodní emulze obsahující deflokulační činidlo a plavící přísadu tvořenou mastnou kyselinou, suspenze je pak upravována tak, aby se barvicí nečistoty povlékly plavící přísadou a staly se hydrofobními. Poté se k suspenzi přidává systém očkovacích částic magnetického feritu submikronové velikosti s hydrofobizovaným povrchem. Očkovaná suspenze se míchá, aby se dosáhlo koalescence hydrofobizovaných barvicích nečistot a hydrofobizovanými očkovacími částicemi a kal se pak podrobí pěnové flotaci, při které se odstraní podstatný podíl barvicích nečistot a s nimi koalescencí spojených očkovacích částic, současně se pak podrobí magnetické separaci, při které prochází porézní feromagnetickou maticí, ve které působí magnetická indukce nejméně 0,05 T. Produkt magnetické separace se pak kalcinuje při teplotě nejméně 815 °C.

Vynález se týká způsobu výroby kalcinovaného jílu s nízkým otěrem a vysokou optickou odrazností.

V přírodě se vyskytující jíly často obsahují barvicí nečistoty obsahující železo a titan. Množství barvicích nečistot obsahujících titan je zvláště vysoké v případě sedimentárních kaolinů z Georgie, ve kterých jsou tyto nečistoty obvykle přítomny jako železem znečištěné anatasy a rutily. V případě různých surovinových kaolinových jílu je často žádoucí a častěji dokonce nutné přírodní surovinu rafinovat, aby se její jasnost zvýšila na hodnotu přijatelnou pro nanášení na papír a jiné aplikace. V minulosti se pro odstraňování uvedených barvicích nečistot používaly různé metody. Jednou z metod je například použití kyselých siřičitanů, kterými se alespoň část železitých barvicích nečistot převádí na rozpustné formy, které pak mohou být z jílu odstraněny.

Mezi nejúčinnější způsoby odstraňování nečistot obsahujících titan, včetně odstraňování anatasů znečištěných železem, náleží dobře známé pěnové flotační metody. Podle těchto metod se z jílu vytvoří vodní suspenze nebo kal, jehož pH se zvýší na alkalickou hodnotu, například přidáním hydroxidu amonného, a přidá se plavící přísada, například kyselina olejová. Suspenze se pak dále upravuje mícháním po poměrně dlouhou dobu. K upravené suspenzi se pak přidá pěnicí přísada, například borovicový olej, načež se suspenzí v pěnové flotační lázni nechá procházet vzduch, jehož působením dojde k separování nečistot.

Účinnost popsané flotační techniky se však snižuje při použití této techniky pro odstraňování malých částic barvicí nečistoty. Problém v tomto případě spočívá v tom, že flotační síly nepostačují u malých částic k překonání přídržných sil, takže tyto částice nemohou na flotaci náležitě reagovat.

V uplynulých letech se dále zjistilo, že pro odstraňování některých z uvedených nečistot, včetně nečistot obsahujících titan a některých nečistot obsahujících železo, lze použít metody magnetické separace s vysokou intenzitou magnetického pole. Zjistilo se, že na magnetické pole s vysokou intenzitou reagují například anatasy a určité další paramagnetické minerály. V US patentovém spisu č. 3 471 011 je například popsán postup úpravy suspenzí, na které se po dobu v rozsahu 30 s a 8 minut působí magnetickou indukcí o intenzitě 0,85 T nebo vyšší. Je třeba se zmínit také o US patentu č. 3 676 337, ve kterém je popsán způsob zpracování minerální suspenze průchodem matricí z ocelové vlny za působení magnetické indukce o intenzitě minimálně 1,2 T. K provádění způsobu podle US patentu č. 3 676 337 lze použít různá zařízení, například zařízení popsaná v US patentu č. 3 627 678. Suspenze v tomto případě prochází nádobou, která obsahuje matricí z nerez oceli nebo podobného vláknitého ferro-

magnetického materiálu, která je uspořádána v magnetickém poli a vysokou intenzitou, které se vytváří cívkami obklopujícími nádobu.

V určitých jiných případech, například podle US patentu č. 3 826 365, se nečistoty obsahující titan oddělují použitím magnetického pole s vysokou intenzitou, této separaci však předchází selektivní flokulace. Poněkud podobný jev je popsán v SSSR patentu č. 235 591, podle kterého se pro selektivní flokulaci nečistot v polevě z jílu používá několik činidel, nečistoty se pak oddělují ve feromagnetickém filtru obsahujícím ocelové kuličky, které byly předtím hydrofobizovány silikonovou pastou.

Všechny popsané způsoby magnetické separace, včetně způsobů s použitím různých flokulací, trpí určitým omezením, které spočívá v tom, že přes všechny zmíněné technologie nelze spolehlivě odstranit částičky s nízkou magnetickou susceptibilitou.

Dále je třeba uvést US patent č. 3 974 067, ve kterém je popsán způsob zvyšování odrazivosti kaolinového jílu, podle kterého se jíl ve vodní suspenzi podrobí pěnivé flotaci pro odstranění nečistot obsahujících titan a vyčištěný produkt z pěnové flotace se pak podrobí magnetické separaci, při které tento produkt prochází feromagnetickou matricí uspořádanou v magnetickém poli s vysokou intenzitou. Tento způsob, přestože je ve srovnání s mnohými staršími metodami podstatně účinnější, přesto trpí některými omezeními zmíněnými v souvislosti s flotací a konvenční magnetickou separací, to jest částičky barvicích nečistot s malými rozměry se jen obtížně flotují a částičky s velmi nízkou magnetickou susceptibilitou nelze spolehlivě oddělit ve fázi magnetické separace.

V řadě starších US patentových spisů byl popsán způsob výrazného zvýšení účinnosti magnetické separace aplikované na různé minerály, včetně kaolinových jílu. Podle způsobu popsaného v těchto patentových spisech, mezi které náleží US patentové spisy č. 4 087 004 a 4 125 460, se dispergovaná vodní suspenze jílu, který se má upravit, mísí s jemnými magnetickými částicemi na bázi magnetického feritu. Suspenze pak prochází za přítomnosti magnetického pole zmíněnou porézní feromagnetickou matricí, ve které se ze suspenze odstraní nečistoty naočkované magnetickými částicemi. Uvedené způsoby jsou natolik účinné, že umožňují dosáhnout podstatné zvýšení světelné odrazivosti i při použití magnetických polí s velmi nízkou intenzitou. V US patentovém spisu č. 4 125 460 je dokonce popsáno dosažení zcela přijatelné odrazivosti při použití magnetické indukce o intenzitě 0,05 T.

Další způsob spadající do stavu techniky je popsán v US patentovém spisu č. 3 926 789, ve kterém je popsána selektivní separace minerálů použitím ferokapalin, které se po-

užívají pro selektivní smáčení minerálních složek, které se mají ze směsí minerálů oddělit. V důsledku použití ferokapaliny se zvýší magnetická susceptibilita zvolené složky, která pak může být zachycena v magnetickém separátoru, kterým pak směs minerálů prochází.

Zmíněná metoda magnetického očkování, která je popsána v US patentových spisech č. 4 087 004 a 4 125 460, náleží mezi nejučinnější dosud známé způsoby odstraňování barvicích nečistot obsahujících titan a železo, i když tato metoda často neumožňuje oddělení velmi drobných částic barvicí nečistoty. Při průmyslovém využití popsané metody se však projevují určité praktické problémy. Jeden ze základních problémů spočívá v tom, že použití magnetických očkovacích materiálů způsobuje poměrně rychlé zanášení a ucpávání porézní feromagnetické matrice.

Zařízení pro magnetickou separaci, které se obvykle používá v průmyslu zpracování kaolínu a jiných minerálů, a které je v zásadě typu popsaného v uvedeném US patentovém spisu č. 3 676 337, používá, jak již bylo uvedeno, matici z jemné ocelové vlny. Při průchodu očkované suspenze touto maticí z ocelové vlny dochází k oddělení magnetických feritů, například kysličníku železnato-železitého, které se používá jako magnetický dotýčný materiál. Při běžném způsobu použití těchto magnetických separátorů se matrice při vypnutém magnetickém poli periodicky proplachuje, čímž se dosahuje odstranění barvicích materiálů a magnetických dotýčných materiálů, které se v matici nahromadily. Při běžné magnetické separaci je toto proplachování vysoce účinné a zařízení může pracovat po celé měsíce, aniž by bylo třeba toto zařízení za účelem buď důkladného vyčištění nebo výměny ocelové vlny úplně rozebrat.

Částičky magnetických feritů, například zmíněného kysličníku železnato-železitého však mají vysoký zbytkový magnetismus. V důsledku toho je nelze z matrice z ocelové vlny snadno vypláchnout, to jest dokonale vypláchnout při běžném proplachování matrice na místě. V důsledku toho dochází k rychlému zanášení a ucpávání matrice z ocelové vlny, které vyžaduje poměrně časté rozebírání separačního zařízení a výměnu nebo speciální čištění ucpaných matic.

Dále je třeba zdůraznit, že některé magnetické očkovací směsi obsahují organické kapaliny. Tyto materiály se podobně hromadí v matici a způsobují její znečišťování a ucpávání. Kromě toho jsou v různých ferokapalinách přítomny některé organické látky, například mastné kyseliny, které sice nijak nadměrně neucpávají matici, avšak zůstávají v upraveném produktu na výstupu separátoru. Jestliže se pak jedná o polevový jíl, mohou mu tyto složky dodat vysoce nežádoucí vlastnosti. Kyselina olejová

může například způsobit nežádoucí pěnivost polevového jílu, v důsledku které je pak tento jíl pro většinu aplikací poměrně nevhodný.

Uvedené nedostatky známých způsobů výroby kalcinovaného jílu s nízkým otěrem a vysokou optickou odrazností ze surového kaolinového jílu obsahujícího barvicí nečistoty s obsahem titanu a železa, při kterých se surový jíl magneticky upravuje a získaný produkt se kalcinuje, odstraňuje způsob podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že při magnetické úpravě surového jílu se k vodní suspenzi surového jílu přidává systém magnetických feritových částic o velikosti nejvýše $1\ \mu\text{m}$ v množství nejméně $0,09\ \text{M Fe}_2\text{O}_3$ na $1\ 000\ \text{kg}$ suchého jílu, očkovaná suspenze se podrobuje pěnové flotaci a výsledný produkt magnetické separace při magnetické indukci nejméně $0,05\ \text{T}$ se kalcinuje při teplotě nejméně $815\ ^\circ\text{C}$.

Je výhodné, jestliže jíl podrobený kalcinaci se před magnetickou separací roztřídí tak, že nejméně $94\ \%$ hmotnostních částic je menší než $1\ \mu\text{m}$.

Kalcinace se s výhodou provádí při teplotách do $1\ 093\ ^\circ\text{C}$ a produkt separace se před kalcinací podrobí redukčnímu bělení.

Je výhodné, jestliže bělený kaolinový jíl se před kalcinací podrobí flotaci, filtrování, opětnému rozpuštění a mletí a kalcinovaný produkt se podrobí dalšímu rozmělnění.

Magnetické ferity s výhodou obsahují kysličník železnato-železitý a systém očkovacích částic obsahuje feritové částice ve vodní fázi, spolu s mastnou kyselinou s 10 až 15 uhlíkovými atomy pro hydrofobizaci feritových částic a stabilizaci jejich rozměrů.

Je výhodné, jestliže mastnou kyselinou je kyselina laurová a systém očkovacích částic obsahuje nejméně $0,003\ \text{kg}$ molekv. kyseliny laurové na $1\ \text{kg}$ magnetického feritu přepočteného na Fe_2O_3 .

V některých případech je dále výhodné, jestliže systém očkovacích částic obsahuje částice magnetického feritu v organické fázi obsahující mastnou kyselinu, přičemž mastnou kyselinou je kyselina olejová a organickou fází je petrolej.

Nový a vyšší účinek vynálezu spočívá v nalezení způsobu magnetické úpravy jílu použitím magnetického očkování, kterým se odstraní barvicí nečistoty obsahující titan a železo v takové míře, že se dosáhne takového zvýšení odrazivosti, které nebylo dosud známými metodami, založenými na flotaci, magnetické separaci nebo dosud známými kombinacemi těchto metod, dosažitelné.

Další výhoda vynálezu spočívá v tom, že způsob magnetické úpravy kaolinových jílu je při odstraňování barvicích nečistot obsahujících titan a železo natolik účinný, že umožňuje výrobu jílu polevové jakosti i ze surovin, které se dříve pro toto použití považovaly v důsledku vysokého znečištění za nevhodné.

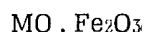
Jiná další výhoda spočívá v tom, že způsob se může provádět s použitím běžných magnetických separátorů s porézními maticemi, aniž by docházelo k rychlému zanášení a ucpávání těchto matic.

Další výhoda vynálezu spočívá v tom, že se používají magnetické očkovací materiály vyráběné s nízkými náklady, které jsou navíc vysoce stabilní a dlouho skladovatelné, a které jsou proto mimořádně vhodné pro průmyslovou výrobu.

Jiná další výhoda vynálezu spočívá konečně v tom, že v kombinaci s kalcinací umožní výrobu produktu s mimořádně vysokou světelnou odrazivostí, a to bez potřeby vysoké kalcinační teploty, která by mohla mít za následek nežádoucí zvýšení abrasivnosti jílového pigmentu.

Jako magnetický ferit použitý v očkovacím systému je zvláště vhodný kysličník železnato-železitý, který může být připraven způsobem popsaným ve zmíněných US patentových spisech č. 4 087 004 a 4 125 460. Podle postupu popsaného v těchto patentových spisech se částičky kysličníku železnato-železitého připravují současným sražením solí trojmocného a dvoumocného železa ve vodné fázi, což se provádí přebytkem poměrně silné zásady. Výsledná sraženina se pro tento účel extrahuje do fáze složené z organické kapaliny a mastné kyseliny nebo se ponechává ve vodní fázi, do které se přidává stabilizující mastná kyselina, například zmíněná kyselina laurová. Sraženina se v obou případech může nebo nemusí vyprat.

Kromě zmíněného kysličníku železnato-železitého se mohou při způsobu podle vynálezu použít i jiné jemnozrnné feromagnetické materiály včetně kubických feritů, například NiFe_2O_4 a CoFe_2O_4 , dále gama-kysličník železitý a obecně magnetické ferity s obecným vzorcem



kde

M je iont dvojmocného kovu, například Mn, Ni, Fe, Co, Mg atd.

Magnetický očkovací systém se k jílové suspenzi přidává v množství nejméně 0,09 kilogramu, přepočteno na Fe_3O_4 , na tunu suchého jílu, výhodné je množství v rozsahu 0,46 až 0,91 kg na tunu suchého jílu. Předávkování nemůže nepříznivě ovlivnit světelnou odrazivost jílu, protože přebytkový ferit se odstraní flotací a magnetickou separací. Přestože zásadně nejsou námitky proti přidávání velkého množství očkovacího materiálu, je z ekonomických důvodů účelné použít nejmenší dávky, které zajistí dosažení požadované odrazivosti produktu.

Intenzita magnetické indukce, která působí na suspenzi v průběhu magnetické separace, může být při praktickém provádění způsobu podle vynálezu snížena až na 0,05 T, při které se stále ještě dosáhne přijatelné

úrovně odrazivosti zpracovávaného minerálu. Při použití intenzity magnetické indukce v běžném pracovním rozsahu 0,5 až 1 T je typická doba působení magnetické indukce při provádění způsobu podle vynálezu v rozsahu 15 až 20 s. V rámci technických a ekonomických možností se mohou při provádění vynálezu použít i magnetické indukce s vyšší intenzitou, to jest až do 6 T nebo více.

Dosud nejsou objasněny všechny aspekty mechanismu způsobu podle vynálezu a autor není vázán žádnou speciální hypotézou, je však již nyní ověřeno, že zásluhou úpravy jílové suspenze plavicí přísadou založenou na mastné kyselině a zásluhou následného očkování systémem částic magnetického feritu submikronové velikosti, jejichž povrch byl hydrofobizován, dochází při následném míchání k vysokému stupni koalescence mezi hydrofobizovanými barvicími nečistotami a hydrofobizovanými očkovacími částicemi. Dále, společná hydrofobnost očkovacích částic vyvolává koalescenci přebytkových očkovacích částic s ostatními přebytkovými očkovacími částicemi. Je třeba poznamenat, že jevy probíhající při způsobu podle vynálezu, se principiálně liší od spontánní asociace očkovacího materiálu s barvicí nečistotou, ke které dochází při procesech podle US patentových spisů č. 4 087 004 a 4 125 460. Při těchto procesech jsou povrchy barvicích nečistot v jílové suspenzi podstatně aktivnější, protože nejsou povlečeny kyselinou olejovou nebo jinou mastnou kyselinou.

Tedy, jestliže je pak upravená a očkováná suspenze vystavena pěnové flotaci, odstraňují se nejen barvicí nečistoty, které by se flotací odstranily „normálně“, avšak i některé částice barvicích nečistot, které koalescencí asociovaly s očkovacími částicemi a dále očkovací částice, které lze flotací odstranit v důsledku hydrofobizace jejich povrchu. Poslední odstraňovanou složkou je přebytková plavicí přísada tvořená mastnou kyselinou, která by jinak jílové suspenzi dodala velmi nežádoucí vlastnosti.

Z uvedeného je tudíž patrné, že výsledkem popsaných jevů je hydrofobní koalescence, kterou se také vytvářejí shluky barvicích nečistot s očkovacím materiálem a očkovacího materiálu navzájem, které lze odstraňovat flotací, a které mají vysokou magnetickou susceptibilitu.

Flotací se odstraňují částičky, které se měly odstraňovat na závěr a které by jinak způsobovaly vážné problémy ve stupni magnetické separace, jmenovitě, flotací se odstranila velká množství barvicích nečistot, to jest velké částice barvicích nečistot a asociovaný očkovací materiál, kromě toho se flotací odstranily přebytkové očkovací částice. Všechny tyto složky by se jinak odstraňovaly v magnetickém separátoru, kde by tyto složky, zejména očkovací materiál, napomáhaly k rychlému ucpávání matrice.

Flotaci se také odstraňuje přebytné plavici činidlo tvořené mastnou kyselinou; spolu s ostatními eventuálně přítomnými organickými látkami, které lze flotací odstranit, čímž se vyloučilo ucpávání, které by jinak tyto organické látky mohly v magnetickém separátoru způsobit.

Poté se, jako závěrečná operace způsobu podle vynálezu, vyčištěná suspenze ode dha flotačního období odvádí do magnetického separátoru, avšak zmíněná vyčištěná suspenze je nyní zbavena množství složek, které by jinak v magnetickém separátoru způsobily vážné problémy a zhoršily jeho činnost. To co zůstává po odstranění v magnetickém poli jsou vlastně jen malé částice barvicí nečistoty, které se koalescencí spojily s očkovacími částicemi a sned i s jinými barvicími částicemi, což je důvodem dosažení vyšší magnetické susceptibility, než by jinak bylo možné. Magnetický separátor proto může pracovat s vysokou účinností nejen proto, že byl sprostěn zátěže s odstraňováním velkých částic barvicích nečistot, očkovacího materiálu asociovaného s těmito částicemi a přebytného očkovacího materiálu, které by jinak vycházely z výstupu flotačního stupně a rychle ucpávaly magnetickou matici, ale také zásluhou zvýšené magnetické susceptibility zbylých částic barvicích nečistot.

Z uvedeného je patrné, že fáze mísení, úpravy a flotace způsobu podle vynálezu mají přímou interakci s následnou fází magnetické separace, čímž se dosahuje synergicky kombinovaného účinku, který by jinak nebyl dosažitelný.

Produkt vystupující z magnetické separace může být podroben flotaci, vybělení a zahuštění, načež může být použit jako hotový výrobek. Podle dalšího významu vynálezu se však magneticky upravený materiál může podrobit kalcinaci, čímž se získá kalcinovaný produkt s mimořádně vysokou světelnou odrazivostí.

V uvedené souvislosti je třeba poznamenat, že kalcinované jíly s nízkou abrasivitou náleží mezi materiály, které nacházejí rozšiřující se použití jako plniva papíru. Materiály tohoto druhu se obvykle připravují kalcinací surového kaolinového jílu, který může být předtím podroben úpravám, jejichž účelem je odstranění určitých nečistot, například za účelem zvýšení světelné odrazivosti konečného výrobku. Mezi nejznámější postupy tohoto druhu náleží postupy popsané v USA patentových spisech č. 3 014 836 a 3 586 823; lze poukázat také na USA patenty č. 3 798 064 a 3 171 718.

Vlastnosti, které činí kalcinovaný jílový kmen zvláště vhodný pro použití jako pojivo papíru jsou také dobře známy. Mezi uvedené vlastnosti náleží nízká hodnota abrase a vysoká jasnost a světelná odrazivost. Požadavek nízké abrase je důležitý z toho hlediska, že umožňuje výrobu a zpracování výsledného papíru s použitím běžných stroj-

ních zařízení; aniž by došlo k poškození těchto zařízení. Vysoký jas a světelná odrazivost jsou důležité z hlediska bělosti, vysoké jasnosti, nízké hmotnosti a možnosti dobrého tisku na výsledný papír.

Dosud známá kalcinace kaolinového jílu se osvědčila při výrobě kaolinových pigmentů s vysokou jasností, to jest pigmentů se světelnou odrazivostí 93 % nebo více, přičemž se těmito způsoby dosáhlo i dobrých hodnot abrasivnosti. V závislosti na vlastnostech suroviny však většinou známých způsobů lze dosáhnout mimořádně vysoké světelné odrazivosti, to jest 95 % nebo více; s výjimkou postupů, při kterých jsou kalcinační teploty tak vysoké, že podpoří vytváření abrasivních složek v kaolinovém materiálu, což však může nežádoucím způsobem zvýšit hodnoty abrasivnosti tohoto materiálu.

Podle vynálezu se však kalcinace magneticky upraveného materiálu může provádět při mírných teplotách, čímž se zabráni zvýšení abrasivnosti a přesto se dosáhne produktu s mimořádně velkou světelnou odrazivostí.

Při typickém postupu se magneticky upravený materiál, který je přetříděn tak, že nejméně 94 % hmotnostních tvoří částice menší než 1 mikron, zahustí, přemění na prášek, kalcinuje a znovu rozmělní, čímž se získá výsledný produkt. Třídění materiálu se může provést před nebo po magnetické separaci. Před odvodněním se může provést redukční bělicí operace s použitím hydrosiřičíanu sodného nebo podobně, čímž se odstraní další rozpustné složky, obsahující železo.

Odvodňování se může provádět filtrací, odpařováním, například rozprašovacím sušením nebo jinými známými způsoby. Rozmělnění se s výhodou provádí rázovými mlýny s vysokou energií, které mohou obsahovat zabudovaný tříděč.

Kalcinace se provádí ohřátím jílu na teploty přes 815 °C, což je vysoko nad endotermní teplotou kaolinového jílu. Je výhodné nezahřívat jíl nad 1 093 °C, důvod, to jest zvýšení abrasivnosti, byl již vysvětlen. Jíl se obvykle zahřívá na nebo nad exotermní teplotu, což však není nezbytné, protože výborné produkty mohou být získány ve formě metakaolinu, to jest kaolinů, které byly zahřáty nad endotermní teplotu, avšak nikoli na exotermní teplotu, která bývá v rozsahu 1 051 °C až 1 065 °C.

Způsob podle vynálezu je dále objasněn na příkladech jeho provedení, jejichž výsledky jsou zaznamenány v připojených výkresech, které znázorňují:

— obr. 1: závislost obsahu titanu na objemu jílu upraveného v magnetickém separátoru, pro vzorky jílu zpracované způsobem podle vynálezu a shodným způsobem s vyloučením flotačního stupně;

— obr. 2: odrazivost vyběleného jílu v pří-

padě vzorků zpracovaných způsobem podle obr. 1,

— obr. 3 závislost odrazivosti vyběleného jílu na použité intenzitě magnetického pole, pro vzorky jílu upravené způsobem podle vynálezu,

— obr. 4 obsah titanu pro vzorky zpracované způsobem podle obr. 3,

— obr. 5 závislost odrazivosti vyběleného jílu na velikosti dávek magnetických očkovacích feritů a

— obr. 6 obsah titanu pro vzorky zpracované způsobem podle obr. 5.

Provádění způsobu podle vynálezu je lépe patrné z připojených příkladů, ze kterých jsou patrné pozoruhodné výsledky dosažené způsobem podle vynálezu.

V příkladech 1 až 9 se různým způsobům úpravy, včetně způsobům podle vynálezu, podrobí tři vzorky měkkého krémového kaolinového jílu z Georgie. Všechny vzorky A, B, C se napřed prohnětou. Ve všech případech se ze surového jílu vytváří vodní alkalická disperze, jejíž pH se hydroxidem amonným nastaví na 7 až 10. Hnětení se provádí za přítomnosti malého množství disperzního činidla, například křemičitanu sodného a v případě vzorku C s přidáním polyakrylátu.

Pro všechny popsané příklady platí, že hodnoty odrazivosti se měří podle TAPPI postupu T646 os-75. Hodnoty odrazivosti byly měřeny po běžně používaném redukčním vybělení vzorku hydrosiřičitanem sodným přidávaným v množství 2,5 kg na tunu. Obsah kysličníku titaničitý byl určen rentgenovou fluorescenční metodou. Výsledné údaje pro všechny tyto příklady 1 až 9 jsou shrnuty v dále uvedené tabulce 1.

Příklad 1

Tento příklad je jedním ze série příkladů, kterými se metodou srovnání demonstruje účinek vynálezu. Prohnětená suspenze byla zředěna na 18 % hmotnostních pevné složky, přefiltrována a vybělena. Zjištěné hodnoty odrazivosti a obsahu kysličníku křemičitého představují kontrolní hodnoty pro vzorky A, B, C surového jílu, které byly prohněteny, rozředěny a přefiltrovány, avšak nebyly jinak upravovány.

Příklad 2

V tomto příkladě, který slouží pro získání dalších kontrolních údajů, byl opakován postup popsaný v příkladu 1 s výjimkou filtrování, místo kterého byla suspenze roztržena v odstředivce tak, že se získala frakce, ve které 99 % hmotnostních částic mělo ekvivalentní kulový poměr menší než 2 μm . Velikost částic, jak se o ní v tomto příkladu a v celém následujícím popisu hovoří, byla změřena přístrojem Sedi-graph. Výsledné odrazivosti a obsahy kys-

ličníku křemičitého pro tuto frakci jsou uvedeny v tabulce 1.

Příklad 3

V tomto příkladu byl proveden stejný postup jako v příkladu 2 s tím rozdílem, že po prohnětení, zředění na 18 % hmotnostních pevné složky a filtrování byla suspenze podrobena magnetické separaci, při které procházela nádobou obsahující matici z ocelové vlny, která vyplňovala 7,5 % prostoru nádoby, v zařízení odpovídajícím obecně typu popsanému ve zmíněném US patentovém spisu č. 3 627 678. Průměrná magnetická indukce v průběhu této operace byla přibližně 1,2 T a doba pobytu suspenze v magnetickém poli byla přibližně 51 s. Získané údaje jsou opět uvedeny v tabulce 1 a lze je považovat za reprezentativní výsledky úpravy jílové suspenze běžnou magnetickou separací a vysokou intenzitou magnetického pole, avšak bez očkování.

Příklad 4

Vzorky byly v tomto příkladu zpracovány jako v příkladu 2 s tím rozdílem, že vzorky byly očkovány magnetickými částicemi známého typu, to jest typu popsaného v US patentových spisech č. 4 087 004 a 4 125 460. Tyto částičky jsou tedy tvořeny syntetizovaným kysličníkem železato-železitým, který byl připraven současným srážením iontů trojmocného a dvojmocného železa ve vodném roztoku v požadovaném molárním poměru působením přebytku poměrně silné zásady, to jest hydroxidu amonného. Způsob přípravy těchto částic je popsán v příkladu II zmíněného US patentového spisu č. 4 087 004. Tato známá vodní suspenze částic byla na vzorky jílu aplikována způsobem popsaným v tomto US patentovém spisu č. 4 087 004. Kysličník železato-železitý byl přidán v množství 0,55 kg na tunu suchého jílu. Poté byla suspenze míchána, aby se usnadnilo očkování, očkovaná suspenze byla rozředěna na 18 % hmotnostních pevné složky a pak byla vedena magnetickým separátorem za podmínek shodných s podmínkami, které jsou popsány v příkladu 3. Poté byla roztržena a získána frakce s 92 % hmotnostními částic s ekvivalentním kulovým průměrem menším než 2 μm , na které se provádí výše popsaný testovací postup, kterým se zjistila odrazivost vyběleného jílu a obsah kysličníku titaničitého. Údaje, které jsou uvedeny v tabulce 1, ukazují, že způsobem podle tohoto příkladu 4 se dosáhlo výrazného zvýšení odrazivosti a snížení obsahu titanu.

Příklad 5

Je třeba zdůraznit, že ve všech svrchu uvedených příkladech 1 až 4 se používaly

známé způsoby, takže všechny tyto příklady lze považovat za kontrolní příklady pro získání srovnávacích údajů pro vyhodnocení vynálezu. V tomto příkladu 5 byl použit postup podobný postupu popsanému v souvislosti s příkladem 4 s tím rozdílem, že systém magnetických feritových očkovacích částic byl v tomto případě původně připraven postupem popsaným v příkladu 4, to jest způsobem popsaným v US patentovém spisu č. 4 087 004 — příklad II tohoto patentu. Vodní suspenze magnetických částic, která je výsledkem postupu popsaného v tomto patentu, však byla v následující etapě upravena způsobem podle vynálezu, kterým se stabilizovala velikost částic, což se provedlo tak, že k uvedeným magnetickým částicám se přidalo přibližně 0,017 kg kyseliny laurové na kg kysličníku železato-železitého.

V této souvislosti je třeba zdůraznit, že použití kyseliny laurové, stejně jako jiných mastných kyselin s uhlíkovým řetězcem obsahujícím 10 až 15 atomů uhlíku, ve spojení s vodnými magnetickými kapalinami, není ve svém nejširším smyslu zcela nové. V této souvislosti lze odkázat například na článek „Preparation of Dilution-Stable Aqueous Magnetic Fluids“, E. E. Khalafalla a George W. Reimera, IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS VOL. MAG-16, č. 2, březen 1980. Tento článek popisuje použití kyseliny laurové a jiných mastných kyselin pro získání vodné magnetické kapaliny, která je při rozředování vodou stabilní. V článku je však výslovně uvedeno, že se týká výlučně „ferokapalin“, to jest homogenních a úplně stabilních magnetických kapalin. V tomto příkladu, to jest v systému magnetických feritových částic použitých v tomto příkladu, tento systém není ferokapalinou, protože není dispergován nebo peptizován. Popsaný systém je ve skutečnosti nehomogenní a sedimentuje ve dvě složky, to jest v poměrně tmavou fázi obsahující kysličník železato-železitý a druhou průhlednou vodní fázi. Velikost částic magnetického feritu je v každém případě stabilizována kyselinou laurovou, což představuje nejdůležitější význak způsobu podle vynálezu, při kterém se uvedená kyselina laurová nebo jiná mastná kyselina s uvedenou délkou uhlíkového řetězce používá v koncentraci nejméně $14,7 \times 10^{-3}$ g-molu magnetického feritu přepočteného na Fe_3O_4 na kg. Typická koncentrace mastné kyseliny je řádově $8,3 \times 10^{-2}$ g-molu na kg feritu — přepočteno na Fe_3O_4 . Uvedená hodnota $14,7 \times 10^{-3}$ g-molu odpovídá přibližně 0,007 kg kyseliny laurové. Je třeba poznamenat, že v očkovacím systému se může použít mnohem větší množství mastné kyseliny, protože tato se odstraní v průběhu flotace. Z ekonomického hlediska je však žádoucí použít minimální účinné množství mastné kyseliny. Dále je zajímavé poznamenat, že množství mastné kyseliny používané v očkovacím systému po-

dle vynálezu jsou podstatně menší než se doporučuje pro směsi popsané v uvedeném článku v IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. Z hlediska vynálezu je dále zajímavé, že popsané vodní očkovací systémy jsou stabilní po dlouhou dobu, neboť bylo zjištěno, že v procesu podle vynálezu působí stejně dobře i po měsíčním skladování — viz dále uvedený příklad 9.

Výsledná suspenze byla v tomto příkladu po přidání uvedeného očkovacího systému rozředěna opět na 18 % hmotnostních pevné složky, přefiltrována, podrobena zmíněné magnetické separaci a poté roztržena tak, že se získala frakce jílu, ve které 92 % hmotnostních částic mělo ekvivalentní kulový průměr menší než $2 \mu\text{m}$. Výsledné údaje jsou opět uvedeny v tabulce I. Údaje jsou zajímavé z toho hlediska, že z nich vyplývá, že tento druh očkovacího systému při použití ve známém procesu, který je popsán v příkladu 4, je méně účinný než očkovací materiál popsaný v procesu podle US patentových spisů č. 4 087 004 a 4 125 460. Uvedený jev se dá částečně vysvětlit tím, že kyselina laurová pasivovala povrch částic magnetického feritu, v důsledku čehož se zmenšila tendence ke spontánnímu očkovaní, ke kterému dochází ve známých systémech.

Příklad 6

Proces podle tohoto dalšího kontrolního příkladu se od procesu popsaného v příkladu 5 liší tím, že surový jíl byl podle hlavního význaku vynálezu hněten a upravován v přítomnosti běžné plavící přísady obsahující mastnou kyselinu, to jest kyselinu olejovou. Další zpracování bylo shodné se zpracováním popsaným v souvislosti s příkladem 5. Z výsledků uvedených v tabulce I je patrné, že při použití tohoto procesu se podstatně zvýšila odrazivost vyběleného jílu. Další zajímavou skutečností je snížení obsahu titanu. Protože v tomto příkladu nebyla použita flotace, lze uvedená zlepšení odrazivosti a obsahu titanu považovat za podporu hypotézy mechanismu podle vynálezu, to jest, že vzniklá hydrofobní koalescence usnadňuje odstraňování materiálů spojených koalescencí při následném separačním procesu, který v tomto příkladu zahrnuje pouze magnetickou separaci.

Příklad 7

Vzorky jílu A, B a C byly v tomto příkladu podrobeny dalšímu kontrolnímu procesu, to jest konvenční úpravě pěnovou flotací. Tento proces je popsán jako jeden z aspektů US patentového spisu č. 3 974 067. Vzorky surového jílu byly v tomto případě hněteny a upravovány za přítomnosti kyseliny olejové tvořící plavící přísadu. Prohnětená a upravená suspenze pak byla po při-

daní pěnícího činidla zpracována v běžné pěnové flotační lázni, od jejíhož dna byla upravená suspenze zaváděna do odstředivky, kde byla roztržena tak, že 92 % hmotnostních částic mělo ekvivalentní kulový průměr menší než 2 μm . Dále bylo provedeno již zmíněné měření světelné odrazivosti a obsahu titanu. Výsledné údaje jsou uvedeny v tabulce I, ze které je patrné, že hodnoty odrazivosti a obsahu titanu vyběleného jílu nejsou tak dobré jako výsledky dosažené očkovaním a magnetickou separací popsány v příkladech 4, 5 a 6.

Příklad 8

Tento příklad představuje další kontrolní pokus, který slouží pro srovnání a vyhodnocení výsledků dosahovaných vynálezem. Vzorky jílu A, B a C byly v tomto příkladu podrobeny kombinované flotaci a magnetické separaci podle známého způsobu, který je popsán v dříve zmíněném US patentovém spisu č. 3 974 067. Použila se flotace popsaná v příkladu 7 a upravený produkt z flotační lázně byl pak zpracován v magnetickém poli s vysokou intenzitou. Vzorky suspenze upravované flotací byly po zředění na přibližně 30 % hmotnostních pevné složky vedeny magnetickým separátorem typu popsaného v US patentovém spisu č. 3 627 678, ve kterém se v matici z ocelové vlny udržovala intenzita magnetické indukce přibližně 1,55 T. Rychlost průtoku suspenze magnetickým separátorem byla nastavena tak, že se suspenze v magnetickém poli nacházela přibližně po dobu 1,2 minuty. Vzorky vystupující z magnetického separátoru byly flokulovány, vyběleny a odvodněny, čímž se získaly vzorky pro měření. Výsledky tohoto postupu jsou opět zachyceny v tabulce I, ze které je patrné, že se dosáhlo významného zlepšení odrazivosti a že obsah titanu se snížil hluboko pod hodnotu dosaženou flotací podle příkladu 7.

Příklad 9

V tomto příkladu byl pro úpravu vzorků jílu A, B a C použit způsob podle vynálezu. Vzorky byly v tomto příkladu nejdříve prohněteny s kyselinou olejovou, stejně jako v příkladech 6, 7 a 8. Poté se k prohněteným a upraveným vzorkům jílové suspenze přidal očkovací systém popsaný v příkladech 5 a 6, který obsahuje částice kysličníku železnato-železitého ve vodní fázi, spolu s 0,017 kg kyseliny laurové na 1 kg kysličníku železnato-železitého. Tento očkovací systém se k suspenzi přidával v množství 0,55 kilogramu — přepočteno na Fe_2O_3 — na tunu suchého jílu. Výsledná očkovaná suspenze pak byla dále míchána, aby se dosáhlo koalescence hydrofobizovaných barvicích nečistot s hydrofobizovanými očkovacími částicemi. Výsledné očkované suspenze pak byly podrobeny pěnové flotaci popsané v souvislosti s příklady 7 a 8, a spodní frakce z flotace byla podrobena magnetické separaci, při které procházela zmíněným magnetickým separátorem typu popsaného v US patentovém spisu č. 3 627 678, ve kterém byla nastavena intenzita magnetické indukce přibližně 1,2 T a suspenze v tomto magnetickém separátoru setrvala 51 s.

Pro vyhodnocení odrazivosti a obsahu titanu se pak použila vybělená frakce, ve které 92 % hmotnostních částic mělo ekvivalentní kulový průměr menší než 2 μm . Výsledky jsou uvedeny v tabulce I, ze které je patrné, že dosažené hodnoty odrazivosti vysoce přesahují hodnoty dosažené postupy podle kteréhokoli z předchozích příkladů. Dále je patrné, že se dosáhlo podstatného snížení obsahu titanu. Tyto výsledky tedy přesahují všechny výsledky dosažené známými postupy.

TABULKA I

Příklad	Díl A		Příklad	Díl B		Příklad	Díl C	
	odrazivost vyběleného jílu	% TiO_2		odrazivost vyběleného jílu	% TiO_2		odrazivost vyběleného jílu	% TiO_2
1	83,5	3,24	1	84,7	1,4	1	85,7	1,47
2	83,5	3,24	2	84,8	1,4	2	86,8	1,28
3	85,7	2,67	3	88,7	1,28	3	89,8	—,90
4	88,0	1,47	4	91,0	—,52	4	91,9	—,33
5	86,8	2,16	5	90,6	—,71	5	91,7	—,43
6	87,1	1,78	6	91,2	—,52	6	92,3	—,33
7	85,6	2,41	7	88,7	—,75	7	88,3	—,90
8	87,4	2,03	8	90,4	—,58	8	90,2	—,58
9	90,7	—,84	9	91,7	—,39	9	92,4	—,20

Příklad 10

Nejdůležitější výhoda způsobu podle vynálezu spočívá, jak již bylo uvedeno, v tom, že materiál matrice v magnetickém separátoru, který je obvykle tvořen zmíněnou ocelovou vlnou, se nezanáší a neucpává tak rychle, jako v případě známých způsobů úpravy jílu a použitím magnetického očkování.

Tato výhoda vynálezu je v tomto příkladu ilustrována na úpravě suspenze dvěma způsoby, to jest úpravě způsobu podle příkladu 6 a příkladu 9. Vzorky jílu v tomto příkladu sestávaly z přibližně 50 % hmotnostních jílu A a 50 % hmotnostních jílu C. Příklad 9 je již příkladem způsobu podle vynálezu a představuje výhodné provedení vynálezu. Proces podle příkladu 6 je podobný procesu podle příkladu 9 s tím podstatným rozdílem, že se nepoužila flotace. Upravené jílové suspenze procházely ve všech případech magnetickým separátorem popsaným v US patentovém spisu č. 3 627 678, ve kterém byla intenzita magnetické indukce 1,2 T. Průtok suspenze separátorem byl přibližně 800 ml za minutu. Výchozí surové vzorky obsahovaly 2,35 % hmotnostních titanu. Obsah nádoby magnetického separátoru byl ve všech případech volen tak, že suspenze setrvala v magnetickém poli přibližně 51 s.

Po postupném zpracování určitého počtu objemů nádoby separátoru byly vzorky z výstupu magnetického separátoru při obou procesech testovány na obsahu titanu. Tento postup tedy umožnil stanovit ovlivnění účinnosti magnetického separátoru postupným zpracováním vzorků. Dosažené výsledky jsou znázorněny v grafu na obr. 1, ze kterého je patrné, že použití způsobu podle vynálezu umožňuje nejen snížení obsahu titanu pod úroveň dosažitelnou podobným postupem bez použití synergicky kombinované flotace, ale také to, že při použití očkovaní a magnetické separace bez vložené flotace magnetický separátor rychle ztrácí svoji schopnost odstraňovat titan, což je důsledkem zanášení matrice. Při použití způsobu podle vynálezu je však zřejmé, že účinnost odstraňování titanu zůstává na své velmi vysoké hodnotě po velmi dlouhou dobu. Účinnost zůstává ve skutečnosti dlouho blízko konstantní hodnotě na konci grafu, který odpovídá po sobě následujícím zpracováním 60 objemů nádoby magnetického separátoru.

Příklad 11

V tomto příkladu se použil stejný postup jako v příkladu 10 s tím rozdílem, že v tomto příkladu se vyhodnocovala závislost odrazivosti vybělených vzorků na počtu po sobě zpracovaných objemů v magnetickém separátoru. Výsledky dosažené tímto způsobem jsou zachyceny v grafu na obr. 2, kte-

rý je podobný obr. 1 s tím rozdílem, že hodnoty odrazivosti vyběleného jílu jsou zde vyneseny v závislosti na počtu po sobě zpracovaných objemů nádoby magnetického separátoru.

Z rozboru srovnávací křivky — vlevo dole, která odpovídá výsledkům dosaženým postupem v podstatě shodným a postupem podle vynálezu, avšak bez použití flotace po hnětení a úpravě kyselinou olejovou a očkováním, vyplývá rychlý pokles hodnot odrazivosti zpracovávaných vzorků jílu. S těmito výsledky ostře kontrastují výsledky způsobu podle vynálezu, kterým odpovídá horní křivka, ze které vyplývá velmi pomalý pokles odrazivosti v závislosti na počtu zpracovaných objemů separátoru. Průběh této křivky je téměř plochý.

Příklad 12

V zájmu demonstrování účinků intenzity magnetického pole na postup podle vynálezu byla skupina vzorků jílu C nejdříve upravena flotací známou ze stavu techniky, to jest podle příkladu 7, a kombinovanou flotací a magnetickou separací při intenzitě magnetické indukce 1,2 T podle příkladu 8. Těmito postupy se dosáhlo hodnot odrazivosti 88,3 a 90,2, které slouží jako srovnávací hodnoty. Uvedené vzorky pak byly podrobeny flotaci s očkováním a magnetické separaci podle vynálezu, s použitím způsobu popsaného v příkladu 9. Množství vodného očkovacího systému se volilo tak, aby se dosáhlo koncentrace feritu 0,46 kg — přepočteno na Fe_3O_4 — na tunu suchého jílu. Očkovací systém byl jinak shodný se systémem použitým v příkladu 9. Průtok suspenze magnetickým separátorem činil v průběhu magnetické separace 800 ml za minutu, z čehož vyplývá, že suspenze setrvala v magnetickém poli 0,85 minuty, to jest 51 s. Uvedený proces byl proveden s řadou vzorků, které byly zpracovávány při různých intenzitách magnetického pole v magnetickém separátoru. Dále byly změřeny hodnoty odrazivosti vyběleného jílu, výsledné údaje jsou vyneseny v grafu na obr. 3, který znázorňuje závislost odrazivosti vyběleného jílu na intenzitě magnetické indukce, to jest při intenzitě přibližně 0,064 T, se způsobem podle vynálezu dosáhlo odrazivosti vyběleného jílu přibližně 91,8, což je velmi dobrý výsledek zvláště ve srovnání s běžnou flotací, která se obvykle považuje za velmi účinný postup a umožňuje dosažení odrazivosti 88,3 a ve srovnání s běžnou kombinací flotace a magnetické separace, kterou se dosahuje odrazivosti 90,2. Dále je třeba poznamenat, že ve sledovaném rozsahu intenzit magnetické indukce jsou jen velmi malé změny odrazivosti vyběleného jílu.

Příklad 13

V tomto příkladu byly způsobem podle

vynálezu, který je popsán v příkladu 12, zpracovány vzorky jílu C. Poté byly tyto vzorky analyzovány, aby se zjistil obsah titanu v závislosti na intenzitě magnetické indukce v separátoru. Běžnou flotací, to jest způsobem podle příkladu 7, se v tomto případě dosáhlo ve vzorcích průměrného obsahu titanu 0,90 % hmotnostních. Výsledky dosažené použitím způsobu podle vynálezu jsou vyneseny v grafu na obr. 4, který znázorňuje závislost obsahu titanu v procentech hmotnostních na intenzitě magnetické indukce. Je zřejmé, že došlo k podstatnému snížení obsahu titanu, zejména ve srovnání s postupem, který se v tomto směru považuje za velmi účinný, to jest s běžnou flotací. Z grafu je dále patrné, že způsob podle vynálezu je značně účinný i při nízkých intenzitách magnetické indukce kolem 0,06 T.

Příklad 14

V tomto příkladu byl postup podle vynálezu, jak je popsán v příkladu 9, proveden se sérií vzorků jílu B, avšak s rozdílnými množstvími přidávaného magnetického očkovacího systému. Aby se získaly kontrolní výsledky, byly vzorky podrobeny také běžné flotaci, která byla popsána v souvislosti s příkladem 7. Tímto způsobem se dosáhlo odrazivosti vyběleného jílu o hodnotě 85,7. Vzorky pak byly podrobeny postupu podle vynálezu s použitím intenzity magnetické indukce v magnetickém separátoru o hodnotě 1,2 T. Vzorky v magnetickém poli setrvaly 0,85 minuty. V závislosti na koncentraci očkovacích feritů v jílové suspenzi byly zjištěny hodnoty odrazivosti vyběleného jílu. Výsledky jsou vyneseny v grafu na obr. 5, který znázorňuje závislost odrazivosti vyběleného jílu na koncentraci feritu v kg — přepočteno na Fe_3O_4 — na tunu suchého jílu. V grafu je znázorněn rozsah 0,12 až 0,62 kg na tunu, křivka je v celém tomto rozsahu poměrně plochá. Z plochého průběhu křivky vyplývá, že z použití koncentrací očkovacího materiálu přesahujících zmíněný rozsah 0,46 až 0,91 kg na tunu vyplývají jen nepatrné výhody.

Příklad 15

V tomto příkladu byl proveden postup popsán v souvislosti s příkladem 13, byl však proveden za účelem zjištění účinku koncentrace magnetických feritů, přidávaných s očkovacím systémem, na obsah titanu v upravovaných vzorcích. Pro získání kontrolních výsledků bylo opět provedeno vyhodnocení obsahu titanu v podobných vzorcích jílu B, které byly zpracovány běžným flotačním postupem, který byl popsán v souvislosti s příkladem 7. Tímto způsobem se dosáhlo obsahu titanu o hodnotě 0,75 % hmotnostního. Na obr. 6 je obsah titanu v % hmotnostních ve zpracovaných

vzorcích vyneseny pro různá množství očkovacího systému přidávaného k suspenzi. Hodnoty na jedné souřadnici jsou shodné s hodnotami z obr. 4. Je třeba znovu zdůraznit, že způsob podle vynálezu je v celém vneseném rozsahu vysoce účinný, i když křivka není tak plochá jako na obr. 5, z čehož vyplývá, že větší množství titanu se odstraní při poněkud vyšší koncentraci očkovacího materiálu.

Příklad 16

V tomto příkladu se použil očkovací systém popsán v příkladu 9, který tedy obsahoval částice magnetického feritu ve vodní fázi spolu s mastnou kyselinou s uhlíkovým řetězcem obsahujícím 10 až 15 atomů. Úkolem tohoto příkladu bylo demonstrovat vliv koncentrace mastné kyseliny na odrazivost vyběleného jílu. V zájmu získání kontrolních výsledků byly vzorky jílu A upraveny běžnou flotací popsanou v příkladu 7. Tímto se dosáhlo odrazivosti vyběleného jílu o hodnotě 85,6. Podobné vzorky jílu A pak byly podrobeny běžné flotaci a magnetické separaci podle příkladu 8. Tímto způsobem se dosáhlo odrazivosti vyběleného jílu o hodnotě 87,4. Poté byly další vzorky jílu A zpracovány způsobem podle vynálezu, to jest podle příkladu 9, jako mastná kyselina se v očkovacím systému použila kyselina laurová. Dosažené hodnoty odrazivosti vybělených vzorků po provedení tohoto postupu jsou vyneseny v dále uvedené tabulce II.

TABULKA II

Koncentrace kyseliny laurové v kg/kg magnetického feritu	Odrazivost vyběleného jílu
0,0025	87,9
0,005	88,1
0,01	88,5
0,0125	89,3
0,046	89,4
0,072	89,5
0,144	89,5

Z uvedené tabulky je patrné, že i při nejnížší v tabulce uvedené koncentraci mastné kyseliny se dosáhly dobré výsledky. V řadě typických aplikací způsobu se bude používat koncentrace kyseliny laurové v očkovacím systému kolem 0,017 kg na kg feritu. Z obr. 2 je patrné, že při této hodnotě se přibližně dosáhne maximální odrazivosti, to jest, že při zvyšování množství kyseliny laurové nad tuto hodnotu se dosáhne již jen nepatrných dalších zvýšení hodnoty odrazivosti.

Příklad 17

V tomto příkladu se opět použil postup

podle vynálezu popsany v příkladu 9, to jest hnětení a úprava plavicí přísadou obsahující mastnou kyselinu, po které následovalo očkování, flotace a magnetická separace. Odchyłka v tomto příkladu spočívá v tom, že použitý očkovací systém nebyl tvořen vodným systémem popsáným v souvislosti s příkladem 9. Očkovací systém podle příkladu 17 byl místo toho připraven vytvořením sraženiny kysličníku železnatoželezitého jako v příkladu II v US patentovém spisu č. 4 087 004, získaný materiál byl smísen se směsí petroleje a kyseliny olejové. Získala se hustá emulze, která se přidala ke vzorkům jílové suspenze připraveným z jemného kaolinu z Georgie. Emulze očkovacího materiálu se přidala ve stejné fázi procesu jako v příkladu 9, očkovací systém se přidal v dostatečném množství tak, aby se v suspenzi dosáhlo stejné koncentrace magnetických feritů k suchému jílu. Po flotaci a rozřídění byla vyhodnocena odrazivost vzorku. Dosáhla se hodnota 91,3. Zjistila se také odrazivost stejných vzorků jílu upravených samotnou flotací podle příkladu 7 a kombinací flotace a magnetické separace podle příkladu 8. Těmito procesy se dosáhla odrazivost o hodnotách 88,7 a 89,7.

Příklad 18

Opakoval se stejný postup jako byl popsán v souvislosti s příkladem 17 s tím rozdílem, že očkovací systém, který byl původně připraven jako v příkladu 17, byl smísen s větším množstvím vody s kyselinou sírovou, aby se dosáhlo rozložení emulze a byl pak zahřát, aby se tento rozklad usnadnil. Toto vedlo k rozdělení ve dvě vrstvy, které byly promíchány a přidány tak, aby se dosáhlo požadované koncentrace magnetického feritu. Zjistilo se, že dosažené hodnoty odrazivosti vyběleného jílu byly v podstatě shodné s hodnotami zjištěnými v příkladu 17.

Příklad 19

V tomto příkladu je způsob podle vynálezu proveden spolu s následnou kalcinací provedenou za účelem dosažení kalcinovaného jílového produktu s mimořádně vysokou světelnou odrazivostí. Aby bylo možno pro tento případ provést kontrolní srovnání, byl vzorek surového kaolinu z Georgie obsahující jemné částičky zpracování hnětením a rozpuštěním ve vodě, čímž se získala vodná disperze. Jako disperzní činidlo byla použita látka „Dispex“ vyráběná firmou Allied Colloids z Velké Británie, což je polyakrylát sodný, ve směsi s hydroxidem amonným. „Dispex“ je ochranná známka pro ve vodě rozpustné soli kyseliny polyakrylové nebo polymethakrylové s průměrnou molekulovou hmotností v rozsahu 500 až 10 000. Soli kyseliny polyakrylové nebo/a

polymethakrylové se při této operaci používají v koncentraci přibližně 0,45 až 1,35 kilogramu na 1 000 kg suchého jílu. Disperze se pak ředí vodou na koncentraci pevných částic 15 % hmotnostních průchodem sítem 325 mesh se zbaví větších částic a pak se podrobí rozřídění podle velikosti částic v odstředivce. Třídění se provádí tak, aby se získala poměrně jemná frakce, ve které má 98 % hmotnostních částic průměrnou velikost menší než 1 mikron, která se určí sedimentační analýzou.

Uvedená frakce s 98 % hmotnostními částic menších než 1 mikron se pak bělí, přičemž se použije redukční bělicí činidlo tvořené hydrosiřičitanem sodným v koncentraci přibližně 2,52 kg na 1 000 kg jílu. Vybělený materiál se pak podrobí flotaci kyselinou sírovou a poté se zfiltrováním zbaví vody, načež se koláč z filtru opět rozpustí a rozprášením usuší. Vyšetření pigmentu, který je výsledkem uvedených operací, ukázalo, že má světelnou odrazivost 93,3 %. Tato odrazivost byla vrčena způsobem popsánými v tomto popisu.

Jiný vzorek surového jílu použitého v předchozích operacích, byl podroben očkování, pěnové flotaci a magnetické separaci, jak jsou popsány v příkladu 9, za podmínek popsáných v tomto příkladu, s výjimkou, že třídění kaolinového kalu ode dna flotační nádoby bylo provedeno tak, aby se získalo 98 % hmotnostních částic menších než 1 mikron, a to nikoli po magnetické separaci, nýbrž před ní. Produkt z magnetického separátoru pak byl zpracován jako v příkladu 9, to jest byl podroben vybělení, flotaci a filtraci a poté byl rozpuštěn. Materiál byl pak podle vynálezu sušen rozprašovací sušením, v nárazovém mlýně s vysokou energií byl rozmělněn a poté kalcinován zahřátím na teplotu 1 079 °C po dobu 30 minut v laboratorní muflové peci. Produkt kalcinace byl pak znovu rozmělněn ve zmíněném nárazovém mlýně s vysokou energií. Výsledný produkt byl pak vyšetřen a bylo zjištěno, že má mimořádně vysokou světelnou odrazivost 94,8 %.

Příklad 20

Surový kaolín použitý v tomto příkladu byl opět kaolín z Georgie s poněkud menší velikostí částic, než kaolín použitý v příkladu 19. Uvedený materiál byl podroben stejnému zpracování jako v příkladu 19 a bylo zjištěno, že kontrolní vzorek dosáhl světelné odrazivosti 94,6 %, zatímco vzorek podrobený procesu podle vynálezu včetně kalcinace navazující na magnetickou úpravu, dosáhl mimořádně vysoké světelné odrazivosti 95,8 %.

Příklad 21

V tomto příkladě byl další vzorek surové-

ho jílu z Georgie, v tomto případě s poměrně velkými částicemi, podroben úpravě podle vynálezu, která je popsána v příkladech 19 a 20, to jest hnětení, očkování, flotaci, třídění, magnetické separaci, bělení, flotaci, odvodnění, opětovnému rozpuštění a rozprašovacímu sušení, po kterém následovala kalcinace, která sestává z rozmělnění v nárazovém mlýně s vysokou energií, kalcinace při teplotě 1 079 °C v muflové peci po dobu 30 minut a následující rozmělnění kalcinovaného materiálu ve zmíněném nárazovém

mlýně s vysokou energií. Uvedené rozmělnění se ve všech případech provádělo ve zmíněném mlýně firmy Bauer Hurricane, ve kterém je zabudován třídič. Bylo provedeno vyšetření výsledného produktu a bylo zjištěno, že vzorek dosáhl mimořádně vysoké světelné odrazivosti 96,7 %.

Vynález byl popsán na příkladech jeho provedení, je však zřejmé, že v rámci vynálezu lze provést řadu různých úprav. Vynález je proto omezen pouze obsahem připojené deklaráce předmětu vynálezu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby kalcinovaného jílu s nízkým otěrem a vysokou optickou odrazností ze surového kaolinového jílu obsahujícího barvicí nečistoty s obsahem titanu a železa, při kterém se surový jíl magneticky upravuje a získaný produkt se kalcinuje, vyznačující se tím, že při magnetické úpravě surového jílu se k vodní suspenzi surového jílu přidává systém magnetických feritových částic o velikosti nejvýše 1 μm v množství nejméně 0,09 M Fe_2O_3 na 1 000 kg suchého jílu, očkovaná suspenze se podrobuje pěnové flotaci a výsledný produkt magnetické separace při magnetické indukci nejméně 0,05 T se kalcinuje při teplotě nejméně 815 °C.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že jíl podrobený kalcinaci se před magnetickou separací roztřídí tak, že nejméně 94 % hmotnostních částic je menší než 1 mikron.

3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že kalcinace se provádí při teplotách do 1 093 °C.

4. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že produkt z magnetické separace se před kalcinací podrobí redukčnímu bělení.

5. Způsob podle bodu 4, vyznačující se

tím, že bělený kaolinový jíl se před kalcinací podrobí flotaci, filtrování, opětovnému rozpuštění a mletí a kalcinovaný produkt se podrobí dalšímu rozmělnění.

6. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že magnetické ferity obsahují kysličník železato-železitý.

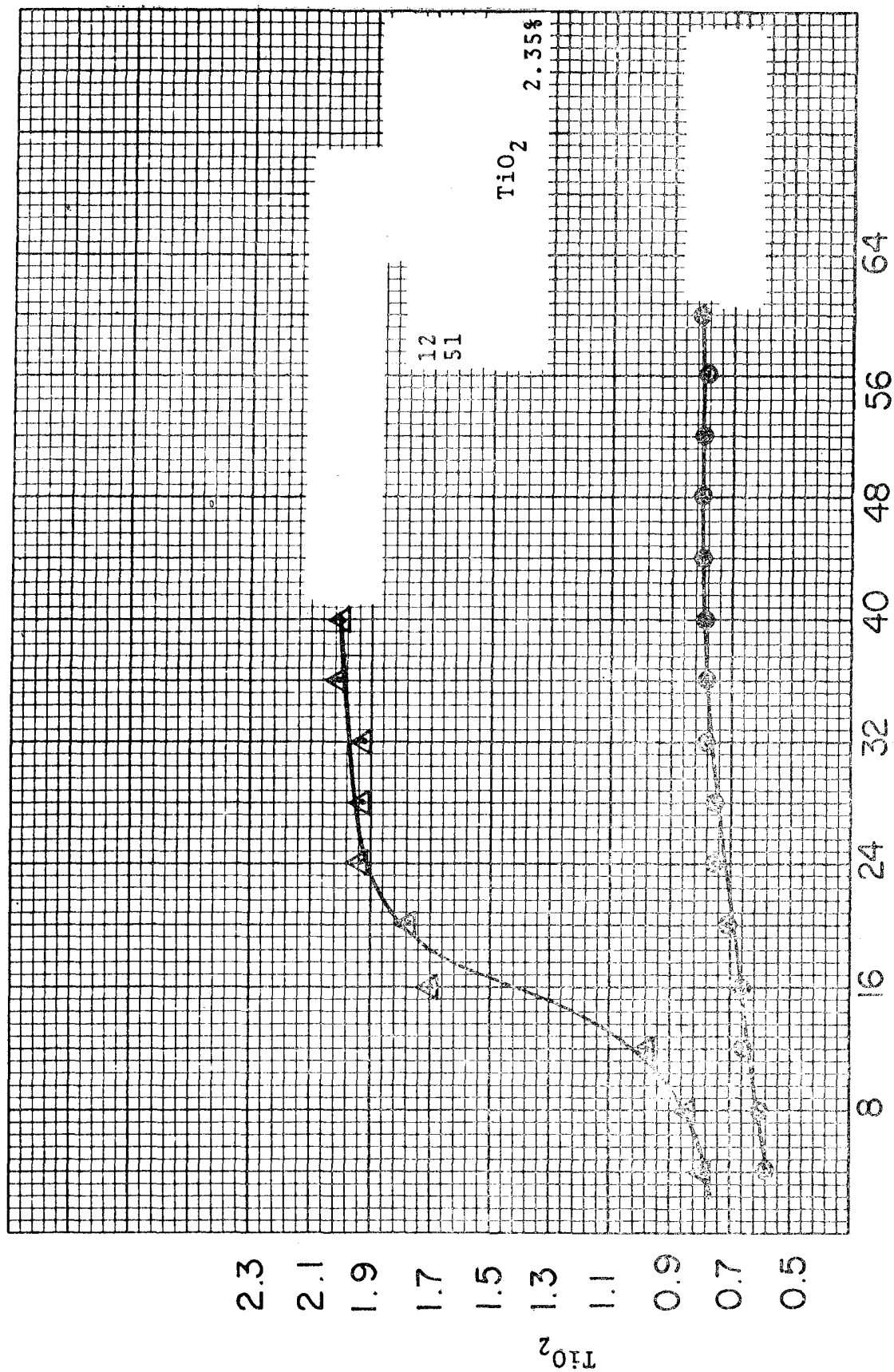
7. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že systém očkovacích částic obsahuje feritové částice ve vodní fázi, spolu s mastnou kyselinou s 10 až 15 uhlíkovými atomy pro hydrofobizaci feritových částic a stabilizaci jejich rozměrů.

8. Způsob podle bodu 7, vyznačující se tím, že mastnou kyselinou je kyselina laurová.

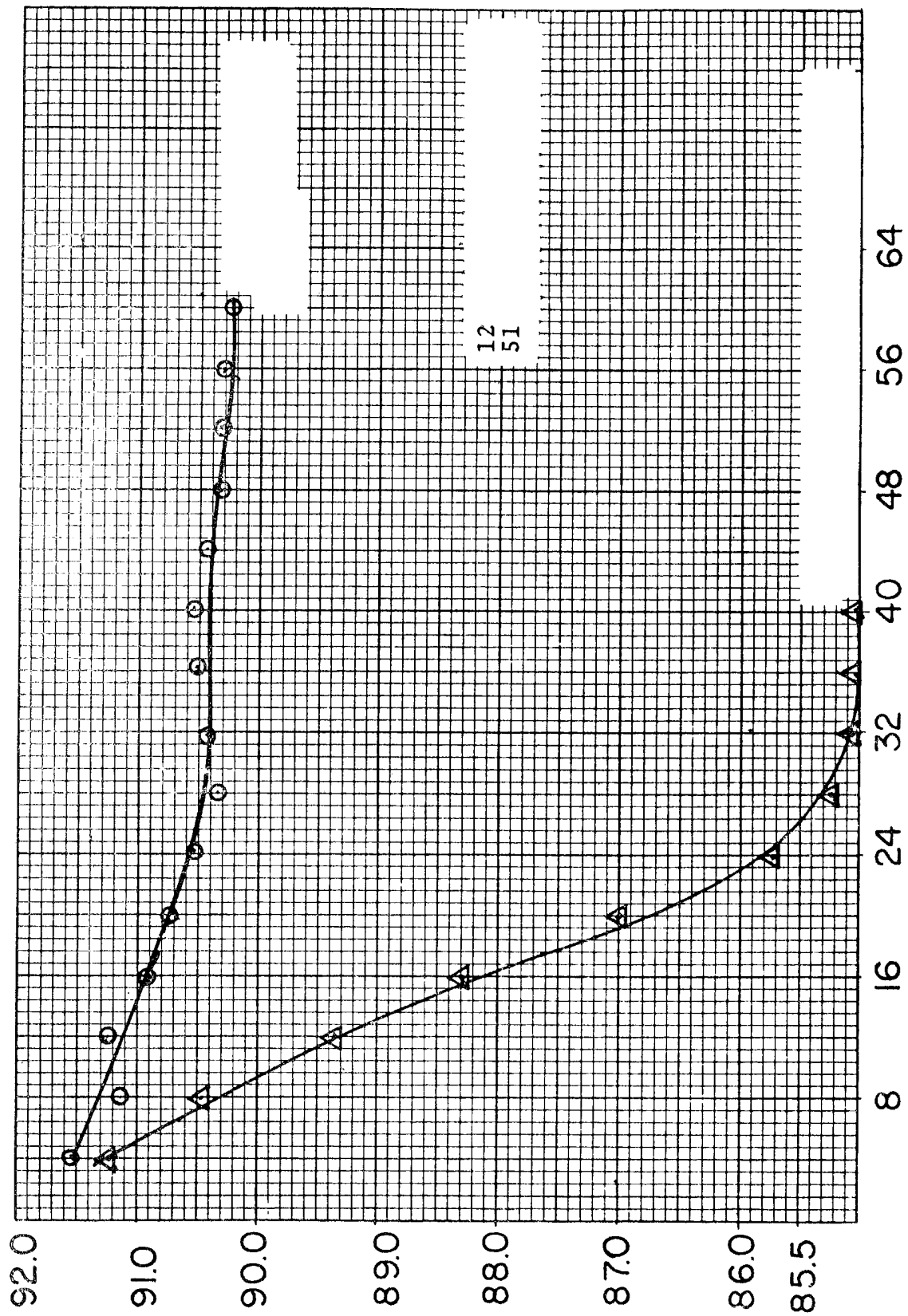
9. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že systém očkovacích částic obsahuje nejméně 0,003 kg molekv. kyseliny laurové na 1 kg magnetického feritu přepočteného na Fe_2O_3 .

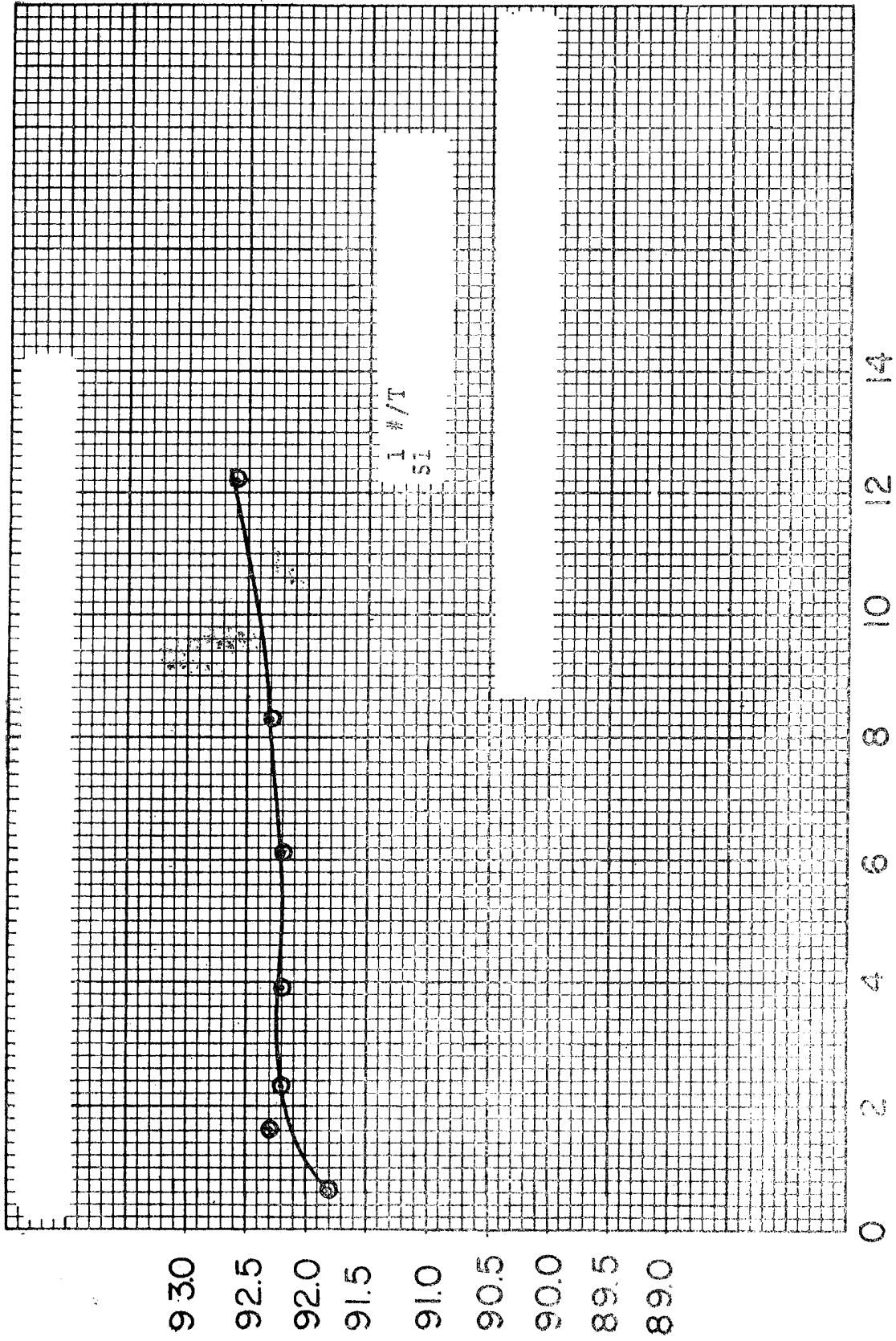
10. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že systém očkovacích částic obsahuje částice magnetického feritu v organické části obsahující mastnou kyselinu.

11. Způsob podle bodu 10, vyznačující se tím, že mastnou kyselinou je kyselina olejová a organickou fází je petrolej.

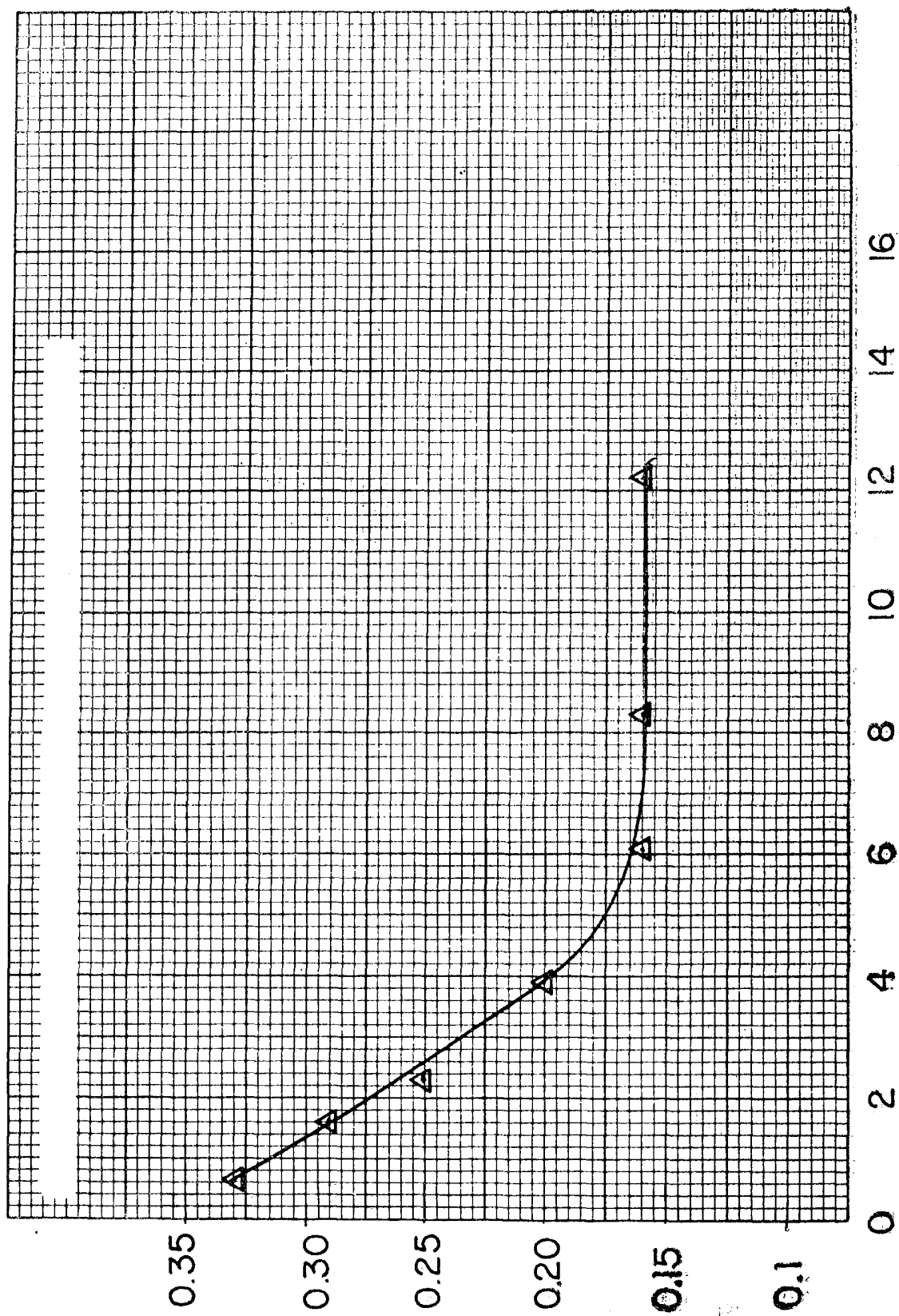


Obv. 1

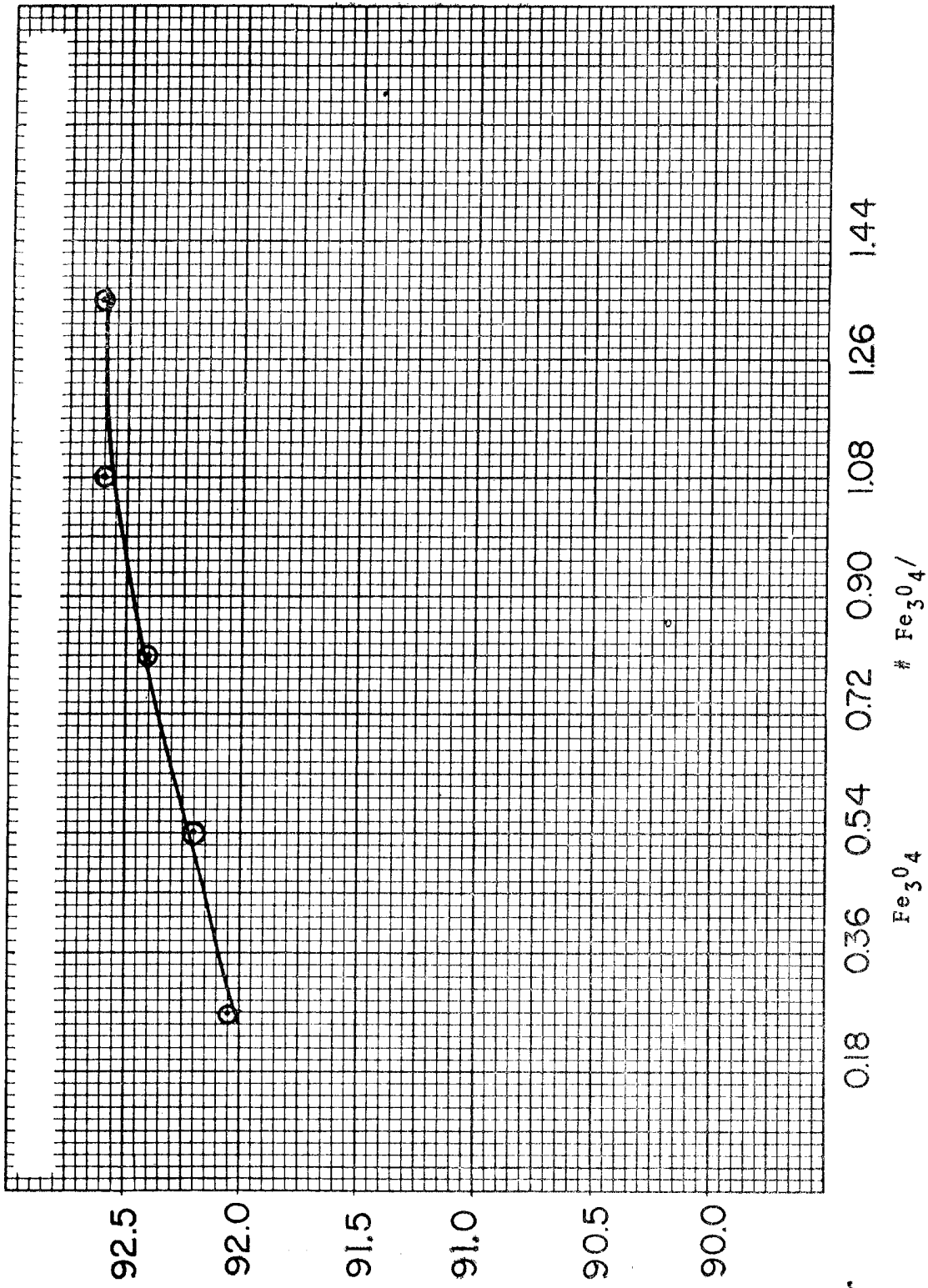
*Ubr. 2*



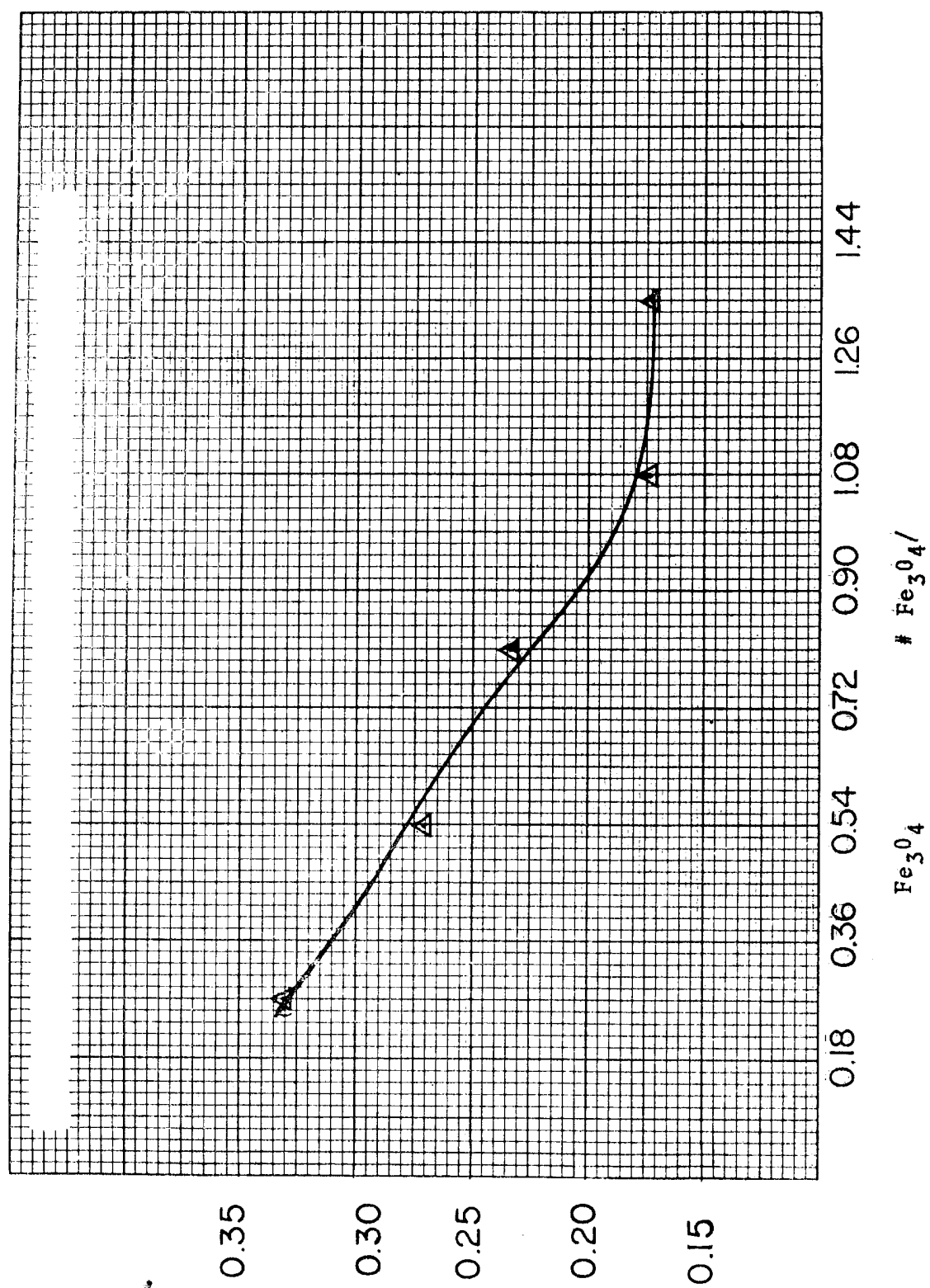
Obr. 3



Obr. 4



Obn. 5

 Fe_3O_4 # $\text{Fe}_3\text{O}_4/$

0br.6