

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑲ Anmeldenummer: 85102193.9

⑥ Int. Cl.⁴: **B 03 D 1/02**

⑳ Anmeldetag: 20.02.86

⑳ Priorität: 27.02.85 DE 3506808

④ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
03.09.86 Patentblatt 86/36

⑧ Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI NL SE

⑦ Anmelder: **Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien**
Postfach 1100 Henkelstrasse 67
D-4000 Düsseldorf-Holthausen(DE)

⑦ Erfinder: **von Rybinski, Wolfgang, Dr.**
Johannes-Hesse-Strasse 31
D-4000 Düsseldorf(DE)

⑦ Erfinder: **Tesmann, Holger, Dr.**
Vennstrasse 61
D-4000 Düsseldorf 12(DE)

⑦ Erfinder: **Dobias, Bohuslav, Prof. Dr.**
Alfons-Auer-Strasse 16 b
D-8400 Regensburg(DE)

⑤ Verfahren zur Aufbereitung von Kaolinit durch Flotation.

⑤ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur selektiven Trennung von Kaolinit und Feldspat durch Flotation in wässriger Trübe, dadurch gekennzeichnet, daß man die Flotation bei dem pH-Wert der Trübe, der sich natürlicherweise bei Aufschlännen der Mineralienmischung in Wasser einstellt, unter Verwendung von Wasserlöslichen Salzen mit dreiwertigen Metallionen als Aktivatoren und Depressoren und in Gegenwart kationischer und/oder anionischer Tenside als Sammler sowie gegebenenfalls unter Zusatz sonstiger, in der Flotation üblicher Hilfsstoffe durchführt.

05

10

Verfahren zur Aufbereitung von Kaolinit
durch Flotation

D. 7027 EP

15

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufbereitung von Kaolinit durch Flotation, insbesondere ein Verfahren, durch das Kaolin und Feldspat im Feinstkornbereich getrennt und beide Mineralien in Reinform in hohen Ausbeuten erhalten werden können.

20

Kaolinit ist ein natürlich vorkommendes Industriemineral, für dessen vielfältige und unterschiedliche Anwendungen als Füllstoff in der Papier- und Keramikindustrie, in der Kunststoffindustrie, bei der Herstellung von Farben, Lacken, Gummi und Kabeln ein großer und steigender Bedarf besteht. Kaolinit entsteht durch exogene (Witterung, Grundwasser) und endogene (hydrothermale heiße Lösungen, Tiefendämpfe) Einflüsse bei überwiegend sauren pH-Werten aus Feldspat (Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, Band 13, Seite 509 (1977)). Hohe Qualitätsansprüche an das Kaolinit-Produkt in Bezug auf die Reinheit sind umso schwieriger zu erfüllen, je höher in bestehenden und neu er-

35

geschlossenen Kaolinit-Lagerstätten die Anteile von noch nicht kaolinisiertem Feldspat und Quarz sind. Kaolinit muß selektiv von diesen Begleitgesteinen abgetrennt werden.

05

Die Aufbereitung des Rohkaolins, der neben dem Hauptmineral Kaolinit meist auch noch Feldspat, Quarz sowie verschiedene Eisen- und Titanminerale enthält, erfolgt meist durch nasse Verfahren, in denen die kaolinithaltige Roherde in Wasser aufgeschlämmt wird. Dem folgenden Trennprozeß liegt eine Trennung der verschiedenen Mineralanteile nach der Korngröße und dem spezifischen Gewicht zugrunde. Da die den Kaolinit begleitenden Mineralien Quarz und Feldspat im allgemeinen gröber sind ("antiparallele Kornverteilung"), gelingt es so, den gröberen Quarz und Feldspat bis zu Korngrößen von 20 µm von Kaolinit befriedigend abzutrennen (vgl. M. Clement und H. M. Tröndle; Erzmetall 22, H. 3, 131 (1969)).

20

Unter dem Aspekt, daß auch Feldspat ein in der keramischen Industrie begehrtes Rohmaterial ist, wird bei der Trennung von Kaolinit und Feldspat aus Rohkaolin angestrebt, neben möglichst reinem Kaolinit zugleich ein Feldspatprodukt zu erhalten, das hohen Ansprüchen für eine industrielle Verwertung in der Glas- und Keramikindustrie genügt. Bekanntermaßen werden dazu mechanische Trennverfahren in wässriger Trübe angewendet. Die Effektivität derartiger Trennverfahren erreicht jedoch dann eine Grenze, wenn die Korngrößen von Kaolinit und Feldspat im Feinstkornbereich sehr nahe beieinander liegen, da das spezifische Gewicht der beiden Minerale (ca. 2,58 g / cm³) praktisch

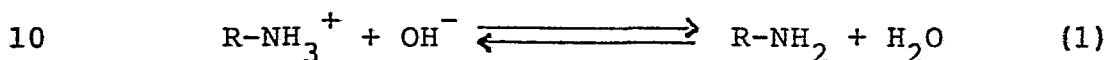
35

gleich ist. In einem solchen Fall ist der Anspruch auf hohe Reinheit beider Endprodukte, Kaolinit und Feldspat, mit einem Verlust in den unauftrennbaren Kornklassen (Feinstkornbereich) verbunden, der wirtschaftlich deutlich ins Gewicht fällt. Die Trennung von Kaolinit und Feldspat in wässriger Trübe wird im einzelnen erläutert in B. M. Coope, Industrial Minerals, 1979, 33 bis 49 und H. H. Murray, Int. J. of Mineral Processing 7, 263 (1980).

Flotationsverfahren werden in der Praxis der Mineralienreinigung verwendet, um Schwermetalloxide, z.B. Oxide des Eisens und Titans, aus Kaolinit zu entfernen und damit den Weißgrad des Produkts zu verbessern. Auch sind getrennte Verfahren zur Abtrennung von Kaolinit von Quarz einerseits und Feldspat von Quarz andererseits durch Flotation der Mineralien in Gegenwart eines Amins als Sammler aus H. M. Tröndle, M. Clement und B. Becher, Inter-ceram 19, 185 und 268 (1970) entsprechend Chemical Abstracts 74, 102589 u (1972) bekannt. Als Sammler in sauren Trüben wurden Hydrochloride und Hydroacetate von langkettigen aliphatischen Aminen verwendet.

Flotationsversuche mit Kaolin-Quarz- bzw. Feldspat-Quarz-Mischungen werden ebenfalls in H. M. Tröndle, M. Clement und B. Brehler, Keramische Zeitschrift 21, 423 und 489 (1969), entsprechend Chemical Abstracts 72, 102251 m (1970) beschrieben. Fluorwasserstoff- und chlorwasserstoffsäure wässrige Trüben wurden mit langkettigen aliphatischen Aminen als Sammlern zur Trennung der jeweiligen Kaolinit- bzw. Feldspat-Mineralien von Quarz eingesetzt. Im Verfahren der Trennung des

Kaolinitis von Quarz wurde zudem gefunden, daß eine starke Abnahme des Kaolinitausbringens bei alkalischen pH-Werten der wässrigen Trübe darauf zurückzuführen ist, daß die undissoziierten Aminmoleküle, die gemäß
05 der nachfolgenden Gleichung (1) entstehen, nicht mehr an der negativ geladenen Kaolinoberfläche adsorbieren und damit die Austragung des Kaolinit-Anteils der Trübe mit Hilfe des Ammoniumsalzes verhindern.



Für die Aufbereitung von kaolinit- und feldspathaltigen wässrigen Trüben ist insbesondere der Bereich der Feinstkörnung beider mineralischen Partikel interes-
15 sant; eine Trennung der beiden Mineralien in diesem Kornbereich im industriellen Maßstab ist bisher nicht möglich. Dieser Bereich spielt jedoch insofern in der Praxis eine hervorragende Rolle als bei der Auswaschung der Kaolinit und Feldspat enthaltenden Lager-
20 stätten Mineraliengemische mit einer Kornverteilung von 90 % kleiner als 30 µm für Kaolinit und 10 % kleiner als 30 µm für Feldspat anfallen. Für die Verwendung in der Keramik geeignete Kaoline weisen sogar einen Feinstkornanteil (kleiner als 2 µm) von 50 % und
25 mehr auf. Im Bereich dieser Korngrößen bereitet die selektive Flotation in wässriger Trübe große Probleme. Die unmittelbare Flotation zur Trennung von Kaolinit und Feldspat in diesem Kornbereich wurde bisher nicht beschrieben.

30

Es ist bekannt, daß mehrwertige Kationen an den Oberflächen der Mineralpartikel, die in der wässrigen Trübe aufgeschlämmt sind, adsorbiert werden und die Flo-

35

05 tierbarkeit dieser Mineralpartikel in weiten Grenzen
beeinflussen können (B. Dobias, 6. Internationaler
Kongreß für grenzflächenaktive Stoffe, Zürich 1972,
Seite 563 (1973)). Außerdem sind mehrwertige Kationen
in der Lage, mit dem Sammlertensid unter Bildung von
Komplexverbindungen oder schwer löslichen Niederschlä-
gen zu reagieren und auf diese Weise das Tensid dem
erwünschten Adsorptionsvorgang an der Oberfläche der
10 Mineralpartikel zu entziehen. Damit sinkt erfahrungs-
gemäß die Flotationsausbeute, wenn nicht erhöhte Men-
gen des Sammlertensids eingesetzt werden.

15 Ein und dasselbe mehrwertige Kation kann - je nach der
Zusammensetzung des durch Flotation aufzubereitenden
Systems - für den gewählten Sammler (Tensid) sowohl
aktivierende wie deaktivierende Wirkung bei der Flo-
tation von Mineralpartikeln zeigen. Wann welche der
beiden Eigenschaften dominiert, ist nur empirisch zu
ermitteln. In der Regel wirken sich diese Effekte,
20 deren Wirkungsmechanismen im Detail nicht vollständig
bekannt sind, im Flotationsprozeß selbst eher störend
als förderlich aus. Die unerwünschte Wirkung mehrwer-
tiger Kationen im Flotationsvorgang zu unterbinden,
ist daher ein spezielles Problem in der Aufbereitung
25 der jeweiligen Mineralien.

Die aktivierende bzw. deaktivierende ("drückende")
Wirkung mehrwertiger Metallkationen auf silikatische
Mineralien ist zum Teil aus der Literatur bekannt. So
30 wird in Chemical Abstracts 68, 116 041a (1968) berich-
tet, daß Aluminium-, Eisen- und Calciumionen einen
aktivierenden Effekt bei der Flotation von Quarz,

Feldspat und Sillimanit haben. Wird dabei die Konzentration an Eisen(III)- und Aluminium(III)-Salzen auf Werte oberhalb von 300 mg pro Liter erhöht, tritt in sauren und alkalischen pH-Wert Bereichen ein deutlicher Rückgang der aktivierenden Wirkung bei der Silikatflotation ein.

Die Verwendung kationischer Sammler in sauren Medien bei der Flotationstrennung von Quarz-Feldspat-Sanden in Gegenwart von Kupfer(II)-, Calcium-, Eisen(III)- und Aluminium(III)-Ionen wird in Chemical Abstracts 71, 5014h (1969) beschrieben. In stark schwefelsauren oder salzsauren Medien wirken die genannten Kationen aktivierend auf Feldspat und drückend auf Quarz.

In Chemical Abstracts 79, 147 840p (1973) wird die Feldspattrennung von begleitenden Materialien durch Flotation in Gegenwart von aliphatischen Aminen oder Petroleum-Sulfonaten in stark schwefelsauren Lösungen beschrieben. Den wässrigen Trüben werden SiO_2 , Al_2O_3 und Fe_2O_3 als Aktivatoren zugesetzt, wobei mit steigenden Konzentrationen an Sammlern die Ausbringung an Feldspat aus den Trüben ansteigt.

In Neue Bergbautechnik 9, 349 (1979), entsprechend Chemical Abstracts 92, 150 570 (1980) wird beschrieben, daß Aluminiumtrichlorid bei der wässrigen Flotation von Feldspat-Quarz-Mischungen in Gegenwart langkettiger aliphatischer Amine eine aktivierende Wirkung auf Feldspat und eine drückende Wirkung auf Quarzanteile in der Trübe ausübt. Das Problem der Trennung von Kaolinit und Feldspat in wässrigen Trüben wird jedoch in keiner der genannten Literaturstellen angesprochen.

35

Es wurde nun gefunden, daß es zur Trennung von Kaolinit und Feldspat durch Flotation keineswegs notwendig ist, die wässrige Trübe mit Hilfe von Halogenwasserstoffsäuren oder Schwefelsäure auf stark saure pH-Werte einzustellen. Eine selektive Trennung von Kaolinit und Feldspat gelingt vielmehr auch bei natürlichem pH-Wert, der sich bei Aufschlammung der Mineralien in Wasser auf einen Wert von 5 bis 8 einstellt. Es wurde außerdem gefunden, daß im natürlichen pH-Wert-Bereich der Zusatz dreiwertiger Metallionen, beispielsweise Al^{3+} oder Fe^{3+} , in Form entsprechender Salze, die Selektivität bei der Flotationstrennung von Kaolinit und Feldspat im Feinstkornbereich deutlich verbessert. Es wurde weiterhin gefunden, daß bei Einstellung der wässrigen Trübe auf natürliche pH-Werte und Verwendung dreiwertiger Metallionen die Flotation mit anionischen Tensiden als Sammlern gegenüber der kationischen Flotation vorteilhaft ist.

Die Erfindung betrifft daher ein Verfahren zur selektiven Trennung von Kaolinit und Feldspat durch Flotation in wässriger Trübe, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man die Flotation bei einem pH-Wert der Trübe, der sich natürlicherweise bei Aufschlammern der Mineralienmischung in Wasser einstellt, unter Verwendung von wasserlöslichen Salzen mit dreiwertigen Metallionen als Aktivatoren und Depressoren und in Gegenwart kationischer oder anionischer Tenside als Sammlern sowie gegebenenfalls unter Zusatz sonstiger, in der Flotation üblicher Hilfsstoffe durchführt.

Der pH-Wert, bei dem das Verfahren erfindungsgemäß durchgeführt wird, liegt im allgemeinen im Bereich zwischen 5 und 8. Dieser pH-Wert ergibt sich dann,

wenn die in fester Form abgebauten Mineralienmischungen in Leitungswasser oder vollentsalztem Wasser aufgeschlämmt werden oder die Mineralienmischung unter hohem Druck mit Wasserstrahlung aus dem Felsgestein ausgewaschen und zutage gefördert wird. Der Zusatz großer Mengen aktivierender Säuren, beispielsweise Halogenwasserstoffsäure oder Schwefelsäure, zur Einstellung eines stark sauren pH-Wertes, wie er aus dem Stand der Technik bei derartigen Flotationsverfahren zwingend einzustellen war, ist für das Erreichen einer effektiven und selektiven Trennung von Kaolinit und Feldspat gemäß der Erfindung nicht mehr erforderlich.

Erfindungsgemäß werden den wässrigen Trüben außerdem als Aktivatoren bzw. Depressoren Salze dreiwertiger Metallionen zugesetzt. Dabei werden Salze oder Polysalze des Aluminiums und Eisen(III)-Salze verwendet. In der Praxis werden mit Vorteil die schwefelsauren Salze dreiwertiger Metalle eingesetzt. Die Konzentration der Salze liegt dabei im Bereich von 50 bis 2000 g/t, bevorzugt bei 100 bis 1000 g/t, bezogen auf das wasserfreie Metallsalz.

Besonders bevorzugt werden gemäß der vorliegenden Erfindung Aluminiumsalze, beispielsweise Aluminiumsulfat, verwendet. Es wurde nämlich gefunden, daß das Al(III)-Ion in wässrigen Trüben bei pH-Werten im Bereich von 5 bis 8 aktivierend auf Kaolinit und deaktivierend, d.h. drückend, auf Feldspat einwirkt. Durch die Zugabe von Aluminiumsalzen zur wässrigen Trübe werden bei der Flotation Konzentrate mit höherer Kaolinitkonzentration erhalten. Gleichzeitig wird die Ausbringung an Kaolinit gesteigert, so daß als Flotationsrest auch Feldspat in einer höheren Reinheit anfällt.

Als Sammler können in dem erfindungsgemäßen Verfahren kationische oder anionische Tenside verwendet werden. Als kationische Tenside werden dazu Verbindungen aus der Gruppe Monoalkyltrimethylammoniumverbindungen, Dialkyldimethylammoniumverbindungen, Alkylarylammoniumverbindungen, Alkylamine, Hydroxylamine und/oder Hydroxyalkylaminpolyglykoether verwendet, wobei die genannten Verbindungen bevorzugt Alkylgruppen mit 12 bis 18 C-Atomen enthalten. Als Arylreste kommen bevorzugt Phenyl- und/oder Benzylreste in Frage.

Der Einsatz von Aluminiumionen bei der durch Flotation erreichten Trennung von Kaolinit und Feldspat ermöglicht jedoch insbesondere eine Verfahrensführung unter Zusatz anionischer Tenside als Sammler. Die Flotation mit anionischen Sammlern hat sich überraschenderweise insofern als besonders vorteilhaft gegenüber der Flotation mit kationischen Tensiden herausgestellt, als im Erz vorhandene Schwermineralanteile vor der Flotation von Kaolinit abgetrennt werden können, was zu einem höheren Weißgrad des Kaolinitkonzentrates und einer ebenfalls verbesserten Qualität des Feldspatrestes führt. Zudem wird die nachfolgende Aufbereitung des Kaolinites insofern erleichtert, als anionische Tenside leichter von der Oberfläche der Kaolinitteilchen desorbiert werden können als kationische Tenside. Zudem ist zu berücksichtigen, daß allein schon aufgrund ihres Umweltverhaltens anionische Tenside gegenüber kationischen Tensiden zu bevorzugen sind.

Als anionische Tenside werden bevorzugt Verbindungen aus der Gruppe Fettsäuren, Alkylsulfate, Alkylethersulfate, Alkylbenzolsulfonate, Petrolsulfonate, Estersulfonate, Alkylsulfosuccinate, Alkylsulfosuccinamide, Alkylphosphate und/oder Alkyletherphosphate verwendet. Dabei finden besonders bevorzugt Alkylbenzolsulfonate,

Petrolsulfonate, Fettalkoholsulfate, Estersulfonate und/oder Alkylsulfosuccinate mit den oben genannten Kettenlängen der Alkylreste Verwendung.

05 Gemäß dem Verfahren der vorliegenden Erfindung ist es auch möglich, Mischungen von kationischen und anionischen Tensiden mit nichtionischen Zusätzen, beispielsweise Fettalkohol, Alkylpolyglykolethern und/oder Alkylphenolpolyglykolethern, zu verwenden.

10

Die Konzentration an Tensiden, die erfindungsgemäß als Sammler verwendet werden, liegt im Bereich von 50 bis 2000 g/t, bevorzugt bei 100 bis 1000 g/t.

15

Erfindungsgemäß können für die durch Flotation bewirkte Trennung von Kaolinit und Feldspat der wässrigen Trübe weitere, in der Flotation bekanntermaßen verwendete Hilfsstoffe zugesetzt werden. Als solche Hilfsstoffe sind beispielsweise Schäumer einerseits oder Antischaummittel andererseits zu nennen, die im Gegensatz zu aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren jedoch nicht zwingend notwendig sind.

20

25

Bei Verwendung der erfindungsgemäß vorgesehenen Bestandteile wird in der Mineralienmischung von Kaolinit und Feldspat die erste Komponente flotiert, während Feldspat mit im Vergleich zu Verfahren aus dem Stand der Technik überraschend hoher Reinheit als Flotationssrest anfällt. Die jeweiligen Flotationsschritte werden - in Abhängigkeit von den Qualitätsanforderungen an die Produkte - gegebenenfalls wiederholt, wobei insbesondere im Feinstkornbereich eine selektive Trennung der beiden Komponenten erreicht wird. Erfindungsgemäß reicht ein weiterer Nachreinigungsschritt aus, um Konzentrate mit einem Kaolinitgehalt zwischen 93 und 97 % zu erhalten.

30

35

D7027

Der durch Flotation erhaltene Kaolinitanteil wird in nachfolgenden Verfahrensschritten aufgearbeitet. Dabei werden die auf der Oberfläche adsorbierten Tenside desorbiert. Bei den bevorzugt verwendeten anionischen Tensiden erfolgt die Bindung des Tensidmoleküls an die negativ geladene Oberfläche der Kaolinitpartikel über die aus dreiwertigen Metallionen bestehenden Ionenbrücken, so daß die anionischen Tenside leichter von der Oberfläche des Kaolinites desorbiert werden können als kationische Tensidmoleküle.

10

Ein weiterer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens ist darin zu sehen, daß die durch anionische oder kationische Tenside bewirkte Flotation von Kaolinit in Gegenwart von dreiwertigen Metallionen, bevorzugt Aluminium(III)-Ionen, weitgehend unabhängig ist von der Wasserhärte und vom Gehalt der Trübe an indifferenten Elektrolyten. Zweiwertige Ionen, beispielsweise Calcium- oder Magnesiumionen, verbessern zwar ebenfalls die Selektivität bei der Flotation der Kaolinit-/Feldspat-Mineralmischung, jedoch tritt dieser Effekt erst bei sehr hohen Ionenkonzentrationen ein, die den Zusatz der genannten Ionen zur Flotationstrübe unwirtschaftlich machen würden.

25

Besonders bewährt hat sich die durch Flotation bewirkte selektive Trennung von Kaolinit und Feldspat gemäß der Erfindung im Bereich geringer Korngrößen der beteiligten Mineralien, d.h. insbesondere dann, wenn herkömmliche Trennverfahren große Probleme mit sich brachten. Korngrößen im Bereich von 30 bis 2 µm werden für die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens bevorzugt.

35

Normalerweise ist bei den für die flotative Trennung von Kaolinit und Feldspat in Frage kommenden Rohprodukten der Quarzgehalt aufgrund eines vorher durch-

D7027

05 laufenen Trennprozesses außerordentlich gering, so daß
Quarz nicht abgetrennt werden muß. Es ist jedoch auch
möglich, bei hohem Quarzgehalt des Rohproduktes nach
der Flotation von Kaolinit durch erneute Aktivierung
mit Aluminiumionen und Zugabe eines Sammlers Feldspat
zur Abtrennung von Quarz zu flotieren. Dies geschieht
dann praktisch nach aus dem Stand der Technik bekann-
ten Verfahren.

10 Die Erfindung wird durch die nachstehenden Beispiele
näher erläutert.

15 Die Flotationsversuche wurden in einer Humboldt-Wedag-
Laborflotationszelle von 1 l bzw. 2 l Inhalt mit einer
Kaolinit/Feldspat/Quarz-Fraktion einer Teilchengröße
von 90 % kleiner 20 µm durchgeführt. Diese Fraktion
war der Zwischenstufe einer herkömmlichen Kaolinit-
Aufbereitungsanlage entnommen worden.

20 Die Selektivität der Flotation, d.h. der Gehalt an
Kaolinit und Feldspat im Konzentrat bzw. im Flotations-
rest, wurde nach der bekannten Methode über den Glüh-
verlust (DIN 51 081 zur Prüfung keramischer Roh- und
Werkstoffe durch Gewichtsänderung beim Glühen (Juli
1979)) ermittelt.

25

Beispiele 1 bis 4

30 Die Mineralienmischung wurde 5 min in der Flotations-
zelle vorbehandelt, wobei in den Beispielen 2 bis 4
aktivierende Zusätze (Schwefelsäure und/oder Alumi-
niumsulfat) zugegeben wurden. Anschließend wurde die
wässrige Lösung eines kationischen Sammlers Araphen^R
G2D zugesetzt. Die Flotation erfolgte unter Zusatz
eines handelsüblichen Schäumers (Araphen^R G2D15).

35

Die Ergebnisse sind der nachfolgenden Tabelle 1 zu
entnehmen.

05
10
15
20
25
30
35

Tabelle 1: Ausbringung und Selektivität bei der Flotation von Kaolinit / Feldspat mit kationischem Sammler Araphen[®] G2D

Beispiel	Sammler (g/t)	Zusätze		Konzentration (g/t)	Konzentrat		Flotationsrest Gehalt an Kaolinit (%)
		Substanz	Konzentration (g/t)		Gehalt an Kaolinit (%)	Ausbringung (%)	
1	160	--	--		73,4	87	10,5
2	260	H ₂ SO ₄	392		69,6	97	3,7
3	360	Al ₂ (SO ₄) ₃	548		82,5	97	3,3
			274		82,2	98	2,2
4	320	Al ₂ (SO ₄) ₃ + H ₂ SO ₄	392				

Ergebnis:

05 Während gemäß Beispiel 1 (ohne aktivierende Zusätze)
eine ausgesprochen schlechte Trennleistung der Flota-
tion sowohl hinsichtlich der Ausbringung an Kaolinit
in Konzentrat als auch hinsichtlich des Kaolinitge-
haltes im Flotationsrest erzielt wurde, konnte durch
den Schwefelsäurezusatz (Beispiel 2) die Selektivität
verbessert werden. Der Zusatz von Aluminiumsulfat ver-
10 besserte die Selektivität bei der Flotation erheblich,
so daß schon durch einen einzigen Nachreinigungsschritt
Konzentrate mit einem hohen Kaolinitgehalt erhalten
wurden.

Beispiele 5 bis 7

15 Anstelle des kationischen Sammlers der Beispiele 1 bis
4 wurde Cetylpyridiniumchlorid als kationischer Samm-
ler eingesetzt. Die Ergebnisse sind der nachfolgenden
Tabelle 2 zu entnehmen.

20

25

30

35

05
10
15
20
25
30
35

Tabelle 2 Ausbringung und Selektivität bei der Flotation von Kaolinit/Feldspat mit kationischem Sammler (Cetylpyridiniumchlorid)

Beispiel	Sammler (g/t)	Zusätze		Konzentration (g/t)	Konzentrate		Flotationsrest Gehalt an Kaolinit (%)
		Substanz	Konzentration (g/t)		Gehalt an Kaolinit (%)	Ausbringung (%)	
5	480	H ₂ SO ₄	392	58,7	98	2,9	
6	440	Al ₂ (SO ₄) ₃	548	75,8	98	2,5	
7	480	Al ₂ (SO ₄) ₃	823	86,1	97	2,9	

Ergebnis:

05 Auch bei Verwendung von Cetylpyridiniumchlorid als kationischem Sammler wurde eine deutliche Erhöhung der Selektivität der Trennung sowie eine Erhöhung der ausgebrachten Menge bei Zugabe von Aluminiumsulfat gemessen.

Beispiele 8 bis 11

10

Im Unterschied zu den Beispielen 1 bis 7 wurde die Flotation mit einem anionischen Sammler (Natriumalkylbenzolsulfonat) in Abwesenheit (Beispiel 8) bzw. in Gegenwart (Beispiele 9 bis 11) aktivierender Zusätze
15 durchgeführt. Die Ergebnisse sind der nachfolgenden Tabelle 3 zu entnehmen.

20

25

30

35

05

10

15

20

25

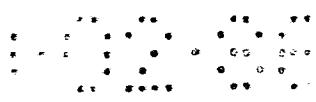
30

35

Tabelle 3: Ausbringung und Selektivität bei der Flotation von Kaolinit / Feldspat mit anionischem Sammler (Natriumalkylbenzolsulfonat)

Beispiel	Sammler (g/t)	Substanz	Zusätze		Konzentrat		Flotationsrest Gehalt an Kaolinit (%)
			Konzentration (g/t)	Gehalt an Kaolinit (%)	Ausbringung (%)		
8	800	--	--	76,0	71	24,1	
9	680	H ₂ SO ₄	392	72,9	92	7,5	
10	448 +	AlCl ₃	319	82,8	96	3,9	
11	680 +	Al ₂ (SO ₄) ₃ + H ₂ SO ₄	273 392	87,0	96	3,4	

+ Zusatz von 140 g/t eines Antischaummittels zur Schaumregulierung

Ergebnis:

05 Während die Verwendung eines anionischen Sammlers in
Abwesenheit aktivierender Zusätze relativ schlechte
Ergebnisse hinsichtlich der Ausbringung an Kaolinit
und dem Restgehalt an Kaolinit im Flotationsrest er-
brachte, wurde bei Zusatz von Al(III)-Ionen zur Flo-
tationslösung eine selektive Trennung von Kaolinit und
10 Feldspat erreicht, wobei sowohl die Ausbringung an
Kaolinit als auch der Gehalt an Kaolinit im Flota-
tionsrest deutlich günstiger waren als bei Verwendung
von Schwefelsäure als Aktivator.

15

20

25

30

35

P a t e n t a n s p r ü c h e

- 05 1. Verfahren zur selektiven Trennung von Kaolinit und Feldspat durch Flotation in wässriger Trübe, dadurch gekennzeichnet, daß man die Flotation
- 10 a) bei dem pH-Wert der Trübe, der sich natürlicherweise bei Aufschlämmen der Mineralienmischung in Wasser einstellt,
- b) unter Verwendung von wasserlöslichen Salzen mit dreiwertigen Metallionen als Aktivatoren und Depressoren und
- 15 c) in Gegenwart kationischer und/oder anionischer Tenside als Sammler sowie
- d) gegebenenfalls unter Zusatz sonstiger, in der Flotation üblicher Hilfsstoffe durchführt.
- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Flotation bei einem pH-Wert im Bereich von 5 bis 8 durchführt.
- 25 3. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als wasserlösliche Salze Chloride und/oder Sulfate dreiwertiger Metallionen verwendet.
- 30 4. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man als Salze dreiwertiger Metallionen Aluminium- und/oder Eisen(III)-Salze verwendet.
- 35 5. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man Aluminiumsulfat als Aktivator verwendet.



- 05 6. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man die Aktivatorkonzentration auf einen Bereich von 50 bis 2000 g/t, bevorzugt auf 100 bis 1000 g/t, bezogen auf das wasserfreie Salz, einstellt.
- 10 7. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man anionische Tenside als Sammler verwendet.
- 15 8. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man die Sammlerkonzentration auf einen Bereich von 50 bis 2000 g/t, bevorzugt auf einen Bereich von 100 bis 1000 g/t, einstellt.
- 20 9. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man als anionische Sammler Alkylbenzolsulfonate, Petrolsulfonate, Fettalkoholsulfate, Ester-sulfonate und/oder Alkylsulfosuccinate verwendet, in denen die Alkylreste 12 bis 18 C-Atome aufweisen.
- 25 10. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man der Flotationstrübe einen Schäumer zusetzt.
- 30 11. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man zur Schaumregulierung ein Antischaummittel zusetzt.
- 35