

Patente Española

MEMORIA

descriptiva sobre "Un procedimiento perfeccionado para la
concentración de minerales y otros materiales que
contengan fosfatos."

FOR

Phosphate Recovery Corporation

DE

Nueva-York,

Estados Unidos de América



Memoria descriptiva

sobre:

"Un procedimiento perfeccionado para la concentración
"de minerales y otros materiales que contengan
"fosfatos".

=====

SOLICITANTES: PHOSPHATE RECOVERY CORPORATION, residentes en n^o 61,
Broadway New-York, Estados Unidos de América.

=====

El presente invento se relaciona con la
concentración de minerales o materiales que encierran
fosfatos, haciéndose en la presente memoria la descripción
en su aplicación a la concentración de fosfato guijarroso
5. del Estado de Florida.

Sabido es que las materias que encierran fosfatos,
pueden ser concentradas por el método de flotación con
ayuda de jabones tales como el oleato de sodio empleado en
unión de un aceite insoluble, tal como el aceite combustible.

10. Con arreglo al presente invento se podrán emplear
otros jabones y utilizarse otros procedimientos distintos
al de flotación producidos mediante agitación de un volumen
de pulpa o pasta relativamente grande. Estos otros jabones
a que se hace referencia en la presente descripción son
15. los producidos por la combinación de un ácido graso y de una



- amina, tal como una amina en la que el nitrógeno se halla combinado con un átomo de carbono que lleva también consigo, por lo menos dos átomos de hidrógeno. Los demás procedimientos que han resultado ser de utilidad con relación a ambos
20. tipos de jabón son los procedimientos de flotación pelicular o superficial en los que las partículas de fosfato nadan en la superficie del agua, al paso que la sílice y otras impurezas son remojadas por el agua y tienden a irse a fondo. Estos procedimientos pueden llevarse a cabo en mesas de
25. concentración, o con ayuda de estos aparatos, en los que la sílice tiende a sumergirse en el agua que fluye por la mesa de sacudimiento, mientras que las partículas de fosfato arrastradas por el agua que circula a través de las estriás o ranuras, son descargadas en una artesa de concentrados o colector análogo
30. para ser luego desecadas o privadas de su agua. El material que encierra el fosfato puede ser puesto fácilmente en condiciones de que se preste a esta flotación superficial o separación por agua corriente, o ambas cosas, mediante un tratamiento previo, como por ejemplo, con una substancia alcalina o con
35. el jabón orgánico antedicho, o con jabón y aceite, o con un álcali y un aceite saponificable. Con ello se consigue que las partículas que encierran o vehiculan el fosfato, estén mejor acondicionadas para la separación y en aquellos casos en que se use un aceite, tal como aceite combustible,
40. este aceite baña de una manera selectiva las partículas de fosfato para que se puedan prestar mejor a la separación.

- En la forma de ejecución del invento según se representan en los dibujos que se acompañan, la flotación en forma de película y otros procedimientos son realizados
45. a un tiempo en una mesa de las llamadas de sacudimiento o de vaivén, del tipo de las que generalmente se emplean para



la concentración de minerales metalíferos. Pueden utilizarse muchas formas de aparatos para llevar a cabo los procedimientos del presente invento. Los que se describen detalladamente más adelante fueron llevados a cabo en una mesa tipo Wilfley, provista de un tablero o cubierta especial según se muestra en el dibujo que se acompaña.

En dicho dibujo la Fig. 1, representa una planta de la llamada cubierta vista por encima, la Fig. 2 representa dicha cubierta en proyección posterior y,

La Fig. 3 es un corte vertical longitudinal de la cubierta tomado por un plano que vá señalado por la línea x-x de la Fig. 1.

Según se vé en el dibujo la cubierta 1 descansa en un bastidor de tipo normal 2, el cual, a su vez, vá montado en la forma de costumbre para que pueda tener vibración en sentido longitudinal por medio de los dispositivos usuales a fin de que el conjunto vibre como una sola unidad. En dicha cubierta 1 hay practicadas unas estrias o ranuras 3, que se prolongan en sentido longitudinal de la cubierta; en esta cubierta se echa una pulpa o pasta espesa de materia conteniendo fosfato, realizándolo por una especie de tolva 4 situada en la extremidad superior 5 del costado superior, y las vibraciones de la mesa tienden a llevar la sílice y demás impurezas arrastrándolas a lo largo de la mesa y en la dirección general de las estrias, a la extremidad inferior 7 de la mesa, descargándola, por unas muescas o entalladuras 8 en forma de V que hay en dicha extremidad inferior 7 y entre las estrias 3, a una artesa o colector de sedimentos o residuos que hay en el fondo. Las partículas de la pulpa son lavadas continuamente por chorros o corrientes de agua que fluyen en sentido transversal de las canales o estrias



- y que parten de un tubo de alimentación 10 tendido a lo largo del costado superior 6, descargando dichas corrientes de agua las partículas de fosfato en una artesa o colector de concentrados 11, dispuesto en el lado inferior 12 de la cubierta. Las muescas o entalladuras en forma de V sirven para evitar que la ganga y demás materias de desecho se vayan acumulando a lo largo de la extremidad inferior 7 de la
80. cubierta. La superficie de esta cubierta no es completamente plana, sino que presenta una ligera inclinación como de 1/8 (un octavo) de pulgada desde cada lado hacia el centro, de manera que llegue a formarse una especie de balsa de agua entre las estrías centrales, balsa que es de forma alargada.
85. Muchas partículas de fosfato flotan sobre la superficie del agua, en forma de delgadísima piel o película y son arrastradas a la artesa o cubeta de los concentrados por la corriente de agua que fluye en sentido transversal de la mesa. Otras partículas de fosfato, muchas de ellas en forma de copos o flocones, acopladas a burbujas de aire, forman agregados o grumos que son relativamente más ligeros que la sílice y otras impurezas, pero por lo general más pesados que el agua. Estos quedan en suspensión en el agua o reposan ligeramente sobre la mesa y son arrastrados en
90. sentido transversal separándose del movimiento o marcha longitudinal de las demás partículas, por la acción usual de una mesa de vibración sobre partículas de distintos pesos específicos.
95. 100.

105. Con el aparato que acabamos de describir se llevaron a cabo los siguientes ensayos.

El material empleado fueron las colas o deslaves conteniendo fosfatos, procedentes de la concentración mediante tamizado del producto de la mina nº 11, propiedad de la



- International Agricultural Corporation, de Mulberry, Estado de Florida. Este material en su mayor parte era más fino que una malla del 14, y había sido privado considerablemente de cal. El ingrediente principal de la ganga era sílice, pero también contenía como ingredientes objeccionales o perjudiciales hierro y alúmina.
115. En su ensayo, el material que contenía fosfatos fué elaborado o preparado en forma de pasta o papilla espesa y sometido a tratamiento con sosa cáustica en solución equivalente a 0.4 libras por tonelada de sólido, y mezclado luego con 1.2 libras de aceite rojo, (ácido oleico) y 4 libras de aceite combustible, ambos por tonelada de sólido. Con esto se formó jabón quedando el aceite combustible, en forma de materia oleaginosa que bañaba las partículas de fosfato. Después se agitó enérgicamente esta pulpa o papilla espesa, por medio de flotación, descargada en la mesa y concentrada en ella mediante el movimiento de vibración de la mesa y el agua de circulación transversal, como queda explicado. Los resultados de esta operación ván presentados en la tabla siguiente, en la que las iniciales B.P.L. significan "bone phosphate of lime", (fosfato de cal animal): $\text{Ca}_3\text{P}_2\text{O}_8$.
- 120.
- 125.

130.	Peso. %.	B.P.L. %.	B.P.L. Recuperación %.
Cabezas.	100.	20.51	100
Concen.	22.	71.17	76.1
Colas.	78.	6.29	23.9

135. En otro ensayo, una pulpa o pasta que contenía alrededor de 30% de humedad fué mezclada pausadamente, con el minimum de agitación, y con las mismas proporciones de los mismos reactivos, y separada luego por el mismo procedimiento del agua circulante y de la mesa de sacudimiento, en forma de concentrados, medianos y colas, consistiendo los



140. medianos en una mezcla concentrable de fosfatos y de otro material. Los resultados de este ensayo van indicados en la tabla siguiente:

	<u>Peso. %.</u>	<u>B.P.L. %.</u>	<u>B.P.L. Recuperacion %.</u>
145. Cabezas.	100	20.55	100.
Concen.	27.3	71.4	94.9
Medianos.	3.7	5.76	1.0
Colas.	69.0	1.22	4.1

- Una repeticion del ultimo ensayo, sin intentar separar el producto mediano, dio los resultados que se indican en la tabla siguiente:

	<u>Peso %.</u>	<u>B.P.L. %.</u>	<u>B.P.L. Recuperacion %.</u>
150. Cabezas.	100.	21.37	100.
Concen.	29.6	70.60	97.8
Colas.	70.4	.67	2.2

155. Una de las ventajas de realizar el proceso de flotacion pelicular sobre la superficie de una mesa de sacudimiento estriba en el gran volumen de material que puede ser tratado en una determinada superficie de mesa.

- El tratamiento preliminar con sosa caustica mejora la riqueza del concentrado y avalora la recuperacion y a la par reduce la cantidad de otros agentes que son necesarios. En los ensayos hasta ahora efectuados el jabon especialmente el oleato de sodio y el aceite insaponificable, tal como el aceite combustible, anteriormente citado, han sido los agentes mejores para efectuar concentracion. El metodo mas indicado de anadir el jabon era hacerlo in situ de sosa caustica y acido oleico, pero hay otras sustancias alcalinas y otros aceites saponificables que han dado buenos resultados, si bien menos eficaces.

170. Otros ensayos fueron hechos con un jabon preparado con acido oleico y trietanolamina del comercio jabon que era soluble en agua. La trietanolamina empleada



175. contenía alrededor de tres partes de la hidroxiamina conocida por trietanolamina, una parte de dietanolamina y un indicio de mono-etanolamina. Los productos de estos ensayos no fueron analizados, pero una inspección de los productos reveló que se obtuvieron resultados útiles.

180. Los ensayos que se indican a continuación fueron llevados a cabo con otra partida de fosfato similar de desecho, pero en su mayoría de una finura de 20 mallas o más, y limpio de la mayor parte de sus deslaves, lo cual facilitó la obtención de un rico concentrado reduciendo el consumo de reactivos. Este material contenía alrededor de 23% del fosfato conocido por el nombre de fosfato de cal animal u óseo.

190. En un ensayo por el método de flotación, este material fué preparado en forma de pulpa o papilla con agua y agitado en una máquina de aereación inferior, sistema Minerals Separation, del tipo de caja, con dos y media libras por tonelada del jabón preparado con la trietanolamina del comercio. El jabón fué añadido a la pulpa en una solución al 5%. También se añadieron cuatro libras por tonelada de un líquido materialmente inmiscible en agua, tal como aceite combustible. El producto flotante que resultó fué recogido y se vió que contenía 67.2% de fosfato de cal animal que representaba el 66.4% del fosfato de cal contenido en la materia prima.

200. Se obtuvo otro resultado, pero un tanto inferior al prescindirse del aceite combustible, siendo, tanto la calidad como el porcentaje de la recuperación, alrededor de 1% menor.

En otro ensayo el jabón fué sustituido por un jabón preparado con proporciones equimoleculares de ácido oleico



205. y de la alquilamina conocida por el nombre de dietilamina (C_2H_5)₂ NH. Las demás circunstancias de este ensayo fueron idénticas. El producto de flotación resultante fué recogido y se vió que contenía 68.8% de fosfato de cal, que era el 85.7% del fosfato contenido en la materia prima tratada.

210. Un concentrado de riqueza igual en fosfato fué obtenido reemplazando la dietilamina, por trietilamina, pero la recuperación total fué unos pocos tantos por ciento menor.

215. En otro ensayo, empleando, las cuatro libras por tonelada de aceite combustible, el jabón anteriormente citado fué reemplazado por jabón de oleato de isomilamina.

220. En este ensayo se empleó otra muestra del mismo mineral con igual cantidad de aceite combustible, disolviéndose en este caso el jabón en el aceite combustible. La tabla siguiente muestra los resultados obtenidos, siendo los concentrados tratados de nuevo dos veces sin añadir reactivos. Las letras B.P.L. representan fosfato de cal.

	Peso %.	B.P.L. %	B.P.L. Recuperación %.
225. Cabezas.	100.	25.0	
Concen.	28.0	65.0	72.8
Medianos ps.	33.4	9.0	12.2
Medianos pos.	12.2	15.6	7.6
Colas.	26.4	7.4	7.6

230. Otros ensayos demostraron que no se encontraba ventaja material en disolver el jabón en el aceite, pero que en algunas ocasiones se obtuvieron inmejorables resultados, añadiéndose la base primeramente a la pulpa acuosa y añadiendo posteriormente el oportuno ácido graso en las proporciones teóricas, de manera que el jabón fué fabricado in situ. En otros casos también se obtuvieron

235.



mejores resultados añadiendo un exceso de amina en vez de añadir proporciones equimoleculares de amina básica y ácido graso.

240. Otra muestra del mismo material de fosfato fué concentrada por agitación en una pulpa o papilla acuosa, en unión de 2.5 libras de oleato de benzilamina y cuatro litros de aceite combustible de Oklahoma, ambos por tonelada de sólidos. Los resultados obtenidos son los que indica la siguiente tabla:

245.	Peso %.	B.P.L. %.	B.P.L. Recuperación %.
	-----	-----	-----
Cabezas.	100.	24.59	
Concen.	34.9	57.6	81.7
Colas.	65.1	6.9	18.3

250. Otra muestra del mismo material de fosfato fué concentrada por agitación en una pulpa acuosa con 2.5 libras del jabón obtenido, al reaccionar la dietilamina con proporciones equimoleculares de ácido esteárico. Se pudo comprobar que se obtuvieron excelentes resultados sin añadir aceite combustible u otro líquido inmisible con agua. El mineral en bruto añadido a la pulpa, contenía alrededor de 23% de fosfato de cal animal. El concentrado contenía 69.8% de dicho fosfato, lo cual representaba 53.8% del fosfato de cal contenido en la materia prima tratada.

260. Tratándose de obtener un concentrado muy rico, el jabón puede ser preparado con una amina y con los ácidos grasos destilados de aceite de coco, en vez de servirse de ácido oleico. Se comprobó que el reactivo de flotación resultante dió por rendimiento un concentrado rico, si bien la recuperación en sí resultó algo menor que con un jabón correspondiente a base de ácido oleico.

265.

También se ha visto que en determinados casos el aceite combustible puede ser reemplazado por tetracloruro



de carbono. Asimismo, se obtuvieron muy buenos resultados empleando roca fosfatosa del Estado de Tennessee para la concentración de estos fosfatos.

N O T A.

=====

Habiendo ya descrito y detallado con toda amplitud la naturaleza de nuestro invento, así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica, debemos hacer constar que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle, sin que por ello se altere el principio fundamental del invento y lo que constituye la esencia del mismo y por lo que solicitamos patente de invención por veinte años en España, es por:

280. "Un procedimiento perfeccionado para la concentración de minerales y otros materiales que contengan fosfatos"; caracterizándose por lo siguiente:

1º.- Por un procedimiento de concentración de un mineral conteniendo fosfato en estado de división muy fina, en forma de partículas de fosfato y partículas de ganga, consistiendo dicho procedimiento en tratar la materia prima con un álcali y un aceite, y en separar luego las partículas de fosfato por medio de flotación en forma pelicular o de capa delgada.

290. 2º.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 1ª, en el que las partículas de fosfato formadas en copos o flocones revueltos con burbujas de aire y en suspensión en agua, son arrastrados por agua corriente de manera que las partículas del fosfato queden separadas de las de la ganga, recogándose aparte las partículas de fosfato.

295. 3º.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 2ª, en el que las partículas de fosfato quedan bañadas



selectivamente por el reactivo, de manera que resulten relativamente inhumectables por agua.

300. 4º.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 1, en el que el material es tratado con una sustancia alcalina, a fin de ponerle en condiciones de mejor selectividad para que pueda flotar en forma de película,
305. 5º.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 1ª, en el que el álcali se halla presente en parte al menos como jabón, de manera que las partículas de fosfato queden bañadas por él y resulten de este modo relativamente inhumectables por agua.
310. 6º.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 5ª, en el que un álcali y un aceite saponificable forman el jabón de la pulpa o papilla a tratar.
- 7º.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 5ª, en el que el aceite es aceite combustible.
315. 8º.- El procedimiento de concentrar un material que encierre fosfato, en estado de división muy fina, procedimiento que consiste en tratar el material húmedo con una sustancia alcalina, a fin de ponerle en condiciones de mejor selectividad para que pueda flotar en forma de película o capa delgada, en arrastrar el material a través de una mesa vibrante o de las llamadas de sacudimiento de manera que las partículas del fosfato tiendan a nadar o a elevarse sobre la superficie del agua, mientras que las demás partículas tienden a sumergirse hacia la cubierta de la mesa y se mueven en unión de ésta última, y en
320. separar y recoger aparte las partículas flotantes.
325. 9º.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 5ª, en el que el material a tratar es conducido a través de una mesa vibrante o de sacudimiento, con objeto de que las partículas de fosfato bañadas por el reactivo tiendan



330. a nadar sobre la superficie del agua, mientras que las demás partículas tiendan a sumergirse y a ir hacia la cubierta de la mesa, moviéndose en unión de esta última, recogién dose separadamente en un colector aparte las partículas de fosfato bañadas.
335. 10^a.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 9^a, en el que un álcali y un jabón saponificable, forman el jabón de la pulpa.
- 11^a.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 9^a, en el que el material es tratado con álcali y con jabón y con un aceite, siendo el material conducido a través de una mesa de vibración longitudinal que tiene practicadas unas estrías o canales longitudinales, de manera que las partículas de fosfato bañadas tiendan a nadar sobre la superficie del agua, mientras que las demás partículas tienden a sumergirse y a encaminarse hacia la cubierta o tablero de la mesa, a fin de quedar encauzadas, por las citadas canales o estrías, para que se muevan en unión de la mesa, y en recoger separadamente las partículas de fosfato bañadas.
340. 12^a.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 1^a, en el que los sedimentos o lodos son eliminados.
345. 13^a.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 5^a, en el que los lodos o sedimentos son eliminados.
- 14^a.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 11^a, en el que se usa jabón.
350. 15^a.- El procedimiento de concentrar materiales que encierran fosfato, procedimiento que consiste en agitar o revolver una pulpa o papilla de material fino con un jabón preparado por la combinación de un ácido graso y de una amina, y en separar el producto de flotación.
- 360.



16^o.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 15^a, en el que el nitrógeno de la amina es combinado con un átomo de carbono, combinándose este átomo de carbono con dos átomos de hidrógeno por lo menos.

365. 17^o.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 15^a, en el que el jabón es producido por la combinación del ácido oleico con una alquilamina.

370. 18^o.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 17^a, en el que se añade, además, un líquido que es materialmente inmiscible en agua.

19^o.- Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 14^a, en el que el jabón se prepara con arreglo a la reivindicación 17^a.

375. "Un procedimiento perfeccionado para la concentración de minerales y otros materiales que contengan fosfatos"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en los dibujos que se acompañan.

Esta memoria consta de trece hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 22 Febrero 1930.

PHOSPHATE RECOVERY CORPORATION.

P. P.

Fig. 1.

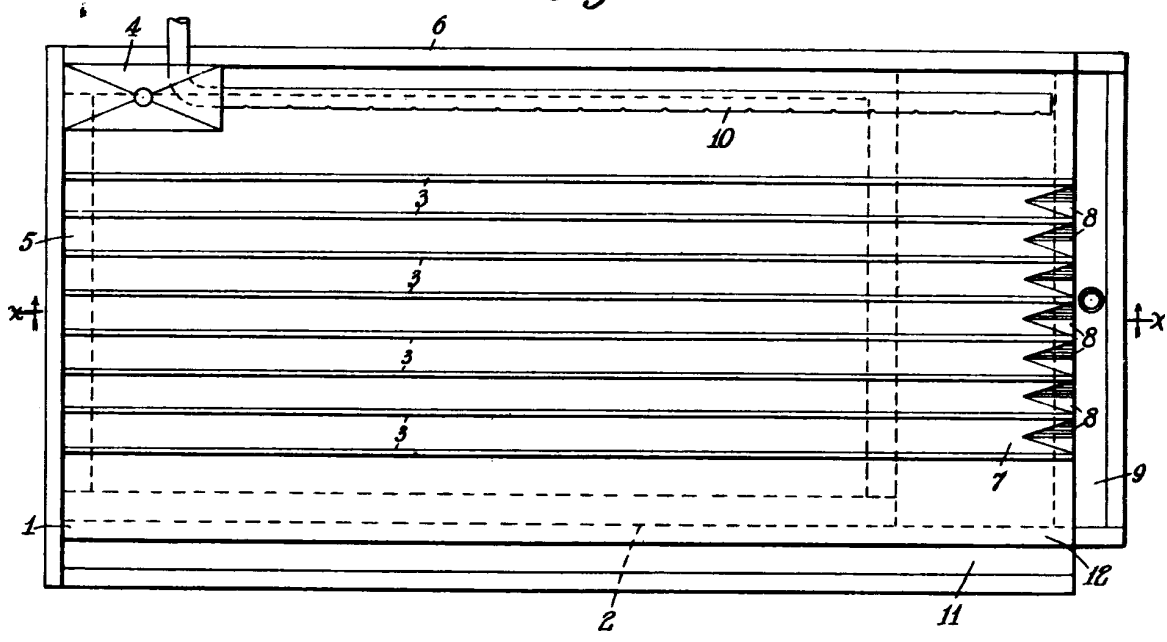


Fig. 2.

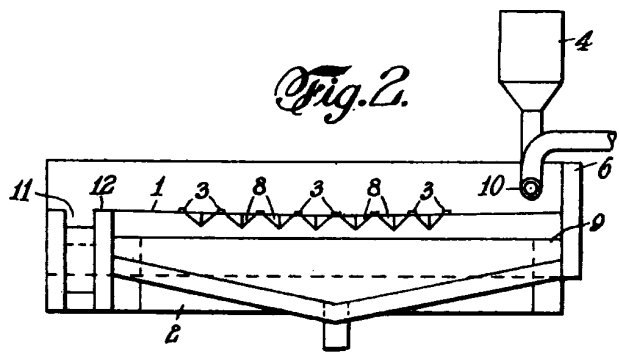
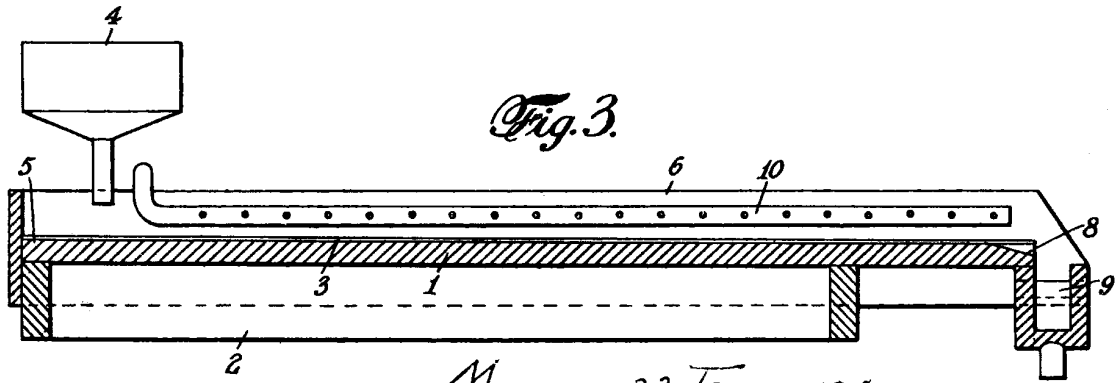


Fig. 3.



MADRID 22 FEB. 1930