

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

P. 1.467 :

Case Sp. 2235

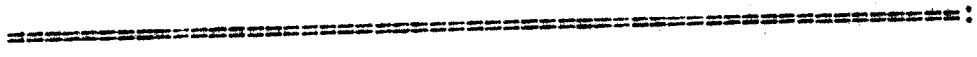
154955



-9 NOV. 1942

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
en
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de American Cyanamid Company, entidad norteamericana, establecida en 30, Rockefeller Plaza, Nueva York, ESTADOS UNIDOS DE AMERICA, por
"UN PROCEDIMIENTO DE FLOTACIÓN".



Este invento se refiere a un procedimiento para la flotación espumosa de minerales.



Mas especialmente el presente invento concierne a una nueva combinación de promovedores de la flotación, con la cual se obtiene una mayor eficiencia en las operaciones de flotación espumosa.

5 Se sabia ya en el pasado que ciertas diarilsulfoureas eran promovedoras en la flotación espumosa de varios minerales, por ejemplo los de sulfuro de plomo. Solo una de estas diarilsulfoureas, a saber la la difenilsulfourea (tiocarbanilida) se consideraba ser lo bastante eficaz en operaciones de flotación es-
10 pumosa para justificar económicamente su uso. Aunque se sabia que los homólogos mas altos de la difenilsulfourea, por ejemplo las ditolisulfoureas y la dixililsulfourea, tenían cierta acción promovedora, estas son muy insolubles en agua y su acción es extraordinariamente débil comparada con la tiocarbanilida; y como resultado de ello no se han empleado ampliamente en operaciones de flotación. También se
15 sabia en el pasado que la eficiencia de la tiocarbanilida y un ácido ditiofosfórico orgánico. Como la acción promovedora de los homólogos mas altos de la tiocarbinilida es mucho mas débil que la de esta última, podría esperarse que las soluciones de los homólogos mas altos en ácido ditiofosfórico orgánico serían
20 también más débiles.

25 Según el presente invento, se ha descubierto que la ditolisulfourea y dixililsulfourea son, cuan-



5 do se mezclan con un ácido ditioposfórico orgánico,
promovedores mas eficaces que las mezclas de tiocarbanilida y ácidos ditioposfóricos orgánicos, a pesar del hecho de que no son promovedores eficaces en comparación con la tiocarbanilida cuando se usan solos. Este es un resultado que no podía haberse previsto en vista de las enseñanzas de la técnica anterior. Podía haberse esperado que las mezclas de ditolilsulfourea o dixililsulfourea y ácidos ditioposfóricos orgánicos serían un promovedor mas eficaz que la dixililsulfourea o ditolilsulfourea sola, pero no es evidente que dicha combinación resultará mas eficaz que las combinaciones similares de tiocarbanilida.

15 Una ventaja del presente invento es la de que una clase de reactivos que hasta ahora no eran adecuados como promovedores en las operaciones de flotación espumosa se ofrece en una forma que los hace parecer completamente satisfactorios como tales promovedores. También es una ventaja que aunque la ditolilsulfourea y la dixililsulfourea son prácticamente insolubles en agua, son solubles en la medida como de un 10 % o mas en la mayoría de los ácidos ditioposfóricos orgánicos, al paso que la difenilsulfourea de la técnica anterior es soluble únicamente en la medida de un 6 % aproximadamente. Así el presente invento no solo ofrece una combinación de reactivos que es mas eficaz que la tiocarbanilida, usada en igua-



les cantidades, sino que permite la preparación y el empleo de una solución mas concentrada. Otra ventaja del presente invento es que, aunque muchos ditiofosfatos son promovedores, la eficacia de los mismos aumenta muy considerablemente añadiéndoles en solución incluso una cantidad relativamente pequeña de ditolilsulfourea o dixililsulfourea. La mayor eficacia no es meramente la suma de la eficacia de cada una de las combinaciones que constituyen la mezcla comúnmente usada, sino que la composición es superior a cualquiera de los ingredientes de la misma como promovedor de flotación. Para realizar el presente invento pueden emplearse ácidos ditiofosfóricos orgánicos en general, tales como los ácidos ditiofosfóricos sustituidos dialquílicos o diarílicos o sus sales metálicas alcalinas y las sales amónicas. Aunque pueden utilizarse varios ditiofosfatos en conjunción con ditolilsulfourea o dixililsulfourea, se ha descubierto que se obtienen excelentes resultados cuando se usan ciertos ditiofosfatos arílicos, como por ejemplo los ácidos ditiofosfóricos dicresílicos o dixilenílicos (mezclados). Como se ha indicado antes, estas combinaciones de ácidos ditiofosfóricos orgánicos solo son capaces de disolver hasta un 6 % aproximadamente de difenilsulfourea, al paso que, por ejemplo, el ácido ditiofosfórico dicresílico disolverá hasta un 10 % de ditolilsulfourea o de dixililsul-



foorea.

Este invento se describirá mas detalladamente en relación con lossiguientes ejemplos específicos. Pero debe entenderse que los ejemplos notienen mas objeto que el de ilustración, y que el invento no está limitado por los detalles que se exponen a continuación.

5

Se hicieron ensayos con dos muestras de minerales de plata y plomo. La muestra nº 1 era de una mina próxima a Winnemucca, Nevada, y la muestra nº 2 era de una mina próxima a Silver City, Idaho.

10

Análisis parciales de las muestras útiles de los dos minerales anteriores pueden verse en la tabla I.

TABLA I

15

Análisis parciales de las muestras útiles

<u>Procedimiento de ensayo</u>	<u>Mineral nº 1</u>	<u>Mineral nº 2</u>
Plomo	2.71 % Pb.	2.12 % pb
Plata	439.41 gr.Ag/Ton.	628.79gr.Ag/ Ton

20

Trituración.-Una muestra de 600 gramos de mineral de menos de 8 malla por cm. se colocó en un molino de varillas de acero de tamaño de laboratorio y se diluyó con agua corriente hasta una densidad de pulpa oprrespondiente a 67 % de sólidos. Se añadieron reactivos como se ven en los datos de las tablas III y IV que dan los resultados de los trabajos de ensayo. Luego el mineral se trituró durante un periodo de tiempo de-

25



terminado. Los análisis de criba de las pulpas de mineral se representan en la tabla II. El mineral nº 1 se sometió a una trituración de 15 minutos en todos los ensayos y la muestra de mineral nº 2 se sometió a un periodo de trituración de 6 minutos en todos los ensayos.

T A B L A II

Análisis de criba de las pulpas trituradas

Tanto % de peso retenido

10	Tamaño de malla	Mineral nº 1 Mineral nº 2	
		<u>Trit. 15 min.</u>	<u>Trit. 6 min.</u>
	+ 25/cm	- - -	- - -
	+ 40/ cm	- - -	0,55
15	+ 60/cm	0,63	6,67
	+ 80/cm	7,43	17,17
	+ 80/cm	91,94	75,61
	Total	100,00	100,00

Flotación

20 Mineral nº 1

Una carga molida del mineral se trasladó a una máquina de flotación de Fagergren de tamaño de laboratorio y se diluyó aproximadamente a 22 % de sólidos con agua corriente de laboratorio. En los ensayos I y II en que se ensayaron tiocarbamida sola y diotolilsulfourea sola, se añadieron 0,112 libras por ton. de ácido cresílico y la pulpa se dejó acondicionarse durante dos minutos. En el resto de los ensayos, de-



154955

5 bido a los poderes espumantes de los reactivos de ácido tifosfórico líquido, fué necesario añadir únicamente 0.056 libras por tonelada de ácido cresílico para obtener suficiente volumen de espuma. A la expiración del tiempo de acondicionamiento de dos minutos, se abrió la válvula de aire y el concentrado resultante se separó espumándolo durante un periodo de ocho minutos. En la tabla III se encontrarán detalles del procedimiento de ensayo y los resultados obtenidos.

10

MINERAL Nº 2

15 Una carga molida del mineral se trasladó a una máquina de flotación de Fagergren de tamaño de laboratorio y se diluyó con agua corriente de laboratorio a 25 % aproximadamente de sólidos. La pulpa se acondicionó durante dos minutos. Luego se abrió la válvula de aire y el concentrado resultante se separó espumándolo durante un periodo de tres minutos. En la tabla IV se verán detalles del procedimiento de ensayo y los resultados obtenidos.

154955



T A B L A III

Ensayos con el mineral n° 1
Condiciones de ensayo

5 Punto de adición Tiempo Min. % sólidos PH MeCN

Trituración 15 67 - 0.226

Acordionamiento 2 22 8.3 --

Flotación 8 22 -- --

10 Acido arsenioso 0.050 Kgs/tpn. usado para reactivos secos-

Concentrado Ensayo

Ensayo aliment. No	Ensayo prome- dor (Ver- fiable)	Ag. Grs./ton	% Pb	% Feo	Ag. Grs./ton	% Pb
1	A	624.83	2.02	12.39	3839.79	12.29
2	B	606.40	1.97	8.62	5049.13	15.56
3	C	625.96	1.95	12.94	3691.73	12.19
4	D	591.38	1.95	12.57	3591.94	12.49
5	E	617.74	2.00	12.22	3387.25	11.57

20 A - tiosarbamida (sola)
B - di-o-tolilsulfurea (sola)
C - solución 6 % de difenilsulfurea en ácido diftios-
fórico dixilenflico (mezclado)
D - solución 6 % de di-o-tolilsulfurea en ácido diftios-
fórico dixilenflico (mezclado)
E - solución 10 % de di-o-tolilsulfurea en ácido difti-
ofórico dixilenflico (mezclado)

25

Reactivos Kgs./ton.	Na ₂ SO ₄	Promovedor (Verifiable)	Acido arsenioso
0.453	6.803	0.052	--
--	--	--	0.050

0.025 Kgs/ton. usado para reactivos líquidos
Resultados del ensayo

Residuo Ensayo	% dest. Ag. Pb	% Peso Grs./ton.	% Pb	% dest. Ag. Pb		
76.13	75.25	87.61	170.10	0.57	23.88	24.75
71.76	68.92	91.38	187.39	0.69	28.24	31.98
76.31	31.08	87.06	170.38	0.43	23.69	18.97
76.37	80.51	87.45	159.89	0.43	23.63	19.49
77.97	82.50	85.78	158.47	0.41	22.03	17.50



154955

T A B L A IV

Ensayo con el mineral n° 2
Condiciones de ensayo

Punto de adición	Min.	Tiempo	% sólidos	lit.	NACH	ZnSO ₄
Trituración	6	67	-	-	0.113	0.725
Acondicionamiento	2	25	8.4	-	-	-
Rotación	3	25	-	-	-	-

Ensayo Promovedor AS (Variable)	Ensayo aliment.		Concentrado		% Pb
	grs/ton	lit	grs/ton	lit	
1 F	442.54	2.70	4.75	6027.77	51.19
2 G	434.97	2.69	5.18	5566.80	46.88
3 H	434.32	2.65	5.94	5518.04	43.18

- F - % solución al 6 % de difterilulfuree en ácido diftiosulfúrico (mezclado)
- G - solución al 6 % de di-c-tolilsulfurea en ácido diftiosulfúrico (mezclado).
- H - solución al 10 % de di-c-tolilsulfurea en ácido diftiosulfúrico (mezclado).

Reactivos	Kgs/Ton.
MgSO ₃ Promovedor (Variable)	0.453
	0.052

% Dest. AS	Pb	% Peso	Ensayo		% Pb	% Dest.	
			AS	grs./ton		AS	Pb
64.70	90.00	95.25	163.86	0.28	35.30	10.00	
66.25	90.33	84.72	154.22	0.27	33.75	9.67	
75.46	96.60	94.06	113.40	0.10	24.54	3.40	



2

154955

5 Un análisis de los datos de la tabla III muestra que en el ensayo 1 cuando se usó tiocarbanilida sola como promovedor el beneficio de plata y plomo fueron mejor que en el ensayo nº 2, usando di-*o*-tolilsulfourea sola. Los datos muestran además que los resultados obtenidos con las mezclas de ditolilsulfourea fueron superiores a los obtenidos con tiocarbanilida sola o ditolilsulfourea sola, así como con las mezclas de tiocarbanilida. Los ensayos números 3 y 4 son

10 comparativos, y por ellos se verá que el beneficio de plata y plomo con la solución al 6 % de ditolilsulfourea en ácido ditioposfórico dixilenílico (mezclado) fueron 76.37 y 80.51 % respectivamente en comparación con 76.31 y 81.03 % usando una solución al 6 % de difenilsulfourea. Estos resultados muestran que la solución al 6 % de la ditolilsulfourea es por lo menos el

15 equivalente de una solución al 6 % de la difenilsulfourea; al paso que la difenilsulfourea sola del ensayo nº 1 es muy superior a las del ensayo nº 2, usando ditolilsulfourea sola. En el ensayo nº 5 usando una

20 solución al 10 % de ditolilsulfourea en ácido ditioposfórico dixilenílico (mezclado) los resultados son muy superiores a los de cualquiera de los otros ensayos.

25 Un análisis de los datos de la tabla IV muestra que el beneficio de plata y plomo usando una solución al 6 % de di-*o*-tolilsulfourea en ácido ditiopos-

154955



T A B L A V

Condiciones de ensayo

Punto de adición	Tiempo	% sólidos	pH	NaCN	ZnSO ₄	Reactivo Kes./ton
Trituración	15	67	-	0.226	0.453	
Acondicionamiento	2	22	8.3	-	-	
Flotación	8	22	-	-	-	

Resultados del ensayo

Ensayo	Promovedor (variable)	Ensayo aliment.		Ensayo concentrado		Residuo
		Gr./ton.	% Pb	Gr./ton.	% Pb	
1	I	644.67	2.01	12.98	3596.48	12.18
2	J	644.11	2.02	13.87	3373.65	11.51
3	K	642.69	2.03	15.53	3117.93	10.45
4	L	637.59	2.02	16.53	2990.92	9.82
5	M	622.84	1.99	14.18	3312.41	11.15

- I - solución al 6 % de difenilsulfurea en ácido ditiofosfórico dixilénflico (mezclado)
- J - solución al 6 % de difenilsulfurea en ácido ditiofosfórico dixilénflico (mezclado)
- K - solución al 10 % de di-*o*-tolilsulfurea en ácido ditiofosfórico dixilénflico (mezclado)
- L - solución al 6 % de di-(mezclada) xililsulfurea en ácido ditiofosfórico dixilénflico (mezclado)
- M - solución al 10 % de di-(mezclada) xililsulfurea en ácido ditiofosfórico dixilénflico (mezclado).

SPENTON 8-



154955

Un análisis de los datos de la tabla V muestra que en los ensayos nº 3, 4 y 5, usando soluciones de ditolilsulfourea o dixililsulfourea en ácido ditioposfórico dixilenílico (mezclado), los resultados son mejores que los de los ensayos comparativos números 1 y 2 en que se usaron soluciones de difenilsulfourea en ácido fosfórico dixilenílico (mezclado).

Una serie de ensayos comparativos se hizo también con una muestra de cobre metálico. Los resultados se ven en la tabla VI.

T A B L A VI

Reactivo	Aliment. % Cu	Concentrado % Cu	Residuo % Cu	% Beneficio Cu
Solución 10% de di- -o-tolilsulfourea en ácido ditioposfó- rico dixilenílico (mezclado)	1.06	16.25	0.40	63.95
Solución 6 % de dife- nilsulfourea en ácido ditioposfórico dixi- lenílico (mezclado)	1.10	11.61	0.69	39.80

Los resultados metalúrgicos sobre el cobre metálico de la tabla anterior muestran que el uso de una solución de di-o-tolilsulfourea en ácido ditioposfórico dixilenílico (mezclado) mejoraron el beneficio y el grado de concentración con respecto al ensayo en que se usó una solución de difenilsulfourea en ácido ditioposfórico dixilenílico (mezclado).

Aunque en la anterior memoria y ejemplos se ha descrito la aplicación del invento en relación con un



154955

mineral de plomo y plata, el invento no se limita a estos minerales, porque esta combinación perfeccionada de reactivos es también superior en sus resultados con el cinc, el cobre, el oro, así como otros minerales metálicos bajos o preciosos. Las diarilsulfoureas sustituidas pueden usarse en unión con otros compuestos de ácido ditiófosfórico; por ejemplo, se puede hacer una solución de la diarilsulfourea sustituida con la sal amónica del ácido diamilditiófosfórico. En algunos casos la mezcla de la diarilsulfourea sustituida y el ácido ditiófosfórico di-orgánico no permanece líquida a temperaturas ordinarias, y usualmente es preferible añadir a la solución un diluyente adecuado como agua, alcohol etílico o similares, que haga la composición fluida a temperaturas ordinarias.

Debe observarse que el presente invento se refiere al uso de una combinación de reactivos que comprende una solución que contiene una proporción menor de diarilsulfoureas sustituidas, tal como di-*o*-tolilsulfourea y dixilil (mezclada) sulfourea y una proporción mayor de una combinación de ácido ditiófosfórico orgánico. En la composición del presente invento se ve que la ditolilsulfourea o la dixililsulfourea son solubles en la medida de un 10 % aproximadamente en el ácido ditiófosfórico dixilenílico (mezclado) y que dicha composición es un promovedor más eficaz que las composiciones similares usadas hasta ahora.



154955

5 Por lo anterior es evidente que hay muchas composiciones posible dentro del objeto del presente invento. Por consiguiente, el mismo debe interpretarse con amplitud y no limitarse salvo por los términos de las reivindicaciones anexas.

10 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 6 de noviembre de 1940, bajo el número 374.495, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de Propiedad Industrial.

-o- N O T A -o-

15 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

20 1º - Un procedimiento de flotación que comprende prensar una pulpa de mineral y agua, añadirle un promovedor de la flotación que incluye una mezcla de una proporción mayor de una combinación de ácido ditiofosfórico orgánico y una proporción menor de una diarilsulfourea sustituida, estando presente la combinación de ácido ditiofosfórico orgánico en una cantidad de por lo menos varias veces la de la diarilsul-



154955

fourea sustituida, y someter la pulpa a una operación de flotación espumosa.

5 28 - Un procedimiento de flotación que comprende preparar una pulpa de mineral y agua, añadirle un promovedor de flotación que incluye una mezcla de una proporción mayor de una combinación de ácido aril-ditiofosfórico y una proporción menor de una diaril-sulfaurea sustituida, estando presente la combinación de ácido ditiofosfórico orgánico en cantidad de por lo
10 menos varias veces la de la diarilsulfourea sustituida, y someter la pulpa a una operación de flotación espumosa.

15 32 - Un procedimiento de flotación que comprende preparar una pulpa de mineral y agua, añadirle un promovedor de flotación que incluye una mezcla de una proporción mayor de ácido ditiofosfórico dixi-lenílico (mezclado) y una proporción menor de ditolilsulfourea, estando presente la combinación de ácido ditiofosfórico orgánico en una cantidad de por lo
20 menos varias veces la de la ditolilsulfourea.

25 42 - Un procedimiento de flotación que comprende preparar una pulpa de mineral y agua, añadirle un promovedor de flotación que incluye una mezcla de una proporción mayor de ácido ditiofosfórico dixilenílico (mezclado) y una proporción menor de dixililsulfourea, estando presente la combinación de ácido ditiofosfórico orgánico en cantidad de por lo menos varias



154955

veces la de la dixililsulfourea.

5 5º - Un procedimiento de flotación que comprende preparar una pulpa de mineral y agua, añadirle un promovedor de flotación que incluye una mezcla de una combinación de ácido diti fosfórico orgánico y de 6 a 10 % de ditolilsulfourea, y someter la pulpa a una operación de flotación espumosa.

10 6º - Un procedimiento de flotación que comprende preparar una pulpa de mineral y agua, añadirle un promovedor de flotación que incluye una mezcla de una combinación de ácido diti fosfórico orgánico y de 6 a 10 % de dixililsulfourea, y someter la pulpa a una operación de flotación espumosa.

15 7º - Un procedimiento de flotación que comprende preparar una pulpa de mineral y agua, añadirle un promovedor de flotación que incluye una mezcla de ácido diti fosfórico dixilenílico (mezclado) y de 6 a 10 % de ditolilsulfourea, y someter la pulpa a una operación de flotación espumosa.

20 8º - Un procedimiento de flotación que comprende preparar una pulpa de mineral y agua, añadirle un promovedor de flotación que incluye una mezcla de ácido diti fosfórico dixilenílico (mezclado) y de 6 a 10 % de dixililsulfourea y someter la pulpa a una operación de flotación espumosa.

25 9º - Un procedimiento de flotación que comprende preparar una pulpa de mineral y agua, añadirle



154955

5 un promovedor de flotación que incluye una mezcla de una proporción mayor de una combinación de ácido ditiosfórico orgánico, una proporción menor de ditolilsulfourea y un diluyente, y someter la pulpa a una operación de flotación espumosa.

10 10º - Un procedimiento de flotación que comprende preparar una pulpa de mineral y agua, añadirle un promovedor de flotación que incluye una mezcla de una proporción mayor de una combinación de ácido ditiosfórico orgánico, una proporción menor de dixililsulfourea y un diluyente, y someter la pulpa a una operación de flotación espumosa.

11º - Un procedimiento de flotación.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez y ocho hojas escritas por una sola cara.

Madrid,

29 NOV. 1942

Alberto de Elzaburu
Por Poder