



187697

- 4 ABR. 1949

187697

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de INTERNATIONAL MINERALS & CHEMICAL CORPORATION,
entidad norteamericana, establecida en 20 W. Wacker Drive,
Chicago, Cook, Illinois, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR SILVITA DE UN MINERAL
SILVINITICO TRITURADO".-

Este invento se refiere a la concentración de minerales de silvita y es de importancia particular en relación con la separación de silvita de minerales del tipo de la silvinita, por ejemplo, de minerales tales como se encuentran en el distrito de Carlsbad de Nueva Mexico, Estados Unidos.



187697

El análisis típico de tal mineral es como sigue:

	Silvita (KCl)	31 %
	Halita (NaCl)	65 %
	Otros constituyentes o ...	
5	impurezas consistentes en	
	silicatos, sulfatos, etc.	4 %

Tales minerales se concentran usualmente poniendo en suspensión mineral silvinitico triturado en una salmuera saturada circulante formada disolviendo los constituyentes solubles del mineral en agua y flotando luego las partículas de silvita en la salmuera por medio de un agente colector adecuado permitiendo al propio tiempo que sedimenten las partículas de halita.

En tal procedimiento, la práctica general ha sido la de moler el mineral a un tamaño de partículas bastante fino, por ejemplo, en muchos casos hasta un grado de finura en que, al menos el 90% del mineral, pasa a través de un tamiz de unas 40 mallas. La flotación de los constituyentes valiosos de un mineral de tal grado de finura no es un problema demasiado difícil, y pueden usarse varios tipos de agentes colectores para efectuar tal flotación. Sin embargo, un concentrado en el cual las partículas son de extrema finura no se maneja con facilidad. Se produce más aglomeración en el almacenaje en el recipiente de transporte que en el caso de partículas de tamaño relativamente más grueso, y en general, puede decirse que un ingrediente de fertilizante en forma de polvo fino no es tan deseable como un material que se dé en forma de cristales relativamente grandes. Además, los gastos de



187697

esta molienda en fines son bastante considerables y aumentan materialmente el coste del producto final.

5 puede decirse como proposición general que la flotación de mineral consistente en partículas relativamente grandes lleva inherente considerablemente más dificultad que en el caso en que las partículas son de dimensiones relativamente menores. Además, existen tantos problemas y tantas variables en una instalación de flotación que es a veces un asunto en extremo difícil el determinar justamente cual es la anomalía en un sistema cuando se observa un fallo en la recuperación o en la pureza del producto, y a veces a causa de la naturaleza de la operación, un fallo en la recuperación o en la calidad no se percibe hasta después de que las condiciones que determinan los malos resultados han desaparecido y, quizás, se han producido condiciones totalmente diferentes en relación con otras variables del sistema. Así, se verá que entran en juego tres factores en la evitación de un mal resultado:

20 Primero, el mal resultado debe ser observado en el momento preciso en que el sistema lo está produciendo.

Segundo, las condiciones que existen en el momento del mal resultado deben determinarse con exactitud y prontitud.

25 Tercero, cuál o cuáles condiciones variables son responsables del mal resultado, y cómo deben ajustarse estas variables a fin de obtener un resultado óptimo.

Se ha descubierto que en la concentración de mineral de silvinita para obtener un concentrado relativamente



187697

grueso, por ejemplo, uno en el cual las partículas de silvita
sean de tal tamaño que el 50 % del material sea retenido en
un tamiz de 40 mallas, una pérdida anual en la recuperación
o en la calidad del producto, o en ambas, es determinada por
una variación en la temperatura de la salmuera circulante.
5 En algunos casos, cuando la temperatura sube a, por ejemplo,
40°C, lo que ocurre a veces en el distrito de Carlsbad, la
recuperación falla mucho a menudo en comparación con la re-
cuperación en, aparentemente, las mismas condiciones a una
10 temperatura de la salmuera de 25°C. al paso que en el tiem-
po frío invernal, cuando la temperatura de la salmuera pue-
de ser tan baja como de 10°C. el porcentaje de la recupera-
ción es a menudo, según se comprueba, mucho menor que si
fuera de 25°C. la temperatura de la salmuera. Aparente-
15 mente, a igualdad de las demás condiciones, parece existir
una temperatura óptima para la mejor recuperación. Esto
sugeriría que operaciones deben hacerse para mantener la
temperatura de la salmuera a la temperatura óptima. Pero,
desgraciadamente, el gasto de capital y el gasto de funcio-
20 namiento para mantener una temperatura constante de la sal-
muera es prohibitivo en un lugar como Carlsbad, Nueva Meji-
co, en que la temperatura del aire puede oscilar desde -17,8°C
en invierno hasta tanto como 45°C. en el medio del verano, y
en que gran parte del equipo del sistema está situado al ex-
25 terior o está sujeto a las condiciones atmosféricas exterie-
res.

Se ha comprobado que en el tratamiento de un mineral
tal como se ha descrito, y de tamaño de partículas grueso, se



187697

han obtenido los mejores resultados con un agente colector que es una mezcla de aminas alifáticas primarias que contienen grupos hidrocarburoados con desde 16 hasta 20 átomos de carbono, o que es una mezcla de las sales de adición solubles en agua de tales aminas, teniendo dicha mezcla un índice de yodo que queda dentro de la escala de 0-150 y que es inversamente proporcional a la temperatura de la salmuera. La longitud de la cadena debe ser, al parecer, predominantemente equivalente a aproximadamente C_{18} . Los compuestos que tienen mayor longitud de cadena, por ejemplo, C_{20} , y un punto de fusión más alto, pueden usarse, pero no están disponibles, por lo general, al paso que los compuestos con una cadena más corta, por ejemplo, C_{14} y un punto de fusión inferior, no parecen trabajar tan bien, excepto a temperaturas mucho menores de la salmuera. Un análisis típico de un colector satisfactorio es:

Compuesto	Dobles enlaces	%
Acetato octadecil amínico - $C_{16}H_{40}NO_2C_2H_3$	0	22
Acetato hexadecil amínico - $C_{16}H_{36}NO_2C_2H_3$	0	27
Acetato tetradecil amínico - $C_{14}H_{32}NO_2C_2H_3$	0	2
Acetato octadecenil amínico - $C_{18}H_{38}NO_2C_2H_3$	1	47
Acetato octadecadienil amínico - $C_{18}H_{36}NO_2C_2H_3$	2	2

Se ha hecho el sorprendente descubrimiento de que con agentes colectores de una longitud media de cadena dentro de la escala entre C_{16} y C_{20} que parecen dar buenos resultados con pulpa de fino tamaño de partículas, y que dan inferiores resultados medios con pulpa más gruesa, los resultados



187697

pueden mejorarse considerablemente variando el grado de insaturación (número medio de dobles enlaces en la cadena) de acuerdo con las variaciones en la temperatura de la salmuera. Cuanto más alta sea la temperatura de la salmuera, tanto menor debe ser el grado de insaturación, es decir que, el número medio de dobles enlaces en la cadena debe reducirse.

La reducción en la insaturación o índice de yodo puede conseguirse por selección de los varios ácidos grasos o combinaciones de los mismos a partir de los cuales se hacen la amina o aminas, o por una operación de hidrogenación. En general, trabajando con las condiciones y con los materiales indicados, se comprueba que es satisfactorio operar con una escala de saturación que se extiende entre un índice de yodo de aproximadamente 150, que es aproximadamente equivalente a como uno y medio enlaces dobles en la cadena, hasta hacia abajo, un índice de yodo o doble enlace equivalente de aproximadamente 0. Esta escala se acomodará a temperaturas de la salmuera entre unos 10°C y 40°C. Con temperaturas inferiores a 10°C, está indicado un reactivo con un doble enlace o índice de yodo algo mayor o un reactivo con una longitud media de cadena algo más corta que C_{18} , aunque no se dispone todavía de datos completos respecto a ensayos reales hechos a temperaturas inferiores a 10°C.

El efecto de cantidades variables de insaturación cuando se usa un reactivo colector que tiene una cadena de aproximadamente C_{18} queda demostrado por los siguientes ensayos reales de flotación.

El tamaño de partícula del material alimentado (mi-



1949

187697

neral de silvanita) fué como sigue:

	Tamaño de partícula mayor de 20 mallas . . .	8.35 %
	Tamaño de partícula mayor de 35 mallas . . .	44.80 %
	Tamaño de partícula mayor de 60 mallas . . .	80.53 %
5	Tamaño de partícula menor de 80 mallas . . .	19.47 %

El colector usado tenía un análisis químico en esencia igual al mencionado antes. Las únicas variables en los diversos ensayos fueron las temperaturas y el grado de insaturación o número de dobles enlaces. Como 160 grs. del colector químico se usaron por cada tonelada de material alimentado, y, además del mismo, la cantidad de almidón de maíz añadido fué de unos 560 grs. por tonelada de dicho material. El almidón se añadió al sistema cerrado con preferencia en un punto elevado aguas arriba de la fase en que se introdujo en el sistema el agente colector primario. Se usó preferiblemente en forma de una dispersión en salmuera preparada hirviendo 3 % de almidón seco en aproximadamente 97 % de salmuera. Se añadieron al sistema en cualquier punto conveniente antes de que la pulpa llegara a las celdas de flotación como 90 grs. de aceite de pino por tonelada de material alimentado. La pulpa alimentada a las celdas contiene como 30 % de sólidos en peso.

Los resultados a diversas temperaturas en una sola operación de flotación cuando se usa un colector de la misma longitud media de cadena (aprox. C_{18}) pero con diferentes grados de saturación se representan en la tabla siguiente:



5 OCT 1949

187697

SATURACIÓN

temp. pulpa	Doble enlace equivalente	Índice de I ₂	Material alimentado	Esté- riles	Conc.	Recuperación
10°C.	1.5	135	19.7	0.8	54.95	97.4
10°C.	0.5	45	19.7	1.3	55.57	95.6
10°C.	0.0	0-10	19.7	6.3	56.15	76.6
25°C.	1.5	135	19.7	3.0	57.39	89.4
25°C.	0.5	45	19.7	0.6	58.28	98.0
25°C.	0.0	0-10	19.7	4.2	59.79	84.6
40°C.	1.5	135	19.7	5.3	57.66	80.5
40°C.	0.5	45	19.7	4.8	56.15	82.7
40°C.	0.0	0-10	19.7	1.4	59.41	95.1

Podría usarse un agente colector consiste en un solo compuesto si su grado de saturación y su longitud de cadena acertaran a satisfacer las condiciones existentes. Sin embargo, como quiera que la saturación de compuestos individuales no puede diferir en menos de un doble enlace, de acuerdo con el invento, es preferible la mezcla de compuestos diferentes a fin de obtener la saturación y la longitud de cadena medias requeridas. Ulteriores ensayos a una temperatura intermedia de 18°C. indican que se obtuvo una recuperación óptima cuando el equivalente del doble enlace era de aproximadamente 1.0 con un índice de yodo de aproximadamente 90. El material recuperado, cuando se limpió y volvió a limpiar de acuerdo con los procedimientos de flotación mejorados, era de gran pureza, conteniendo más del 61 % del equivalente en K₂O.



1949

187697

5 Cuando se emplea el agente colector describe para la flotación de material relativamente grueso de la clase a que se ha hecho referencia, se ha comprobado que se efectúa una considerable economía en el consumo de reactivo, porque es posible obtener un efecto de flotación satisfactorio por el uso de considerablemente menos agente colector. Como quiera que estos agentes colectores son bastante caros, cualquier economía a este respecto se reflejará en el coste de producción del concentrado.

10 También se ha descubierto que es posible efectuar otro aumento en la recuperación o emplear un material alimentado todavía más grueso que el indicado, o conseguir estos dos resultados favorables, si en el sistema de salmuera, además del colector aniónico, está presente una pequeña cantidad, con preferencia no más de aproximadamente 50 partes por millón, de una sal metálica que sea soluble en la salmuera. Estos resultados pueden obtenerse por el uso de una cantidad de dicha sal que mantenga en la salmuera una concentración equivalente a aproximadamente 10 partes en peso de sal por 1.000.000 partes en peso de salmuera. Las sales particulares que dan los mejores resultados son las sales de plomo o de otros metales tales como el bismuto o la plata, solubles en la salmuera. Pueden utilizarse los acetatos, cloruros, etc. de estos metales, que sean solubles en la salmuera.

15

20



187697

- P o t a -

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:

5 1º.- Un procedimiento para separar silvita de un mineral de silvinita triturado formando primero una pulpa con el mineral en una salmuera que tiene una temperatura entre unos 10º-40ºC, y que está saturada respecto al mineral, y separando luego por flotación la silvita sometiendo
10 la pulpa a una operación de flotación con un agente colector, caracterizado porque el agente colector es una mezcla de aminas alifáticas primarias que contienen grupos hidrocarburos con desde 16 hasta 20 átomos de carbono, o es una mezcla de las sales de adición ácidas solubles en agua de tales aminas,
15 teniendo dicha mezcla un índice de yodo que queda dentro de la escala de 0-150 y que es inversamente proporcional a la temperatura de la salmuera.

20 2º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, en el cual al menos algunos de los constituyentes de la mezcla contienen alquénilo.

3º.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1 o 2, en el cual el índice de yodo de la mezcla usada



187697

con una temperatura de salmuera de aproximadamente 10°C. es de 135 aproximadamente.

4.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1 o 2 o 3, en el cual el índice de yodo usado con una temperatura de la salmuera de unos 25°C es aproximadamente 45.

5.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, en el cual se incluye también en el agente colector una pequeña cantidad de un acetato o cloruro de plomo, bismuto o plata.

6.- Un procedimiento para separar silvita de un mineral silvinitico triturado.

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

Esta Memoria consta de once hojas escritas por una sola cara.

Madrid,

- 4 ABR. 1949

Alberto de Elzaburu
Por Poder