

204848

P - 10.302.-

Cl. OL. N° 21.150.

Case 1040.-

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



204848

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 North Warçger
Drive, Chicago, Illinois, Estados Unidos de América, por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA EL APROVECHAMIENTO
DE GANGA POTASICA ".-

5 El presente inventò se refiere a un método
para el aprovechamiento de ganga potásica por flotación espu-
mosa, especialmente, se refiere a la recuperación de la car-
nalita, a partir de la ganga potásica mediante flotación es-
pumosa.

En el pasado, la carnalita se concentraba a



partir de gangas que la contenían, mediante procesos que implicaban disoluciones sucesivas de la carnalita en bruto y sucesiva cristalización de la fracción rica en carnalita. Sin embargo, semejante método resultaba fatigoso y se consideraba como no satisfactorio por causa de las desventajas económicas que suponía. No obstante, hasta el momento presente, la carnalita no ha sido utilizada como fuente comercial para los compuestos de potasio e los compuestos magnésicos o el magnesio metálico.

Uno de los objetivos de la actual invención consiste en suministrar un proceso para la separación de la carnalita de las mezclas conteniendo carnalita de suerte que se superen las desventajas de los anteriores procesos. Otro objetivo ulterior de la invención presente consiste en suministrar un proceso para la recuperación de la carnalita a partir de la ganga potásica mediante un proceso de flocación espumosa.

Otro objetivo ulterior de la actual invención consiste en suministrar un proceso de flotación espumosa para la recuperación de la carnalita a partir de gangas conteniendo carnalita y halita.

Otro objetivo ulterior del invento presente consiste en suministrar un proceso de flotación espumosa para la producción de una solución concentrada de carnalita con un elevado porcentaje de recuperación y economía en el empleo de los reactivos. Estos y otros objetivos del invento actual adquirirán mayor realidad después de una comprensión más completa de dicho invento, mediante la lectura de



lo que sigue.

De conformidad con el método general del presente invento, la carnalita contenida en la ganga potásica se separa de las impurezas como la halita preparando una pulpa con el material, objeto del proceso, condicionando dicha pulpa con un reactivo colector selectivo del tipo aquí descrito, sometiendo la pulpa, así condicionada a la flotación espumosa y recogiendo la carnalita concentrada durante la operación.

El proceso nuevo presente es aplicable a la recuperación de la carnalita a partir de las mezclas en bruto tales como las que contienen carnalita, halita y silvita y de las gangas potásicas que contengan carnalita, como por ejemplo, las descubiertas y beneficiadas en el área de Carlsbad, Nuevo Méjico, que contienen usualmente proporciones variables de silvinita o halita o silvita. No obstante, el presente proceso es aplicable a cualquiera ganga potásica que contenga carnalita.

Al practicar la invención presente, una pulpa gangosa que contenga carnalita y una solución saturada respecto de dicha ganga se condiciona con un colector de flotación, seleccionado dentro del grupo consistente en una amina alifática y una sal ácida adicional de la misma, soluble en agua, siendo sometida la pulpa condicionada a la flotación espumosa y recuperandose la carnalita, a partir de la solución concentrada, en la parte flotante. En una aplicación del nuevo proceso presente, se prepara una pulpa comprendiendo una ganga fundamental que contiene carnalita, halita y



silvita y una solución saturada con relación a los componentes, solubles en agua, de la ganga. La pulpa se condiciona con una cantidad adecuada de una amina alifática de larga cadena o con adición de la sal de ácido acético de dicha amina y la pulpa, así condicionada, se somete a la flotación espumosa en uno de los tipos convencionales de células de flotación. Carnalita y silvita se encuentran presentes en la solución concentrada recogida en la célula de flotación. La parte que sobrenada en la célula comprende principalmente halita.

Con objeto de obtener separaciones netas, es necesario que la solución saturada que se adiciona para efectuar la pulpa sea estable. Entendemos por "estable" una solución que no ha de alterar la composición de la ganga, bien sea disolviendo por separado una o más de los componentes de la ganga, bien sea provocando la cristalización de uno de estos componentes, bien sea disolviendo un componente al mismo tiempo que se provoca la cristalización de otro en forma sólida fuera de la solución o cosa semejante. Las concentraciones estables de las sustancias disueltas en agua, tal y como se emplean en el presente proceso, se controlan principalmente mediante la temperatura aplicada. La separación, mediante este proceso, de los componentes de la ganga puede realizarse a través de toda la extensión de diversas temperaturas que se presentan en la clase de flotación, pero a condición de que la composición de la solución saturada permanezca estable a la temperatura de la operación. La carnalita y la silvita, presentes en el esliques de la célula de flotación, se separan lixiviandoles con agua. Cuando se trata la carnalita con una solución acuosa, se disuelve el cloruro de magnesio. La solución de la que se ha separado la



silvita sólida se deja después evaporar y enfriar hasta un punto próximo al de saturación con respecto a la bischofita. La evaporación puede ser efectuada, bien en el vacío, bien a la temperatura atmosférica del punto de ebullición. Cuando se efectúa la evaporación de la solución a una temperatura situada entre los 110° C. y los 120° C. aproximadamente, la pasta resultante se enfría a una temperatura por debajo de cerca de los 80° C. por ejemplo, entre cerca de 50° y cerca de 70° C. El material sólido es separado del licor concentrado que contiene entre cerca de 36% y cerca de 40% en peso de cloruro de magnesio. Este licor puede ser sometido a procedimiento adecuado para producir productos químicos magnésicos. El material sólido separado del licor concentrado puede ser reintroducido en el ciclo en la fase de glocación.

Al practicar el nuevo proceso presente, resultan útiles como reactivos colectores aminas alifáticas de larga cadena, saturada o no saturada y (o en lugar suyo) una adición de las sales ácidas de las mismas que sean solubles en agua. El término "aminas" de larga cadena" tal y como se usa en la descripción y en las reivindicaciones, incluye aminas que posean cuando menos ocho átomos de carbono por molécula. Entre los típicos colectores amínicos que resulten útiles en la práctica de la presente invención quedan incluidos: la n-octadecilamina, n-octadecenilamina, n-nonilamina, n-decilamina o las sales de las mismas, solubles en agua, como el acetato de n-octadecilamina y otros semejantes. Los colectores amínicos pueden ser empleados, bien individual



mente o en mezclas que contengan más de una amina. Las mezclas no necesitan consistir únicamente en aminas primarias, sino que pueden también contener aminas secundarias y terciarias o las sales, solubles en agua, de ellas. También pueden emplearse en la práctica del nuevo proceso presente, poliaminas n-alkílicas con alkinenos o sus sales, tales como el acetato de diamina ociletilénica, el acetato de diamina n-octadeciniletilénica; el acetato de diamina elaidiletilénica; el acetato de diamina acyletilénica y otros semejantes. El reactivo colector amínico puede ser empleado en forma de solución acuosa, emulsión o solución en un disolvente orgánico. El reactivo puede ser introducido en la pulpa de la ganga, bien antes de la fase de concentración, o bien puede ser inyectado en el circuito de flotación. A pesar de que pueden ser empleados agentes convencionales que provoquen el estado espumoso- tales como aceite de pino y otros agentes auxiliares como carbinol metisobutilico - en la práctica del nuevo proceso presente, no resultan esenciales para una flotación con éxito de la carnalita y puede prescindirse de su uso si así se desea. Aunque el nuevo proceso presente se refiere primariamente a la Flotación espumosa, las enseñanzas del mismo pueden también aplicarse a la separación de la carnalita de la ganga potásica mediante otros procesos más dependientes de los fenómenos de superficie. Tales procesos incluyen acoplamiento, flotación del film y otras operaciones en relación con ello. En una de las aplicaciones del nuevo invento presente, se tritura hasta un tamaño de 100% aproximadamente -28 de malla, si se emplea un aparato

2 0 4 8 4 8



- 2 4 9 0 -

de flotación adecuado, tal como la célula de flotación Fagergren. Se limpia de caliza la ganga triturada y se convierte en pulpa con cantidad suficiente de solución de una salmuera saturada con respecto a los componentes solubles de la ganga con objeto de obtener una pulpa que posea una densidad sólida de entre cerca de 25% y cerca de 75% y usualmente entre 50% y cerca de 70%. Se adiciona a la pulpa entre cerca de 0.1 y cerca de 0.5 libras por tonelada (de 0,045 a 0,2268 kgr. p. ton.) de una amina alifática o una sal adicional ácida, soluble en agua, de la misma o grados comerciales de la misma, que sirve de colector para las partículas de carnalita. Las cantidades de reactivo se colocan usualmente entre 0.2 y 0.5 (0,0906 a 0,2268 kgr.) por tonelada de ganga en función de la ganga particular y del colector amínico particular que se empleen. No obstante, la presente invención no se limita a tales cantidades.

Al efectuar otras aplicaciones del presente invento, se adiciona a la pulpa gangosa - antes de introducir en esta el colector amínico - una solución del inhibidor del lodo o rebajador, tal como una solución de almidón como la descrita por Tartaron y otro en la Patente de Estados Unidos Nº 2.288.497.

En otra de las aplicaciones del nuevo proceso presente, se adiciona un agente auxiliar, como el carbinol metilisobutílico, en una cantidad entre 0.01 y 0.1 libras (0.0045 y 0.0453 kgr.) por tonelada de ganga, en la pulpa tratada por el reactivo amínico, condicionándola después, diluyéndola a una densidad sólida conveniente para la flotación espumosa - por ejemplo, entre cerca de 20% y cerca de



50% - y sometiéndola a dicha flotación espumosa para obtener un eslique conteniendo partículas de carnalita. La carnalita se recupera a partir de este eslique.

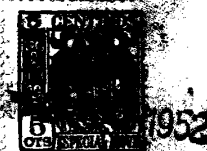
5 En otras aplicaciones de la invención presente, la separación se efectúa en una célula de flotación modificada. Se prepara y se condiciona conforme queda descrito arriba una pulpa de ganga groseramente granulada de carnalita y se la somete a flotación en la célula modificada.

10 Partículas de la carnalita groseramente granulada sobrenadan la célula de flotación en una corriente o volumen de tamaño proporcionado del medio líquido. Se recoge este eslique que contiene la carnalita y se recupera a partir de él, dicha carnalita tal y como se ha descrito aquí.

15 Con objeto de lograr una clara comprensión del nuevo proceso presente, pero sin intención de señalar ninguna limitación con ello, suministraremos los siguientes ejemplos:

EJEMPLO I.

25 El material de empleo, arrojando por análisis aproximadamente 22.6% de carnalita, 74.0% de cloruro sódico y 3.4% de cloruro potásico se mezcla con una cantidad suficiente de una salmuera, saturada a temperatura atmosférica con relación a estas tres sales para obtener una masa pastosa de cerca de 60% de densidad sólida. Se adiciona a la pulpa cerca de 0.2 libras (0.0906 krs.) por tonelada de material de una solución al 5% del reactivo Arnas T.D. de Ar-



mour y Compañía, el cual contiene los acetatos de aminas ali-
 fáticas de larga cadena y cuyo análisis indica aproximada-
 mente 30% de acetato de exadecilamina, 25% de acetato de
 octadecilamina y 45% de acetato de exadecilamina. Después
 5 de haber condicionado la pulpa durante cerca de cinco minutos,
 la masa pastosa se coloca en una máquina de flotación Fa-
 gergren, añadiendo suficiente solución saturada para obte-
 ner una densidad sólida de cerca de 30%. El eslique sobre-
 nada y se recoge del mismo la carnalita. La recuperación
 10 de carnalita en el eslique asciende a cerca de 83.5%. El
 Cuadro I muestra el análisis de los productos.

C U A D R O I.

15	<u>NaCl</u>	<u>KCl</u>	<u>Carnalita</u>
Eslique	11.4%	9.5%	79.1%
Parte flotante	93.6%	1.5%	4.9%

E J E M P L O II.

20 Se tritura ganga de carnalita de una zona de
 Carlsbad, Nuevo Méjico, hasta un tamaño de partícula de 100%
 aproximadamente -28 de malla. Esta ganga fué convertida en
 masa pastosa con suficiente solución saturada respecto de la
 25 silvita, halita y carnalita para obtener una pulpa que posea
 una densidad sólida de cerca de 60%. Se adiciona la la pul-
 pa cerca de 0.5 libras (0.2268 kgr.) por tonelada de un su-
 ministro de una solución de amina T.D. Armour y Compañía, al

al 2% de almidón y cerca de 0.25 libras (0.1134 Kgr.) por tonelada. Se introduce la pulpa en una máquina de flotación Fagergren y se adiciona suficiente solución saturada para diluir dicha pulpa a una densidad sólida de cerca de 50%.

5 El eslique sobrenada y se recoge la carnalita que se ha concentrado. Esta parte que sobrenada se condensa después y se trata con cerca de 0.25 libras (1134 grs.) por tonelada de suministro de una solución al 3% de Armac H.T.D. de la Armour y Compañía, cuyo análisis denuncia aproximadamente 25%

10 de acetato de exadecilamina, 70% de acetato de octadecilamina y 5% de acetato de octadecanilamina. Esta pulpa se somete después a flotación y se recoge el eslique de carnalita. La recuperación de la carnalita de los dos esliques combinados ascendió a cerca de 93.6%. El análisis del material suministrado en los esliques combinados y en las partes

15 que sobrenadan, se muestra en el cuadro 2º.

CUADRO II.-

20	<u>NaCl</u>	<u>KCl</u>	<u>Carnalita</u>	<u>Kieserita</u>	<u>Insol.</u>
Suministro	62.25	6.87	29.00	1.59	0.29
Eslique	7.65	7.74	83.91	0.51	0.19
Parte flotante	88.37	6.45	2.74	2.13	0.31

25

EJEMPLO III.-

A una ganga de carnalita, amasada con una cantidad suficiente de solución saturada con respecto a la sil-

204848



1952

5 vita, halita y carnalita para obtener una mezcla de la densidad s3lida de cerca de 60%, se adicionen cerca de 0.5 libras (0.2268 kgr.) por toneladas de suministro de una soluci3n de almid3n al 1% y cerca de 0.1 libras (0.0453 kgr.) por tonelada de suministro de soluciones al 1% aproximadamente de Armac W.D. y Armac H.T.D. de Armour y Compa1a.

10 Despu3s de condicionar la pulpa cerca de cinco minutos, dicha pulpa, tratada por el reactivo, se coloca en la m3quina de flotaci3n Fagergren, adicionando suficiente soluci3n saturada para obtener una densidad s3lida de cerca de 30%, saliendo el eslique a flotaci3n y recogiendo. La parte flotante es despu3s condicionada para una segunda flotaci3n con cerca de 0.1 libras (0.0453 Kgr.) por tonelada de suministro de Armac T.D. Armour y Compa1a y cerca de 0.1 libras (0.0453 kgr.) por tonelada de H.T.D. de Armour y Compa1a, cada una en soluci3n de 1%. La pulpa condicionada se somete a la flotaci3n espumosa y se recoge la carnalita concentrada. La recuperaci3n de carnalita ascendi3 a cerca de 69.7% y la de sulvita a cerca de 93.7%. Los cuadros III y

20 IV muestran el an3lisis del suministro, de los esliques combinados de las dos flotaciones y de las fracciones sobrenadantes.

C U A D R O I I I .

	K	Mg	N _a	Cl	SO ₄	Insol	H ₂ O
Eslique y sol. sat.,	25.30	4.55	2.77	40.20	41	15	26.62
Fracc. sobrenada y soluci3n saturada	2.22	1.95	28.84	52.00	1.15	25	13.59
Sol. saturada	1.64	6.74	60	21.08	1.33		68.91

204848



352

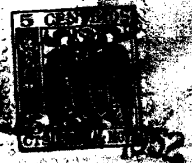
CUADRO IV.

	<u>Carnalita</u>	<u>Silvita</u>	<u>Halita.</u>
5 Suministro	22.9	16.4	52.9
Eslique	46.51	44.85	8.15
Fracc. Flotante	10.61	1.59	85.87

EJEMPLO IV.

A la ganga de carnalita, triturada a un tamaño del 100% aproximadamente -28 de malla y amasada con suficiente solución saturada en relación con la silvita, carnalita y halita para obtener una mezcla poseyendo una densidad sólida de cerca de 60%, se adicionaron cerca de 0.5 libras (0.2268 kgr.) por tonelada de suministro de una solución de 1% de almidón. A la pulpa resultante se adicionaron cerca de 0.3 libras (1359 grs.) por tonelada de suministro de una solución al 5% de reactivo de triamina dodecílico-diétilénica y cerca de 0.02 libras (0.00453 Kgr.) por tonelada de suministro de una solución al 1% de Armac W.B. de Armour y Compañía. Después de condicionar la pulpa durante cerca de 5 minutos, la pulpa tratada con el reactivo fué colocada en una máquina de flotación Fagergren, adicionando solución saturada, el eslique sobrenadó y la carnalita concentrada fué recogida. La recuperación de la carnalita en el eslique impertó cerca del 84.9% y la recuperación de la silvita cerca del 95.1%. Los Cuadros V y VI muestran el análisis del su-

204848



suministro, solución saturada, esliques y parte flotante.

CUADRO V.

	K	Mg	Na	Cl	SO ₄	Insol	H ₂ O
5							
Esliques y sol sat.	30.48	3.58	3.04	42.25	70	14	19.81
Pte. flot. y sol. sat.	1.50	1.48	31.22	52.90	1.25	19	11.48
10 Sol. sat.	1.72	6.55	1.53	20.60	3.29		66.31

CUADRO VI.

	<u>Carnalita</u>	<u>Silvita</u>	<u>Halita</u>
15 Suministro	14.7	20.1	63.9
Esliques	36.0	55.0	8.2
Pte. flotante	3.4	1.5	93.6

20 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América con fecha 4 de Agosto de 1.951, bajo el número Ser. 240.442, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

- ooo 00 ooo -



- N O T A -

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

5 1ª.- Un proceso para separar la carnalita de una pulpa que contenga particularmente carnalita, proceso que comprende el acondicionamiento de dicha pulpa para la flotación espumosa con un reactivo seleccionado dentro de un grupo de aminas alifáticas y sus sales de adición ácidas,
10 solubles en agua, sometiendo la pulpa así condicionada a la flotación espumosa para producir un eslique conteniendo carnalita recogiendo dicho eslique.

15 2ª.- Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1ª, por el que la citada pulpa comprende una ganga conteniendo carnalita y una solución acuosa saturada respecto de los componentes solubles de dicha ganga.

20 3ª.- Un proceso, de acuerdo con la reivindicación 1ª, que comprende el acondicionamiento de la citada pulpa para la flotación espumosa con el indicado reactivo en presencia de una solución de almidón.

 4ª.- Un proceso, de acuerdo con la reivindicación 3ª, por el que se emplea un agente que provoque el estado espumoso en combinación con el reactivo y la solución



de almidón.

5 62.- Un proceso, de acuerdo con cualquiera de las precedentes reivindicaciones, que comprende la adición a la citada pulpa de un suministro de solución de almidón entre cerca de 0.1 y cerca de 1.0 libras (0.0453 a 0.453 kgr.) por tonelada y de un suministro del reactivo indicado entre cerca de 0.1 y cerca de 0.5 libras (0.0453 a 0.2268 kgr.) por tonelada.

10 72.- Un proceso, de acuerdo con la reivindicación 12, que comprende la preparación de una pulpa de la ganga de carnalita en una solución acuosa saturada con respecto a los componentes solubles de dicha ganga y poseyendo una densidad sólida de entre cerca de 40% y cerca de 70%; el acondicionamiento de la pulpa para la flotación espumosa con una cantidad situada entre cerca de 0.1 y cerca de 0.5 libras (0.0453 a 0.2268) por tonelada de suministro de un reactivo colector seleccionado de entre el grupo consistente en aminas alifáticas de larga cadena y sus sales de adición ácidas solubles en agua, añadiendo suficiente solución saturada a la pulpa condicionada para diluir la citada pulpa hasta alcanzar una densidad sólida de entre cerca de 20% y cerca de 40% y sometiendo la pulpa así diluida a la flotación espumosa para producir un eslique conteniendo carnalita y recoger el citado eslique.

20 25 82.- Un proceso de acuerdo con la reivindicación 72, que comprende el acondicionamiento de la citada pulpa para la flotación espumosa en presencia de un suministro de entre cerca de 0.1 y cerca de 1.0 (0.0453 a 0.453 Kgr.)



por tonelada de una solución de almidón.

9º.- Un proceso, de acuerdo con cualquiera de las precedentes reivindicaciones en que el reactivo es el acetato de una amina alifática de cadena larga.

5

10º.- Un proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1ª ó 7ª, que comprende la lixiviación del citado eslique con agua suficiente para disolver esencialmente por completo el cloruro magnésico de la carnalita sólida y separar el material sólido del licor resultante conteniendo cloruro magnésico.

10

11º.- Un procedimiento para el aprovechamiento de ganga potásica.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

15

La presente Memoria consta de dieciseis hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, - 2 AGO. 1952

P. A.

Alberto de Elzaburo