



PATENTE DE INVENCION
=====

Ref: Your Order No. FA/22151-Case 2 PA-PCB-276.

331000

Memoria Descriptiva

sobre

"Procedimiento para la flotación de minerales".

=====

Solicitante: UNITED STATES BORAX AND CHEMICAL CORPORATION, entidad norteamericana, residente en 3075 Wilshire Boulevard, Los Angeles, California, EE.UU. de A.

=====

Este invento se refiere al beneficio de minerales y de manera más particular al empleo de reactivos auxiliares de flotación para la flotación de espuma de varios tipos de minerales.

5. Es muy conocido el empleo de aminas alifáticas



- como reactivos de flotación en los procedimientos de flotación para recobrar los minerales valiosos deseados, v.g., potasa, del mineral de potasa. Sin embargo, se ha comprobado que el mineral de potasa como tiene
5. un tamaño de partículas mayor de 20 mallas, y especialmente mayor de 14 mallas, no se le puede hacer flotar con eficacia con aminas alifáticas como único reactivo recuperador. También se ha comprobado que la eficacia de los reactivos recuperadores de aminas depende de la temperatura de flotación, a mayores temperaturas la
10. amina debería tener un mayor grado de saturación, como lo indica su bien conocido número de yodo, mientras que a temperaturas más bajas se necesita un alto grado de insaturación. Como las condiciones de temperatura pueden cambiar dentro de límites considerables durante
15. un período de tiempo relativamente corto, se necesita una vigilancia constante para permitir la regulación continua o el grado de insaturación de la amina de acuerdo con la temperatura. La dificultad de flotar mineral a bajas temperaturas con un recuperador de amina cuyo índice de yodo le hace más apropiado para su
20. empleo a temperaturas más altas resulta principalmente notable con las partículas más finas del mineral molido.

- Por lo tanto existen dos problemas con los que
25. trata este invento: hacer flotar las partículas más gruesas de una ganga mineral con un recuperador de amina y hacer flotar una ganga mineral a una temperatura menor de 20°C. con un recuperador de amina cuyo índice de yodo le hace más apropiado para temperaturas más
30. altas. Para solucionar estos dos problemas se emplea,



según el presente invento, junto con el recuperador de amina, un reactivo auxiliar que consiste en un aceite aromático.

5. Casi todos los líquidos minerales, alifáticos o aromáticos, pueden resultar apropiados, si son capaces de disolver y dispersar el recuperador de amina, pero se prefieren los aceites aromáticos, ya que poseen tres o cuatro anillos en la molécula. Son de manera especial convenientes porque tienen temperaturas bajas de fluidez y sus viscosidades resultan pequeñas a temperaturas bajas.

10. Por lo tanto el presente invento proporciona un método de recuperación de minerales valiosos necesarios partiendo de una ganga, que consiste en moler dicha ganga, reducir a pulpa el mineral molido, acondicionar la pulpa de mineral con un reactivo de flotación que comprende una mezcla de un reactivo recuperador de amina alifática de cadena larga y un aceite aromático como reactivo auxiliar, y someter dicha pulpa de mineral condicionado a la flotación por espuma.

15. Los reactivos auxiliares aromáticos policíclicos que resultan útiles en este invento tienen como mínimo tres anillos en la molécula. Son hidrocarburos de temperatura de ebullición alta, que consisten en su mayor parte en los derivados alquil superiores de sistemas de anillos condensados, que se obtienen como residuos en el fraccionamiento de aceites minerales. A muchos se les conoce como productos finales reformados, aceites de ciclo o productos de aceites
- 20.
- 25.
- 30.



de ciclo. Se caracterizan en general por un límite de destilación del orden de 250°C a unos 427°C., bajas temperaturas de ebullición, por ejemplo, menores de 20°C, y viscosidades relativamente pequeñas tales como SSU de menos de 100 a 38°C. Generalmente tales aceites aromáticos policíclicos se producen en mezclas de anillos condensados que tienen de 3 a 5 anillos y son principalmente compuestos hidrocarburos tricíclicos y tetracíclicos, tales como acenaftenos, fluorenos, fenaftrenos, pirenos y benzonaftenos. Dichas mezclas pueden también contener cantidades menores de otros sistemas de anillos inferiores como por ejemplo alquilindanos, tetralinos y naftalenos.

Los reactivos recuperadores de amina que se emplean en el presente invento son los que usan los refinadores de minerales en procedimientos de flotación clásicos. Los reactivos recuperados son aminas alifáticas de cadena larga, saturadas y sin saturar, que tienen de 7 a 18 o más átomos de carbono y se preparan generalmente del sebo de buey. Se emplean en general como las sales de las aminas, siendo el acetato la sal más corrientemente usada y se pueden comprar comercialmente como acetatos amino alifáticos mezclados. La proporción de peso entre la amina y el reactivo aromático policíclico es de preferencia aproximadamente de 1:1, aunque se pueden emplear cantidades mayores o menores que resultan convenientes para algunos minerales. Contienen generalmente un 70% de aminas primarias con una longitud de cadena de C₁₈ o más y un 30% que tiene una longitud de cadena de



C₁₆ o menos.

- Se trata el mineral siguiendo los procesos normales antes de someterse a la flotación con las combinaciones de reactivos del presente invento. De esta manera se tritura el mineral, tal como moliéndolo a una medida particular apropiada de unas -8 mallas. El mineral triturado se hace entonces pulpa ampastándolo en una composición de salmuera saturada de los constituyentes solubles del mineral. Si el mineral contiene contaminadores de arcilla es preferible deslamarlo empleando los procedimientos tradicionales, tal como cribando la pasta a través de, por ejemplo, una criba de 100 mallas para extraer la arcilla y los finos. La pulpa del mineral se trata luego con la combinación reactiva de flotación y el mineral tratado se somete a una célula de flotación por espuma de tipo corriente. Con preferencia, se divide el producto deslamado antes de la flotación en gruesos y finos y las dos partes se tratan por separado con los reactivos de flotación para evitar un consumo excesivo del reactivo. Después de este tratamiento (reactivación), se combinan para la flotación.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

En los siguientes ejemplos, los ejemplos I al XI describen el invento con referencia particular a la flotación de los minerales gruesos, mientras que los ejemplos XII al XVII explican el ejemplo con referencia particular a la flotación a temperaturas bajas de ambos minerales gruesos y finos.

25.

EJEMPLO I

30. Se molió mineral de silvinita a una medida de



-8 mallas y se hizo una lechada en una composición de salmuera saturada de los constituyentes solubles del mineral. Se deslamó entonces la lechada a través de una criba de 100 mallas para extraer los finos y la materia insoluble, y se cribó en húmedo el mineral deslamado y se dividió en dos partes, una parte que contenía las partículas de +20 mallas y la otra parte contenía las partículas de -20 mallas. Se acondicionó la fracción de +20 mallas con 0,016% en peso de una mezcla de 50-50 de reactivos recuperadores de aminas (50% de una mezcla principalmente de hexadecil, octadecil y octadecenil amina) en forma de sales de acetato, y 0,0025% en peso de extracto furfúrico de aceite de ciclo ligero FCC, que tiene una temperatura de ebullición del orden de 316°C a 427°C y que contenía un 81% de compuestos policíclicos de tres anillos como mínimo; incluyendo acenaftalenos, alquilfluorenos, fenantrenos, pirenos y homologos superiores, 12,6% de análogos de azufre y un 2% de alquilnaftalenos y alquilindanos. Se acondicionó la fracción de -20 mallas con un 0,04% en peso de almidón y 0,005% en peso de la mezcla de reactivos recuperadores de amina. Se volvieron a combinar las dos fracciones y se añadieron a una célula de flotación agotada junto con alguna salmuera de saturación clara. Se aireó entonces la lechada desde el fondo de la célula y se extrajo entonces la espuma formada en la superficie llevándose con ella esencialmente toda la potasa. Se recobró el 97,35% de KCl, basándose en la cantidad de KCl en la pulpa de mineral antes de deslamarlo. El material dió



en el análisis el 60,25% de K_2O .

En otra prueba en que se siguió el mismo procedimiento con la excepción de que no se empleó el reactivo ^{aromático} auxiliar, sólo se recobró el 72,38% de KCl .

5. El material dió por análisis el 61,71% de K_2O .

EJEMPLO II-VII

10. Se siguió el procedimiento del ejemplo I con la excepción de que se sustituyeron los productos aromáticos policíclicos por el reactivo auxiliar de Aceite de Ciclo Ligero. Las cantidades de reactivos empleadas fueron las mismas del Ejemplo I, incluyendo la cantidad de reactivo auxiliar. Se consiguieron los siguientes resultados:

	Reactivo Auxiliar	% de Potasa recobrado	Pureza del producto % del K_2O
II	Aceite de ciclo pesado Bunker	96,84	59,93
III	PD pesado Collier	95,74	60,23
IV	A 500 Collier	96,86	60,13
V	Panasol AN 7 Amoco	96,36	60,17
VI	Provalent 4A	96,32	61,26
Control A	Ninguno	72,38	61,71

15. (1) En el ejemplo VI la fracción de -20 mallas se trató con 0,02% en peso de almidón y 0,0065% en peso de la mezcla de amina.



NOTAS.

5. El Aceite de Ciclo Pesado Bunker es un producto de la Collier Carbón & Chemical Corporation que representa una fracción del orden de 232°C a 393°C. y que se describe como principalmente policíclico aromático de sistemas de anillos condensados, pero que contiene 13,4% de alquilnaftalenos.
10. El PD Pesado Collier es un producto de la Collier Carbón and Chemical Corporation que representa una fracción del orden de 199°C a 232°C y se describe principalmente como policíclico aromático de anillos condensados, pero que contiene 25% de alquilnaftalenos. El aceite, que se obtiene del fraccionamiento, tiene una temperatura de fluidez libre a 10°C.
15. El A500 Collier es un producto de la Collier Carbón and Chemical Corporation que se describe como un producto pesado de final reformado y consta principalmente de anillos condensados aromáticos, que contienen un 62% de compuestos tricíclicos y tetracíclicos y 14% de alquilnaftalenos. Representa una fracción del orden de 297°C a 404°C y una viscosidad SSU de 63 a 38°C.
20. El Panasol AN7 es un aceite de combustible residual aromático, producto de la Amoco Chemical Company que representa una fracción del orden de 242°C a 378°C., una viscosidad SSU de 70 a 38°C y una temperatura de fluidez de -34°C. Se cataloga como un producto, que consiste en una mezcla de compuestos tricíclicos y tetracíclicos de manera predominante.
25. El Provalent 4A es un producto de la Mobil Oil
- 30.



Company catalogado como un aceite aromático pesado que representa una fracción del orden de 214°C a 390°C, viscosidad SSU de 45 a 38°C y una temperatura de fluidez de -12°C, contiene un 40% de compuestos policíclicos que tienen como mínimo tres anillos en la molécula, 7% de alquilbencenos y 34% de alquilnaftalenos y alquilindanos.

EJEMPLOS VII-IX

Se siguió el procedimiento del Ejemplo I con la excepción de que se trató la fracción de -20 mallas con una combinación del Aceite de Ciclo Ligero y un alquilnaftaleno o indano, así como la mezcla de amina, y se trató la fracción de -20 mallas con 0,0065% en peso de la mezcla de amina así como también con el almidón. Se obtuvieron los siguientes resultados:

	Cantidad de Aceite de Ciclo Ligero (% en peso)	Reactivo auxiliar	Cantidad (% en peso)	Pureza % K ₂ O	Producto recobrado % K ₂ O
VII	0,012	Metil-naftalenos mezclados (t.e. 240,5°C a 244°C.)	0,012	60,49	93,42
VIII	0,0062	Indano	0,019	60,86	92,36
IX	0,012	Panasol AN 2	0,012	60,32	93,93

NOTA

El Panasol AN 2 es un producto de Amoco Chemical



5. Company que tiene una temperatura de ebullición del orden de 188°C a 288°C y que contiene 45% de alquilnaftalenos, 20% de alquilindanos y alquiltetralinos y 28% de polialquilbencenos. Viscosidad SSU de 37 a 38°C.

EJEMPLOS X-XII

10. Se siguió el procedimiento del ejemplo I con la excepción de que se trató la fracción de +20 mallas con un 0,1% en peso de la mezcla de amina y una combinación del Aceite de Ciclo Ligero y, como un reactivo adicional, fracciones de petróleo que contenían principalmente mezclas de alquilindanos y alquilnaftalenos. Se trató la fracción de -20 mallas con un 0,0025% en peso de almidón y un 0,005% en peso de la mezcla de amina. Se obtuvieron los siguientes resultados:

	Cantidad de Aceite de Ciclo Ligero (% en peso)	Reactivo adicional	Cantidad (% en peso)	Pureza % K ₂ O	Producto recuperado % K ₂ O
X	0,011	Panasol AN 5	0,011	60,93	97,2
XI	0,011	Collier A 4000	0,011	60,96	97,3

NOTA

20. El Panasol AN 5 es un producto de la Amoco Chemical Company, que tiene una temperatura de ebullición del orden de 204°C a 309°C, viscosidad de SSU a 38°C., y que contiene 79% de alquilnaftalenos y



5% alquilindanos y alquiltetralinos.

El Collier A 4000 es un producto de la Collier Carbon and Chemical Corporation catalogado como una corriente rechazada de la hidrodealquilación de alquilnaftalenos. Tiene una temperatura de ebullición del orden de 204°C a 227°C, una viscosidad de 30 SSU a 54°C, y contiene 45% de alquilindanos y alquiltetralinos, 45% de alquilbencenos y 5% de naftaleno.

Flotación de mineral fino a temperatura baja.

Ejemplo	Temperatura salmuera °C	Valor Yódico	Aceite	Desechos		Concentrado % K ₂ O recuperado
				Grado % K ₂ O	Distribución % K ₂ O	
XII	8,0	10-15	Si	0,52	1,5	98,5
Control B	8,5	10-15	No	4,25	11,5	88,5
Control C	25,5	10-15	No	0,61	1,7	98,3

10. Se pueden obtener resultados igualmente eficaces cuando se trabaja mineral de potasa Canadiense que tiene un tamaño particular menor de 20 mallas; como se indica a continuación:

Ejemplo	Temperatura salmuera °C	Valor Yódico	Aceite	Desechos		Concentrado % K ₂ O recuperado
				Grado % K ₂ O	Distribución % K ₂ O	
XIII	8	10-15	Si	0,43	1,1	98,9
Control D	7	10-15	No	2,81	7,3	92,7
Control E	22	10-15	No	0,33	0,8	99,2



5. Se ha demostrado así que la potasa de tamaño particular menor de 20 mallas flota con éxito a temperatura baja (aproximadamente 8°C) con una alquilamina, hasta considerada como conveniente a 25-35°C (índice de yodo 10-15), si se usa un aceite como un reactivo auxiliar a temperaturas más bajas. Como no es necesario cambiar el índice de yodo del aditivo de amina, se puede ver con facilidad que el presente invento constituye un descubrimiento inesperado y satisfactorio.

10. Se ha demostrado anteriormente que se puede hacer flotar la potasa que tiene un tamaño particular menor de 20 mallas, con éxito a una temperatura relativamente baja de aproximadamente 8°C con una alquilamina, generalmente adecuada para 25-35°C., es decir con índice de yodo de 10-15, cuando se emplea aceite como un reactivo auxiliar a temperatura menor. En otras palabras, no es necesario sustituir una alquilamina que tiene un índice de yodo superior por una alquilamina que tenga un índice de yodo inferior. Mientras que una amina de saturación relativamente alta puede tener su grado de utilidad extendido hacia abajo a una temperatura inferior por la adición del aceite aromático, lo contrario no resulta cierto. Por ejemplo, una amina de saturación relativamente baja con un valor iónico de 48, que podría resultar eficaz a una temperatura relativamente baja, no consigue recobrar su eficacia por la inclusión de un aceite aromático cuando se lleva a cabo la flotación por espuma a 35°C.

20. La razón de este comportamiento es incierta. Se supone que las aminas relativamente insaturadas, a tem

25.

30.



peraturas más elevadas, no sólo pierden parte de su poder de recuperación para la potasa, sino que también crean un exceso de espuma en las células de flotación, y por lo tanto, la amina no se absorbe en las superficies de la potasa, sino que permanece en la solución. Luego esto significa que la amina relativamente insaturada tiene solubilidad relativamente alta a temperaturas más altas, un fallo que no se puede corregir por la adición de aceite.

5. Por otro lado, las aminas de saturación relativamente superior a temperaturas más bajas forman una nata blanca en la espuma, indicando esto que la solubilidad es en extremo baja. En tales circunstancias no puede absorberse la amina en las superficies de la potasa y pierde su poder de recuperación. Sin embargo, el aceite utilizado en el presente invento disuelve la amina, la dispersa en la salmuera y la pone en contacto con las superficies de potasa. Así se restaura el poder de recuperación. La amina no se puede retirar de las superficies de la potasa debido a su baja solubilidad.

10. En la exposición anterior se indicó un interés especial con relación a la fracción fina de tamaño particular menor de 20 mallas. En la práctica real se hacen flotar juntas la fracción gruesa, es decir la que tiene un tamaño particular de 8 a 20 mallas, y la fracción fina, es decir la que tiene un tamaño particular menor de 20 mallas, incluso aún cuando se pueden reactivar por separado.

15. A pesar de que se sabe que se aumenta el índice



5. de yodo de la amina a medida que se van empleando temperaturas más bajas para la flotación por espuma, va contra la regla anterior el reemplazar una amina de índice de yodo alto a temperaturas más bajas por una amina de índice de yodo bajo y retener todavía su eficacia en la flotación por espuma.

10. Debido a la necesidad general de emplear aceite como un reactivo auxiliar en la flotación de fracción gruesa, no es posible realizar pruebas comparativas con la fracción gruesa de la manera como se llevaron a cabo anteriormente en relación con la fracción que tiene un tamaño de partículas menor de 20 mallas. Sin embargo se puede demostrar el hecho de que una amina con saturación relativamente alta resulte un reactivo recuperador eficiente para el mineral de potasa a temperaturas relativamente bajas en presencia de un aceite aromático y, resulta inesperado ya se trate de mineral de potasa fino o grueso.

20. A continuación se exponen los resultados obtenidos con una potasa gruesa (tamaño particular de 8 a 20 mallas) que se hizo flotar a temperaturas de salmuera relativamente baja y relativamente altas utilizando una amina de saturación relativamente alta en cada ejemplo:



Ejemplo	Temperatura salmuera °C	Número Yódico	Aceite	Desechos Grado % K ₂ O
Mineral de potasa de Carlsbad (24% K ₂ O)				
XIV	25,5	10-15	Si	0,58
XV	8,0	10-15	Si	0,70
Mineral canadiense (24% K ₂ O)				
XVI	22,0	10-15	Si	0,79
XVII	8,0	10-15	Si	1,04

Mientras que se puede observar un aumento progresivo en los desechos, los resultados totales resultan relativamente buenos y, como ya se dijo, inesperados.

5. El orden de temperatura eficaz para las etapas de la flotación por espuma se halla entre los 8°C y los 20°C. Esta clase de temperatura menor será de manera particular útil para el manejo del mineral de potasa donde prevalecen las condiciones de tiempo más frías en oposición con los climas relativamente más altos en la zona de Nuevo México donde se extrae el mineral de Carlsbad.

10. Pueden variar de manera considerable las cantidades de reactivos utilizadas al realizar el concepto de este invento. Las cantidades que se prefie-
- 15.



ren se exponen a continuación:

	Amina % en peso de mineral	Aceite aromáti- co % en peso de mineral
Fino (tamaño par- ticular menor de 20 mallas)	0,0025 - 0,0025	0,0025 - 0,05
Grueso (tamaño particular de 8 a 20 mallas)	0,012 - 0,05	0,0025 - 0,01

Las medidas de malla que se citan en la ante-
rior descripción y en las reivindicaciones siguientes
se refieren a la malla Tyler.

NOTA

5.

Descrita suficientemente la naturaleza del in-
vento, así como la manera de realizarlo en la prácti-
ca, debe hacerse constar que las disposiciones ante-
riormente indicadas, son susceptibles de modificacio-
nes de detalle en cuanto no alteren su principio fun-
damental. También se hace constar que el invento co-
rresponde a una Solicitud de Patente presentada en
Norteamérica, con fecha 9 de septiembre de 1965, No.
486.217; acogiéndose por lo tanto a los beneficios
que conceden los Convenios Internacionales en vigor,
siendo lo que constituye la esencia del referido in-
vento y por lo que se solicita Patente de Invención
por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA
FLOTACION DE MINERALES"; caracterizándose por lo si-
guiente:

10.

15.

20.



5. 1ª.- "Procedimiento para la flotación de minerales", caracterizado porque comprende moler dicho mineral, hacer pulpa el mineral molido, acondicionar la pulpa del mineral con un reactivo de flotación que comprende un reactivo de recuperación de amina alifática de cadena larga, y someter dicha pulpa del mineral a la flotación por espuma, con un aceite aromático como reactivo auxiliar de flotación.
10. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el mineral es un mineral de potasa.
15. 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2 caracterizado porque el aceite aromático es un reactivo policíclico que tiene como mínimo tres anillos en la molécula.
20. 4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 ó 3 caracterizado porque el recuperador de aminoalifática es un amina alifática primaria que contiene grupos hidrocarburos de cadena lineal larga o una sal de adición ácida soluble en el agua.
25. 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la flotación se efectúa a una temperatura menor de 20°C y porque el recuperador de amina alifática tiene un índice medio de yodo que en ausencia del aceite podría producir resultados óptimos a una temperatura superior a los 20°C.
30. 6ª.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la flotación por espuma se efectúa a una temperatura entre 8° y 20°C.
- 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 6



caracterizado porque el recuperador de amina alifática tiene un índice de yodo medio de 10 a 15.

5. 8ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 5, 6 ó 7, caracterizado porque se muele el mineral a un tamaño de partículas fino, como mínimo de 8 mallas y luego se hace la pulpa, y se añaden el reactivo acondicionador de amina y el aceite aromático a una fracción más fina del mineral en pulpa que tiene un tamaño de partículas menor de 20 mallas.

10. 9ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque se muele el mineral a un tamaño de partículas de 8 mallas y se separa en una fracción gruesa y en una fracción fina, se añade el reactivo acondicionador de amina a ambas fracciones, se añade el aceite aromático a la fracción más gruesa y se vuelven a combinar las dos fracciones antes de la flotación por espuma.

20. 10ª.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque la fracción más gruesa tiene un tamaño de partículas mayor de 20 mallas.

11ª.- "Procedimiento para la flotación de minerales", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

25. Esta Memoria consta de 18 hojas escritas a máquina por una sola cara.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. p. Firmado: F. Hernández Ruiz
Madrid

UNITED STATES BORAX AND CHEMICAL CORPORATION