



324 77.03

34 77 03

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

a favor de:

FAREWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, vormals Meister Lucius & Brüning,
de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt (Main) (República Federa-
ral Alemana), por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA FLOTACION DE SILVINA A PARTIR DE SALES PO-
TASICAS BRUTAS".

Memoria descriptiva

Por la patente francesa Nº 1.429.888 y la alemana Nº 1.043.233 se
sabe que las mono-aminas primarias lineales con una longitud de cadena
de 8 a 22 átomos de carbono son apropiadas como agentes de flotación
para el beneficio por flotación espumosa de sales potásicas brutas.

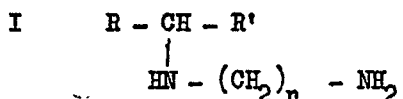
5 Por el contrario, las diaminas lineales de la fórmula general $R - NH -$
 $(CH_2)_n - NH_2$ siendo R un resto alcohilo de 8 a 22 átomos de carbono y



$n = 2$ a 4 , no muestran acción colectora para la silvina o silvinita.

En contraste con esto se ha descubierto ahora, de manera sorprendente, que las diaminas de la fórmula general

10



en la que R y R' significan restos alcohilo saturados o insaturados, de cadena recta o ramificada que, en conjunto, contienen de 7 a 22 átomos de carbono y en la que $n = 2$ a 4 poseen una sobresaliente acción colectora para la silvina - en especial en lejías portadoras con elevado contenido en magnesio. De preferencia, como colectores, entran en consideración aquellas diaminas de la fórmula I en las cuales los restos R o R' significan un grupo metilo o etilo.

15

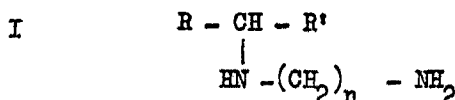
La acción de las diaminas de acuerdo con el invento como colectores en la flotación de sales potásicas brutas, superior a la de las mono-aminas empleadas hasta ahora, es especialísimamente señalada en lejías portadoras que contienen más de 3% en peso de iones de magnesio. Tales lejías portadoras aparecen en la separación por flotación de silvina desde carnalita descompuesta ya que ésta, por lo común, es flotada desde la lejía de descomposición.

20

25

El objeto del invento lo constituye un procedimiento para la flotación de silvina a partir de sales potásicas brutas, en especial a partir de lejías portadoras que contienen magnesio, que se caracteriza porque, como colector, se emplean diaminas de la fórmula

30





35 en la que n representa valores de 2 a 4 y R así como R' significan res-
tos alcohilo saturados o no, de cadena recta o ramificada que, en con-
junto, contienen de 7 a 22 átomos de carbono, así como mezclas de las
mismas.

40 Las diaminas empleadas de acuerdo con el invento como colectores
en la flotación de silvina pueden prepararse de acuerdo con procedimien-
tos conocidos. A partir de las correspondientes mono-aminas pueden obte-
nerse, por ejemplo, por adición de acrilonitrilo con hidrogenación sub-
siguiente o también por reacción de etilen-, propilen-, o butilen-imi-
nas. Las mono-aminas empleadas como sustancias de partida son accesibles
de manera conocida a través de la reacción de alfa-olefinas con ácido
cianhídrico según la reacción de Ritter (Patente alemana Nº 870.856 y
45 J. Am. Oil Chemist's Soc. 41, 78 - 81 (1964) y, además, por la hidro-
genación de nitroparafinas, por hidrogenación de cetonas asimétricas
en presencia de amoniaco y por la reacción de cloroalcanos con amoniaco.
El grupo amino secundario de las diaminas de acuerdo con el invento,
de acuerdo con el procedimiento de preparación elegido, puede estar
unido a un átomo de carbono determinado de la cadena alcohólica o tam-
50 bién puede estar estadísticamente distribuido por toda la cadena. Los
productos de acuerdo con el invento pueden estar presentes como indivi-
duos de cadena pura o como mezclas de cadenas.

55 Las diaminas según el invento, en contraposición a los agentes em-
pleados hasta ahora, son líquidos y, por consiguiente, presentan muchas
ventajas en su manejo. Pueden emplearse en su forma libre o en la de sus
sales. Para la neutralización, que puede realizarse tanto estequiomé-
tricamente como también en cantidad en exceso o en defecto, son apropia



dos en especial el ácido clorhídrico y el ácido acético. El grado óptimo de neutralización se ajusta en cada caso de acuerdo con la clase de la sal bruta.

60 Las cantidades de diamina a emplear en la flotación de acuerdo con el invento dependen tanto de los minerales concomitantes de la sal bruta como también del contenido en silvina. En general, se hallan en la zona de 20 a 200 g por tonelada de sal bruta.

65 La flotación de la silvina a partir de sales potásicas brutas, empleando las diaminas de acuerdo con el invento como colectores, puede realizarse de acuerdo con los métodos ya conocidos, por ejemplo, como se describen en la monografía "Potash and Potassium Fertilizers" de Robert Noyes, Noyes Development Corporation, Park Ridge, Nueva Jersey, Estados Unidos (1966) páginas 80 a 82 y 84 a 88. En la flotación, para favorecer el efecto de flotación así como, eventualmente para la modificación de la espuma, se emplean conjuntamente de manera conocida los denominados es-
70 pumadores. Como tales espumadores se conocen, por ejemplo, cresoles y xilenoles (ácidos cresílicos) así como alcoholes alifáticos y alicíclicos primarios o secundarios con unos 4 a 10 átomos de carbono, como pentanoles, hexanoles y, en especial, metilisobutilcarbinol (MIBC) así, como además,
75 polialcoholenglicoles con pesos moleculares de hasta 600 aproximadamente. Bajo la expresión "polialcoholenglicoles" han de entenderse aquí también compuestos de adición de óxidos de alcoholeno sobre alcoholes alifáticos, así como polímeros de bloque, por ejemplo, polipropilenglicol, al que haya sido adicionado óxido de etileno.

80 En la flotación pueden asimismo emplearse conjuntamente los denominados depresores, gracias a los cuales se impide la acumulación de componentes fangosos en el concentrado de la flotación. Tales depresores conocidos



85 se describen, por ejemplo, en la citada monografía de Robert Noyes en la página 102. Se trata en estos depresores sustancialmente de materias del tipo de coloides, como el éter de celulosa, los almidones, la harina de guar, la cola, las poliacrilamidas y similares.

90 En la flotación según el procedimiento del presente invento pueden añadirse de manera conocida todavía otros materiales auxiliares para la flotación, por ejemplo, aceites hidrocarbureados (aceite para calderas, gasóleo, cerosina) u otros auxiliares usuales.

95 La acción ventajosa de las diaminas empleadas de acuerdo con el invento en la flotación de sales potásicas brutas aparece no sólo cuando se emplean como colectores las mencionadas diaminas o mezclas de estas diaminas solas, sino que también pueden observarse las ventajas de estos efectos cuando las diaminas se emplean junto con las monoaminas ya conocidas como colectores. Al emplear tales mezclas de diaminas y monoaminas, la proporción de las diaminas en la mezcla debe ascender por lo menos a 30% en peso.

100 En los siguientes ejemplos de realización, las indicaciones de porcentaje se refieren siempre a porcentajes en peso.

Ejemplo 1

105 Muestras de una suspensión de 100 g de silvina y 0,5 litros de lejía portadora se acondicionan en cada caso durante 3 minutos con las aminas, en forma de los clorhidratos, indicadas en la siguiente Tabla 1, y a continuación se flotan en una celda de flotación de laboratorio (de fabricación Wedag). La composición de la lejía portadora con una densidad de 1,294, es como sigue:



	Mg:	97,8 g/l
	K :	2,8 g/l
110	Na:	3,7 g/l
	Cl:	305,6 g/l
	SO ₄ :	0,6 g/l

La adición de los colectores de amina se realiza en cantidades de 50, 75 y 100 g de amina por tonelada de silvina en forma de soluciones acuosas al 2%.

115



T A B L A 1

Colector	R	Preparación del colector en %	Extracción en % al añadir g de colector por tonelada de silvina		
			100	75	50
120					
Estearilamina RNH ₂	C ₁₀ /C ₁₈	100	30	15	10
Amina de sebo RNH ₂	C ₁₄ /C ₁₈	100	68	60	40
Diamina R - $\begin{array}{c} \text{CH} - \text{CH}_3 \\ \\ \text{NH} - (\text{CH}_2)_3\text{NH}_2 \end{array}$	C ₁₄	100	95	86	70
125					
Diamina R - $\begin{array}{c} \text{CH} - \text{CH}_3 \\ \\ \text{NH} - (\text{CH}_2)_4\text{NH}_2 \end{array}$	C ₁₅	100	98	90	78
Diamina R - $\begin{array}{c} \text{CH} - \text{CH}_2\text{CH}_3 \\ \\ \text{NH} - (\text{CH}_2)_3\text{NH}_2 \end{array}$	C ₁₆	100	98	93	76
130					
Estearilamina RNH ₂	C ₁₀ /C ₁₈	60	90	85	75
Diamina R - $\begin{array}{c} \text{CH} - \text{CH}_3 \\ \\ \text{NH} - (\text{CH}_2)_3\text{NH}_2 \end{array}$	C ₁₈	40			
Estearilamina RNH ₂	C ₁₀ /C ₁₈	50	96	90	74
Diamina R - $\begin{array}{c} \text{CH} - \text{CH}_3 \\ \\ \text{NH} - (\text{CH}_2)_3\text{NH}_2 \end{array}$	C ₁₅ /C ₂₀	50			
135					
Estearilamina RNH ₂	C ₁₀ /C ₁₈	30	94	87	70
Diamina R - $\begin{array}{c} \text{CH} - \text{CH}_3 \\ \\ \text{NH} - (\text{CH}_2)_3\text{NH}_2 \end{array}$	C ₁₅	70			
Diamina R - $\begin{array}{c} \text{CH} - \text{CH}_3 \\ \\ \text{NH} - (\text{CH}_2)_2\text{NH}_2 \end{array}$	C ₁₆ /C ₁₈	100	91	78	65



140

Ejemplo 2

Muestras de una sal bruta de la composición media

	KCl	:	28%
	NaCl	:	60%
	MgCl ₂	:	7%
145.	MgSO ₄	:	2%
	Insoluble:		3%

se tratan en cada caso cuatro veces con lejía portadora para eliminar los fangos.

150

Las muestras de la sal bruta previamente tratadas de este modo se flotan a continuación como se ha indicado en el ejemplo 1, con adición de aminas y diaminas.

La composición de la lejía portadora es:

	Mg	:	82,8 g/l
	K	:	16,6 g/l
155	Na	:	13,3 g/l
	Cl	:	250,2 g/l
	SO ₄	:	4,0 g/l

160

La dición de las aminas se hace en cantidades de 100 g por tonelada de silvina en cada caso. Además, se añaden 60 g/t de aceite de pino y 10 g/t de almidón. Los colectores empleados y los resultados de la flotación se indican en la Tabla 2.



T A B L A 2

165	Colector	R	Concentrado de flotación		Extracción de K ₂ O %	Residuos de la flotación	
			peso %	contenido en K ₂ O %		Peso %	Contenido en K ₂ O %
	Estearilamina R-NH ₂	C ₁₆ /C ₁₈	10	45	25,4	90	14,7
	Oleilamina R-NH ₂	C ₁₈	3	40	7,7	97	17,0
170	Amina de sebo R-NH ₂	C ₁₄ -C ₁₈	12	48	32,5	88	13,5
	Diamina R - $\begin{matrix} \text{CH}_2 - \text{CH}_3 \\ \\ \text{HN} - (\text{CH}_2)_3\text{NH}_2 \end{matrix}$	C ₁₅	24	57	72,2	76	5,3
	Diamina R - $\begin{matrix} \text{CH}_2 - \text{CH}_3 \\ \\ \text{HN} - (\text{CH}_2)_3\text{NH}_2 \end{matrix}$	C ₁₇	26	58	85,2	74	3,6
175	Diamina R - $\begin{matrix} \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{CH}_3 \\ \\ \text{HN} - (\text{CH}_2)_3\text{NH}_2 \end{matrix}$	C ₁₁ -C ₁₅	23	54	70,3	77	6,7

Las aminas grasas empleadas en la comparación tienen la siguiente distribución de cadena:

180		C ₁₄	C ₁₆	C ₁₈ *	C ₁₈ **
	Estearilamina	4	30	63	3
	Oleilamina	-	-	10	90
	Amina de sebo	6	25	24	45

* Estearil

**Oleil

27 DIC 1968

185 De las tablas 1 y 2 resulta inequívocamente el efecto superior de los colectores de acuerdo con el invento. Por combinación de aminas grasas con las diaminas reivindicadas puede mejorarse mucho la actividad de las aminas grasas. Es sorprendente la buena extracción de cloruro potásico con notable selectividad simultánea, lo que repercute en el elevado contenido en K_2O de los concentrados de la flotación.

190

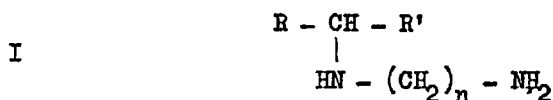
Esta solicitud que corresponde a la depositada en Alemania el día 24 de diciembre de 1966 con el número F 51 078 VIa/1c, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.

195

REIVINDICACIONES

1). Procedimiento para la flotación de silvina a partir de sales potásicas brutas, caracterizado porque como colectores se emplean diaminas de la fórmula

200



en la que n tiene valores de 2 a 4 y R así como R' representan restos alcohílicos saturados o no, de cadena recta o ramificada, que contienen conjuntamente unos 7 a 22 átomos de carbono.

205

2). Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado porque como colectores se emplean mezclas de las diaminas de la fórmula I junto con alcohilaminas primarias conocidas, ascendiendo al menos a 30% en peso la proporción de las diaminas.

3). Procedimiento según las reivindicaciones 1) y 2), caracterizado porque como colectores se emplean mezclas de diaminas de la fórmula I.



- 210 4). Procedimiento según las reivindicaciones 1) y 2) caracterizado por-
que para aumentar la selectividad de la flotación se añaden productos
conocidos, como espumadores y depresores.
- 5). "PROCEDIMIENTO PARA LA FLOTACION DE SILVINA A PARTIR DE SALES POTAS-
SICAS BRUTAS".

215. Esta Memoria consta de once hojas foliadas y mecanografiadas por
un solo lado de sus caras.

Madrid, 28 de Noviembre de 1967

A handwritten signature in dark ink, appearing to be a stylized name or set of initials, located below the date.