



2 FEB

41

376141

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE C-22
SUBCLASE B

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: THE DOW CHEMICAL COMPANY

RESIDENCIA: 929 East Main Street, MIDLAND, Michigan,

U.S.A.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA CONCENTRAR MINE-

RALES SULFURADOS MEDIANTE FLOTACION EN

PRESENCIA DE UN COLECTOR DE FLOTACION".

Prioridad: Patente estadounidense n.º 796,159 del 3-2-1969

376141

2 FEB



1 La flotación es un proceso para tratar una mez-
cla de sólidos minerales finamente divididos, v. gr., un
mineral pulvurulento suspendido en un líquido, mediante lo
cual una porción de dichos sólidos se separan de otros sólidos
5 minerales finamente divididos, v. gr., arcillas y otros
materiales similares presentes en la mena, introduciendo un
gas (o proporcionando un gas in situ) en el líquido para
producir una masa espumosa que contiene algunos de los sólidos
en la parte superior del líquido, y dejando suspendidos
10 (no espumados) otros componentes sólidos del mineral.
La flotación se basa en el principio de que introduciendo
un gas en un líquido que contiene partículas sólidas de diferentes
materiales, suspendidas en él, se provoca la adherencia de algo
de gas a ciertos sólidos suspendidos y no a
15 otros, y se hace a las partículas que tienen el gas así adherido
a ellas, más ligeras que el líquido. Consecuentemente,
se elevan a la parte superior del líquido para formar una
espuma.

Varios agentes de flotación han sido mezclados con
20 la suspensión para mejorar el proceso de formación de espuma.
Dichos agentes añadidos se clasifican de acuerdo con la función
que van a desempeñar; colectores, v. gr., compuestos de cadena
larga de carbono, tales como colectores para minerales de sulfuro,
incluyendo xantatos, tionocarbamatos y similares^x espumadores
que imparten la propiedad de formar una espuma estable, v. gr.,
aceites naturales tales como aceite de pino y aceite de eucalipto;
modificadores, tales como activadores para inducir la flotación
en presencia de un colector, v. gr. sulfato de cobre; depresores,
25 v. gr., cianuro de sodio, que tienden a evitar que un colec-

30



376141

1
5
10
15
20
25
30

tor funcione como tal sobre un mineral que se desea retener en el líquido, y de tal manera, impiden que una sustancia sea llevada hacia arriba y forme una parte de la espuma; reguladores de pH para producir resultados metalúrgicos óptimos, v. gr., cal, carbonato de sodio anhidro y similares.

Es de importancia tener en cuenta que los aditivos del tipo anterior se seleccionan para usarse de acuerdo con la naturaleza de la mena, del producto mineral que se pretende recuperar, y de los demás aditamentos que se van a usar en combinación con ellos.

No es esencial para la práctica de la presente invención una comprensión de los fenómenos que hacen de la flotación una operación industrial particularmente valiosa. Sin embargo, parecen estar asociados en gran parte con la afinidad selectiva de la superficie de los sólidos en partículas suspendidos en un líquido que contiene gas atrapado, para el líquido por una parte, y para el gas por la otra.

El principio de la flotación se aplica en una cantidad de procesos de separación de minerales, entre los cuales está la separación selectiva de minerales tales como mineralés de sulfuro de cobre, minerales de sulfuro de zinc, minerales de sulfuro de molibdeno y otros, a partir de minerales de sulfuro de hierro. La presente invención se refiere a una nueva clase de compuestos. Estos compuestos pueden emplearse como agentes de recolección en un proceso de flotación. Con algunos de estos compuestos, se obtienen mejores recuperaciones y con otros, se obtiene una mejor selectividad. Algunos de estos compuestos producen mejoras en ambos aspectos.



376141

1 dos en la cadena de carbono y de preferencia se seleccionan
del grupo integrado por -O-, -S- y $\begin{matrix} -N- \\ | \\ X \end{matrix}$ en donde X es un
grupo hidrocarbonado o heterohidrocarbonado y no H; prefe-
5 rentemente X es un grupo alquilo inferior que contiene has-
ta 5 átomos de carbono; y R₂ representa un grupo hidrocar-
bonado seleccionado entre los grupos alquilo o alqueni-
lo, conteniendo preferentemente hasta 8 átomos de carbono, un
grupo arilalquilo que contiene preferentemente de 1 a 3 áto-
10 mos de carbono en el resto alquilo, y un grupo alicíclico o
cicloalqueni-
lo, que contiene de preferencia de 3 a 8 átomos
de carbono, en donde los grupos hidrocarbonados pueden estar
sustituidos, excepto en la posición alfa, con hasta dos gru-
pos funcionales idénticos o diferentes, preferentemente se-
15 leccionados del grupo que integran los alcoxi, halógeno,
ciano, acetoni-
lo y dialquilo inferior-amino. R, R₁ y R₂ es-
tán caracterizados además porque el número total de átomos
de carbono en dichos grupos oscila preferentemente desde
alrededor de 4 a alrededor de 25.

20 Los nuevos compuestos pueden prepararse mediante
la reacción de un aminoalcohol con un éster xantato y po-
niendo seguidamente en contacto el producto obtenido con un
halogenuro de acilo. Los nuevos compuestos pueden emplearse
para mejorar el proceso de flotación para separar minerales
sulfurados a partir de menas que emplean una cantidad efec-
25 tiva de por lo menos uno de los nuevos compuestos señala-
dos aquí en el proceso de flotación. Los nuevos compuestos
tambien son útiles como fungicidas y herbicidas.

30 Los nuevos compuestos como se definen aquí pue-
den prepararse, por ejemplo, haciendo reaccionar un amino-
alcohol con un éster xantato para preparar un hidroxitiono-

2 FEB 1972

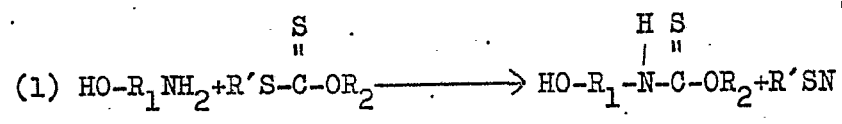


376141

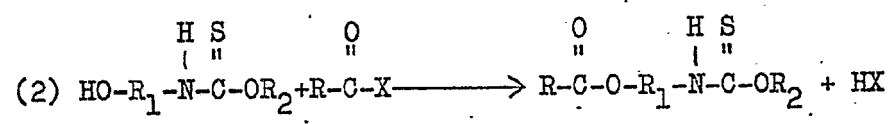
1

uretano y después acilar el resto HO-R₁ con un halogenuro de acilo, anhídrido o cetena. Las reacciones pueden representarse como sigue:

5



10



15

Los nuevos compuestos que se definen aquí tienen una utilidad especial como colectores de flotación y pueden emplearse en procesos normales de flotación para concentrar sulfuro de cobre y otros minerales similares, a partir de minerales sulfuro en presencia de sulfuros de hierro. En un proceso de flotación, se prepara primero una pulpa moliendo en húmedo un mineral que contiene sulfuro hasta un tamaño adecuado con o sin un modificador del pH. Un agente formador de espuma adecuado se añade entonces, v. gr., aceite de pino, ácido crésílico o polialcoxiparafina. Seguidamente se añade una cantidad efectiva de un compuesto colector de flotación del tipo de los definidos aquí, usualmente en una cantidad que oscila entre 4,5 g. y 113 g. por 905 kg. de pulpa, y la pulpa ordinariamente se agita y se airea. Los minerales sulfurados, v. gr., sulfuros de cobre, níquel, zinc, molibdeno y otros minerales sulfurados similares, se recogen como una espuma que se derrama fácilmente o se desnata de la ganga residual y otros materiales no deseados y se recuperan los valores metálicos de ellos.

20

25

Los siguientes ejemplos ilustran la presente invención.

EJEMPLO 1

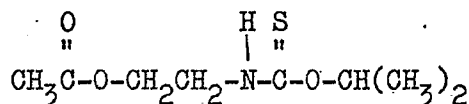
30

Se prepara un nuevo compuesto que corresponde a



376141

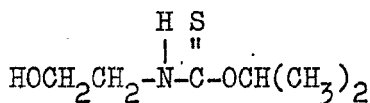
1 la fórmula:



de la siguiente manera:

5 A 30 g. (0,2 mol) de isopropilxantato de metilo se añaden 12,2 g. (0,2 mol) de 2-aminoetanol. La mezcla se calienta y hay un desprendimiento vigoroso de metilmercaptano. Después de una hora de calentar sobre vapor, se elimina el metilmercaptano residual aplicando vacío. La estructura del producto, confirmada por análisis infrarrojo y de resonancia magnética nuclear, corresponde a la fórmula:

10



15 El producto es un líquido viscoso. Una muestra de este producto se destila a vacío dando un punto de ebullición de 120-122°C, a 0,7 mm. de Hg.

Una solución de 16,3 g. del producto preparado arriba, 10,2 g. de anhídrido acético y 8,1 ml. de piridina en 100 ml. de éter dietílico absoluto, se deja reposar durante un día. Se añade más éter y entonces se lava dos veces la mezcla con agua, HCl diluido y finalmente con NaHCO₃ acuoso saturado. Después de secar sobre MgSO₄ y separar el sólido por filtración, se elimina el disolvente calentando a 75°C. bajo una presión reducida de 20 mm. El rendimiento es de 16,9 g. (76,5% de rendimiento) del nuevo compuesto designado arriba. La estructura del nuevo compuesto se identifica mediante análisis infrarrojo. Una muestra del compuesto se destila a presión reducida y se encuentra que

20

25

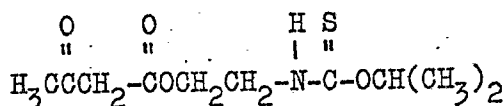
30 tiene un punto de ebullición de 109-112°C., a 0,1 mm. de Hg.

376141¹ FEB. 1970



EJEMPLO 2

Se prepara de la siguiente manera un nuevo compuesto dentro del alcance de la invención definida aquí, y que corresponde a la fórmula:

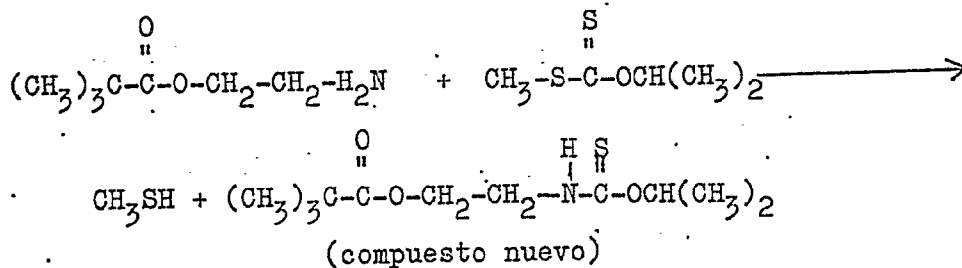


Una solución de 16,3 g. de 2-hidroxi-etiltionocarbamato de isopropilo en 25 ml. de diceteno/acetona al 50%, se deja reposar durante una semana. El aceite obtenido por adición de 100 ml. de agua se recoge en éter. Este extracto se seca sobre MgSO₄. El sólido se separa posteriormente por filtración y el éter se elimina mediante destilación, los últimos vestigios a vacío. La estructura señalada arriba se confirma mediante análisis infrarrojo y de resonancia magnética nuclear. El rendimiento es de 89%. El análisis elemental calculado y real para el producto que corresponde a la fórmula señalada arriba es:

	<u>% de C</u>	<u>% de H</u>	<u>% de N</u>
Calculado	48,6	6,88	5,67
Real	48,5	6,7	5,6

EJEMPLO 3

Se prepara otro nuevo compuesto dentro del alcance de la presente invención, de la siguiente manera. La reacción se describe como:



El compuesto se prepara de la siguiente manera:

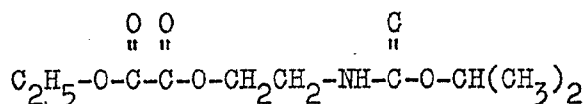


376141

1 A 15 g. (0,1 g. mol) de xantato de metilisopropi-
 lo se añaden 14,5 g. (0,1 g. mol) de pivalato de 2-aminoeti-
 lo y se calienta la mezcla. Cuando cesa el desprendimiento
 de metilmercaptano, se eliminan las últimas trazas a vacío.
 5 En el aceite residual se induce la cristalización y el sólido
 resultante, -el nuevo compuesto-, se encuentra que
 funde a 48-49°C.

EJEMPLO 4

10 Se prepara un nuevo compuesto que corresponde a
 la fórmula:



de la siguiente manera:

15 Una solución de 16,3 g. de 2-hidroxietil-tionocarbamato de isopropilo (0,1 mol) y 7,9 g. de piridina (0,1 mol) en 100 ml. de éter, se enfría y se agita. Se añaden 13,6 g. (0,1 mol) de oxalilcloruro de etilo con enfriamiento y agitación y cuando ésta se completa, la solución se agita durante una hora. La solución eterea se seca con Na₂SO₄,
 20 se filtra y se elimina el éter calentando a vacío. El rendimiento de producto es de 81%. El producto se analiza tanto mediante análisis infrarrojo como de resonancia magnética nuclear. El análisis real y calculado elemental para el compuesto que tiene la fórmula señalada arriba es:

25	<u>% de C</u>	<u>% de H</u>	<u>% de N</u>
Calculado	45,61	6,51	5,32
Real	44,0	6,50	5,80

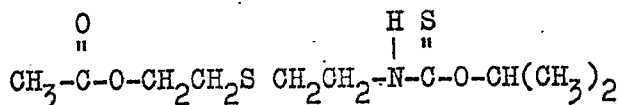
EJEMPLO 5

30 Se prepara un nuevo compuesto dentro del alcance de la presente invención, que corresponde a la fórmula:



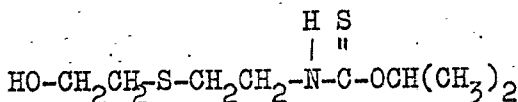
376141

1



Se prepara un material de partida que corresponde a la fórmula:

5



de la siguiente manera: A 18,1 g. de 2-(2-hidroxietyl)tioetilamina se añaden 22,5 g. de isopropilxantato de metilo. Se calienta la mezcla en un baño de agua caliente para expulsar la mayor parte del CH_3SH gaseoso desprendido. A continuación se calienta la mezcla a 65°C . bajo presión reducida de 20 mm° para eliminar las últimas trazas de CH_3SH . El rendimiento es casi cuantitativo. La estructura de este material de partida se confirma mediante análisis infrarrojo y de resonancia magnética nuclear. A 17,9 g. del material de partida así preparado en 35 ml. de éter y 8,9 ml. de piridina, se añaden 9,0 g. de anhídrido acético. Después de 20 horas, se añade éter adicional y una pequeña cantidad de metanol para convertir el anhídrido acético sin reaccionar presente a acetato de metilo. Después se trata la mezcla de reacción con una solución diluida de ácido clorhídrico para eliminar la piridina, y a continuación se lava con NaHCO_3 acuoso para separar los ácidos. La mezcla de producto se seca entonces sobre MgSO_4 , se filtra y el éter restante y el acetato de metilo se eliminan bajo presión reducida de 4 mm. calentando a 70°C . Se obtienen 19,7 g. o alrededor de 93% de rendimiento del producto. La estructura del nuevo compuesto que corresponde a la señalada anteriormente, se confirma mediante análisis infrarrojo y de resonancia magnética nuclear. El análisis elemental da C,

10

15

20

25

30

376141

FEB 2



1

45,2%, H, 6,8% y N, 5,6%. Análisis calculado para un compuesto que corresponde a la estructura anterior:

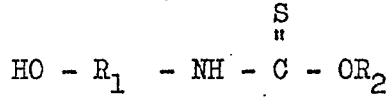
C , 45,3%; H, 7,2%, y N, 5,3%

EJEMPLO 6

5

Se preparan otras especies de compuestos dentro del alcance de la presente invención, de acuerdo con uno de los procedimientos señalados en los ejemplos 1 a 4. Los materiales de partida consisten en un compuesto que corresponde a la fórmula:

10



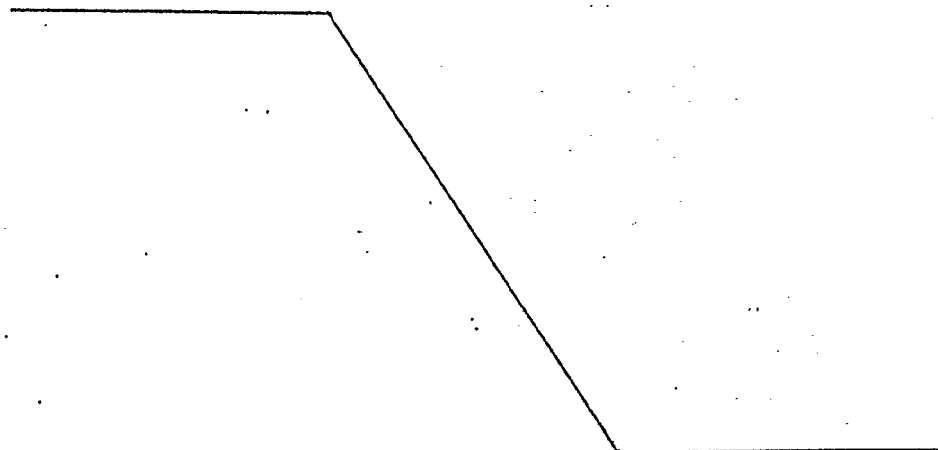
y un agente acilante que proporciona el resto $R-\overset{\overset{O}{\parallel}}{C}$ de los nuevos compuestos. R₁, R₂, el agente acilante, la fórmula empírica del compuesto preparado y el análisis real y calculado para cada compuesto, se señalan en el siguiente cuadro I. El método de preparación se enumera en el método de preparación de la columna respectiva, y el número corresponde a uno de los ejemplos 1 a 4. Todos los compuestos se encuentra que poseen actividad colectora cuando se emplean en la separación por flotación de minerales que contienen sulfuro.

15

20

25

30



2 FEB 1941
 10
 - 12 -

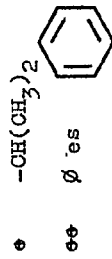
376141

376141

CUADRO I

A N A L I S I S

Compuesto empírico	Método de prepara- ción	R ₁	R ₂	Agente actante	Calculado			Real		
					% C	% H	% N	% C	% H	% N
C ₈ H ₁₅ NO ₃ S	1	-CH ₂ CH ₂ - CH ₃	-iPr ^o	(CH ₃ -C-) ₂ O O	46,81	7,37	6,82	46,4	7,3	6,8
C ₁₄ H ₁₉ NO ₃ S	1	-CH-CH ₂ - C ₂ H ₅	-iPr	o ^o (O-C-) ₂ O O	59,76	6,80	4,98	59,5	6,9	5,4
C ₉ H ₁₇ NO ₃ S	1	-CH ₂ -CH- C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	(CH ₃ -C-) ₂ O O	49,29	7,82	6,39	49,4	8,2	4,9
C ₉ H ₁₇ NO ₃ S	1	-CH-CH ₂ - CH ₃	-iPr	(CH ₃ -C-) ₂ O O	49,29	7,82	6,39	48,6	8,0	6,5
C ₁₂ H ₂₃ NO ₄ S	1	-C ₂ H ₄ OC ₂ H ₄ -	-iPr	((CH ₃) ₂ CHO-) ₂ O	55,14	8,87	5,36	51,4	9,8	5,3
C ₉ H ₁₇ NO ₄ S	4	-C ₂ H ₄ - CH ₃	-iPr	C ₂ H ₅ O-C-Cl O	45,94	7,28	5,95	45,7	7,3	6,4
C ₉ H ₁₇ NO ₃ S	1	-CHCH ₂ - CH ₃	-iPr	(CH ₃ -C-) ₂ O O	49,29	7,82	6,39	48,6	8,0	6,5
C ₁₀ H ₁₉ NO ₄ S	4	-CHCH ₂ - CH ₃	-iPr	C ₂ H ₅ O-C-Cl O	48,17	7,68	5,62	47,3	7,9	6,9
C ₁₃ H ₁₇ NO ₃ S	4	-C ₂ H ₄ -	-iPr	o ^o C-Cl	58,40	6,41	5,24	58,6	6,4	7,1
C ₁₁ H ₂₁ NO ₃ S	1	-C ₆ H ₁₂ -	-C ₂ H ₅	(CH ₃ -C-) ₂ O O	53,41	8,56	5,66	53,2	8,6	6,2
C ₁₃ H ₁₇ NO ₄ S	4	-C ₂ H ₄ -	-iPr	o ^o C-Cl	55,10	6,05	4,94	56,7	8,9	5,2



2 FEB. 19



70
- 12 -

376141

CUADRO I

1

5

10

15

20

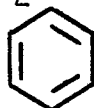
25

30

Compuesto	Fórmula empírica	Método de preparación	R ₁	R ₂	Agente acilante
	C ₈ H ₁₅ NO ₃ S	1	-CH ₂ CH ₂ -	-iPr [⊙]	(CH ₃ -C(=O)-) ₂
	C ₁₄ H ₁₉ NO ₃ S	1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}_2- \end{array}$	-iPr	^{⊙⊙} (\emptyset C-) ₂
	C ₉ H ₁₇ NO ₃ S	1	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}- \end{array}$	-C ₂ H ₅	(CH ₃ -C(=O)-) ₂
	C ₉ H ₁₇ NO ₃ S	1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}_2- \end{array}$	-iPr	(CH ₃ -C(=O)-) ₂
	C ₁₂ H ₂₃ NO ₄ S	1	-C ₂ H ₄ OC ₂ H ₄ -	-iPr	((CH ₃) ₂ C(=O)-) ₂
	C ₉ H ₁₇ NO ₄ S	4	-C ₂ H ₄ -	-iPr	C ₂ H ₅ O-C(=O)-
	C ₉ H ₁₇ NO ₃ S	1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CHCH}_2- \end{array}$	-iPr	(CH ₃ -C(=O)-) ₂
	C ₁₀ H ₁₉ NO ₄ S	4	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CHCH}_2- \end{array}$	-iPr	C ₂ H ₅ O-C(=O)-
	C ₁₃ H ₁₇ NO ₃ S	4	-C ₂ H ₄ -	-iPr	\emptyset C-Cl
	C ₁₁ H ₂₁ NO ₃ S	1	-C ₆ H ₁₂ -	-C ₂ H ₅	(CH ₃ -C(=O)-) ₂
	C ₁₃ H ₁₇ NO ₄ S	4	-C ₂ H ₄ -	-iPr	\emptyset -O-C(=O)-Cl

⊙ -CH(CH₃)₂

⊙⊙ \emptyset es





376141

41

CUADRO I

			ANALISIS					
R ₁	R ₂	Agente acilante	Calculado			Real		
			% C	% H	% N	% C	% H	% N
-CH ₂ CH ₂ -	-iPr ^o	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3-\text{C}-)_2\text{O} \end{array}$	46,81	7,37	6,82	46,4	7,3	6,8
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}_2- \end{array}$	-iPr	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O}(\text{C}-)_2\text{O} \end{array}$	59,76	6,80	4,98	59,5	6,9	5,4
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}- \end{array}$	-C ₂ H ₅	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3-\text{C}-)_2\text{O} \end{array}$	49,29	7,82	6,39	49,4	8,2	4,9
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}_2- \end{array}$	-iPr	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3-\text{C}-)_2\text{O} \end{array}$	49,29	7,82	6,39	48,6	8,0	6,5
-C ₂ H ₄ OC ₂ H ₄ -	-iPr	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ ((\text{CH}_3)_2\text{CHC}-)_2\text{O} \end{array}$	55,14	8,87	5,36	51,4	9,8	5,3
-C ₂ H ₄ -	-iPr	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O}-\text{C}-\text{Cl} \end{array}$	45,94	7,28	5,95	45,7	7,3	6,4
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CHCH}_2- \end{array}$	-iPr	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3-\text{C}-)_2\text{O} \end{array}$	49,29	7,82	6,39	48,6	8,0	6,5
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CHCH}_2- \end{array}$	-iPr	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{OC}-\text{Cl} \end{array}$	48,17	7,68	5,62	47,3	7,9	6,9
-C ₂ H ₄ -	-iPr	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{C}-\text{Cl} \end{array}$	58,40	6,41	5,24	58,6	6,4	7,1
-C ₆ H ₁₂ -	-C ₂ H ₅	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3-\text{C}-)_2\text{O} \end{array}$	53,41	8,56	5,66	53,2	8,6	6,2
-C ₂ H ₄ -	-iPr	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O}-\text{C}-\text{Cl} \end{array}$	55,10	6,05	4,94	56,7	8,9	5,2

376141

2 FEB



1

un pH de 10,5. La pulpa se hizo flotar a continuación durante 8½ minutos y los residuos se analizaron para determinar contenido en cobre. Los resultados se señalan en el siguiente cuadro III. Se empleó el mismo colector de flotación de control que en el ejemplo 7.

5

EJEMPLO 9

En este ejemplo, se trató un mineral que contiene sulfuro de cobre-molibdeno de la región occidental de los Estados Unidos, en una forma similar a la descrita en los ejemplos 7 y 8.

10

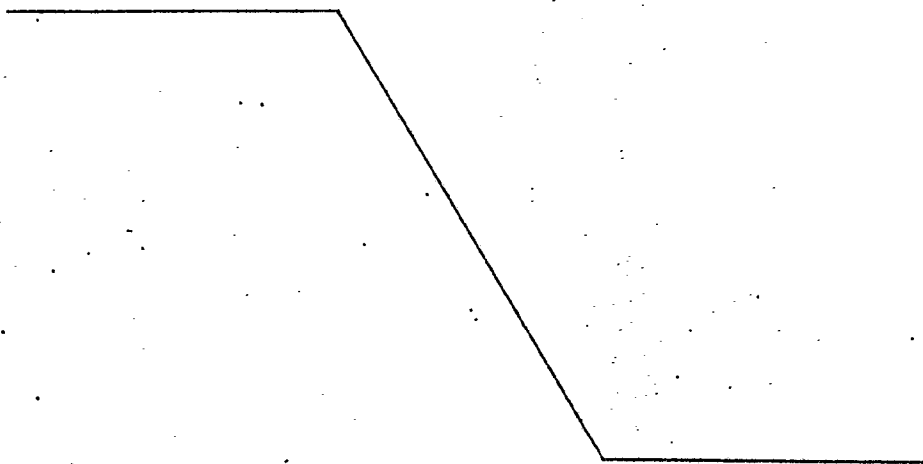
Una muestra del mineral se molió a 60% de sólidos a un tamaño de 35% menor de 200 mallas serie Tyler. A la pulpa se añadió 409 g/905 kg. de cal, 36,2 g/905 kg. de aceite diesel, 4,5 kg/905 kg. de un compuesto colector que se va a probar y 27,2 g/905 kg. de espumador. Se hizo flotar el mineral durante 8 minutos. Tanto el concentrado como los residuos se filtraron, se secaron y se analizaron para determinar su contenido en Mo y Cu. Se empleó el mismo compuesto colector de control que en los ejemplos 7 y 8. Los resultados obtenidos se muestran en el siguiente cuadro IV.

15

20

25

30





- 15 -

376161

- 2 FEB 1961

CUADRO II

Operación n.º	Compuesto colector	g/905 kg. añadidos	% de Cu en residuos	% de Cu re- cuperado	% de Mo re- cuperado
Control	Control	54,4	0,281	84,2	64,4
1	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_4\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \\ \\ \text{HS} \end{array}$	36,2	0,228	87,2	68,9
2	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{CH}_3 \\ \quad \\ \text{C}_6\text{H}_5 \quad \text{HS} \\ \\ \text{COCHCH}_2\text{-NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \\ \\ \text{HS} \end{array}$	40,8	0,234	87,0	—
3	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{COOC}_2\text{H}_4\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \\ \\ \text{HS} \end{array}$	13,6	0,238	86,6	—

1

5

10

15

20

25

30

- 2 FEB -



- 15 -

376141

1

5

CUADRO II

Operación nº	Compuesto colector	g/905 kg. añadidos	% de re
Control	Control	54,4	
1	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{HS} \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}_4\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	36,2	
2	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{CH}_3 \quad \text{HS} \\ \parallel \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{C}_6\text{H}_5\text{COCHCH}_2\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	40,8	
3	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{CO}_2\text{H}_4\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \\ \text{HS} \end{array}$	13,6	

10

15

20

25

30



376141

41

CUADRO II

<u>colector</u>	<u>g/905 kg. añadidos</u>	<u>% de Cu en residuos</u>	<u>% de Cu re- cuperado</u>	<u>% de Mo re- cuperado</u>
t r o l	54,4	0,281	84,2	64,4
(CH ₃) ₂	36,2	0,228	87,2	68,9
HS I''				
2-NGOCH(CH ₃) ₂	40,8	0,234	87,0	--
H(CH ₃) ₂	13,6	0,238	86,6	--



19706 -

370141

370141

CUADRO III

Operación nº	Compuestos colectores	g/905 kg añadidos	% de Cu en residuos.-	% de Cu recuperado.
Control	C o n t r o l	3,6	0,295	63,6
Control	C o n t r o l	72,0	0,133	82,7
1	$\begin{matrix} \text{O} & \text{HS} \\ \parallel & \\ \text{CH}_3\text{COC}_2\text{H}_4\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{matrix}$	3,6	0,184	65,3
2	$\begin{matrix} \text{O} & \text{HS} \\ \parallel & \\ \text{CH}_3\text{COCCH}_2\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{matrix}$	11,6	0,092	87,2
3	$\begin{matrix} \text{O} & \text{HS} \\ \parallel & \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{OCOC}_3\text{H}_6\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{matrix}$	11,6	0,103	86,6
4	$\begin{matrix} \text{O} & \text{HS} \\ \parallel & \\ \text{C}_6\text{H}_5\text{COC}_2\text{H}_4\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{matrix}$	11,6	0,113	84,4
5	$\begin{matrix} \text{O} & \text{HS} \\ \parallel & \\ \text{CH}_3\text{COC}_6\text{H}_{12}\text{NCOCH}_2\text{H}_5 \end{matrix}$	11,6	0,133	82,3
6	$\begin{matrix} \text{O} & \text{HS} \\ \parallel & \\ \text{CH}_3\text{COCCH}_2\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{matrix}$	59,0	0,110	85,5
7	$\begin{matrix} \text{O} & \text{HS} \\ \parallel & \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{OCOC}_3\text{H}_6\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{matrix}$	59,0	0,112	85,1
8	$\begin{matrix} \text{O} & \text{HS} \\ \parallel & \\ \text{C}_6\text{H}_5\text{COC}_2\text{H}_4\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{matrix}$	59,0	0,117	84,6
9	$\begin{matrix} \text{O} & \text{HS} \\ \parallel & \\ \text{CH}_3\text{COC}_6\text{H}_{12}\text{NCOCH}_2\text{H}_5 \end{matrix}$	59,0	0,118	84,5

1

5

10

15

20

25

30



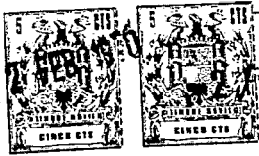
1970.6 -

376141

CUADRO III

1
5
10
15
20
25
30

Operación nº	Compuestos colectores	g/905 kg añadidos
Control	Control	3,6
Control	Control	72,0
1	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{HS} \\ \parallel \quad \\ \text{CH}_3\text{COC}_2\text{H}_4\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	3,6
2	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{CH}_3 \quad \text{HS} \\ \parallel \quad \quad \\ \text{CH}_3\text{COCHCH}_2\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	11,6
3	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{HS} \\ \parallel \quad \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{OCOC}_3\text{H}_6\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	11,6
4	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{HS} \\ \parallel \quad \\ \text{C}_6\text{H}_5\text{COC}_2\text{H}_4\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	11,6
5	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{HS} \\ \parallel \quad \\ \text{CH}_3\text{COC}_6\text{H}_{12}\text{NCOCH}_2\text{H}_5 \end{array}$	11,6
6	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{CH}_3 \quad \text{HS} \\ \parallel \quad \quad \\ \text{CH}_3\text{COCHCH}_2\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	59,0
7	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{HS} \\ \parallel \quad \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{OCOC}_3\text{H}_6\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	59,0
8	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{HS} \\ \parallel \quad \\ \text{C}_6\text{H}_5\text{COC}_2\text{H}_4\text{NCOCH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$	59,0
9	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{HS} \\ \parallel \quad \\ \text{CH}_3\text{COC}_6\text{H}_{12}\text{NCOCH}_2\text{H}_5 \end{array}$	59,0



19706 -

376141

6141

CUADRO III

<u>colectores</u>	<u>g/905 kg añadidos</u>	<u>% de Cu en residuos.-</u>	<u>% de Cu recuperado.</u>
o 1	3,6	0,295	63,6
o 1	72,0	0,133	82,7
$(\text{CH}_3)_2$	3,6	0,184	65,3
$(\text{CH}_3)_2$	11,6	0,092	87,2
$\text{I}(\text{CH}_3)_2$	11,6	0,103	86,6
$(\text{CH}_3)_2$	11,6	0,113	84,4
I_5	11,6	0,133	82,3
$(\text{CH}_3)_2$	59,0	0,110	85,5
$\text{I}(\text{CH}_3)_2$	59,0	0,112	85,1
$(\text{CH}_3)_2$	59,0	0,117	84,6
I_5	59,0	0,118	84,5



- 17 -

376141

376141

CUADRO IV

Operación	Compuestos colectores	E/905 kg.	RESIDUOS		RECUPERACION	
			% de Mo.	% de Cu	% de Mo	% de Cu
Control	Control	4,5	0,003	0,029	57,1	83,4
1	$C_2H_5OOC\overset{HS}{C}H_2\overset{HS}{C}H_2NCOCH(CH_3)_2$	4,5	0,004	0,025	50,0	86,1
2	$CH_3\overset{HS}{C}COCH_2\overset{HS}{C}COCH_2\overset{HS}{C}H_2NCOCH(CH_3)_2$	4,5	0,005	0,038	44,4	78,2

1

5

10

15

20

25

30



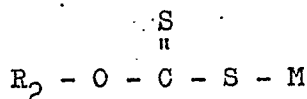
376141

1

Los materiales de partida de xantato empleados aquí en la preparación de los nuevos compuestos, por ejemplo, como en el ejemplo 1, pueden prepararse en una forma bien conocida en este campo. Por ejemplo, un alcohol que

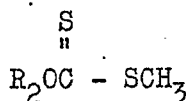
5 corresponde a R_2OH , en donde R_2 es igual a como se describió anteriormente, puede hacerse reaccionar con el óxido de metal alcalino correspondiente, con CS_2 para preparar un producto que corresponda a la fórmula:

10



en donde M es el ion metal alcalino. El producto puede ponerse en contacto entonces, por ejemplo, con cloruro de metilo para preparar el éster xantato correspondiente:

15



Los alcoholes que pueden emplearse incluyen, por ejemplo, ciclohexanol, ciclohexenol, alcohol alílico, alcohol cinámico, alcohol 2-bromoalílico, 2,3,5-trimetil-3-hexanol y 2,3,4-trimetil-2-hexanol.

20

Los agentes acilantes que pueden usarse en la preparación de los nuevos compuestos de la presente invención pueden prepararse convirtiendo ácidos carboxílicos en el cloruro de acilo correspondiente haciendo reaccionar los ácidos con cloruro de tionilo, mediante procesos bien conocidos en este campo. Los ácidos carboxílicos que pueden emplearse incluyen, por ejemplo, ácido cinámico, ácido alfa-bromocaprónico, ácido pelargónico, ácido metacrílico, ácido 3-cianofenilacético, ácido ciclohexilacético, ácido cianoacético, ácido 2-fenoxibutanóico y ácido metoxiacético.

25

30

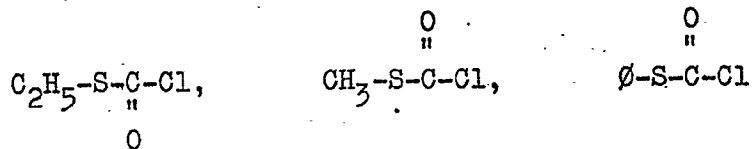
Otros agentes acilantes que pueden emplearse pa-



3761412

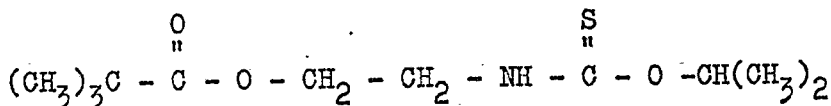
1
5
10
15
20
25
30

ra preparar los nuevos compuestos incluyen tiocloroformatos tales como:

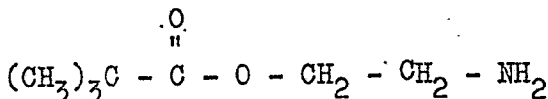


y alquencilcloroformatos tales como $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\text{O}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{Cl}$.

Otros nuevos compuestos pueden prepararse en una forma similar a la descrita en los ejemplos anteriores. Por ejemplo, puede prepararse un compuesto que corresponde a la fórmula:

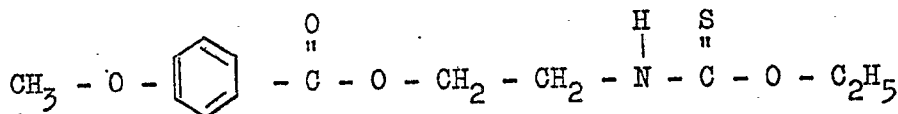


haciendo reaccionar etilenimina y ácido piválico para preparar un compuesto que responde a la fórmula:



y haciendo reaccionar este compuesto con xantato de metil-isopropilo para preparar el nuevo compuesto indicado.

Otro compuesto que corresponde a la fórmula:

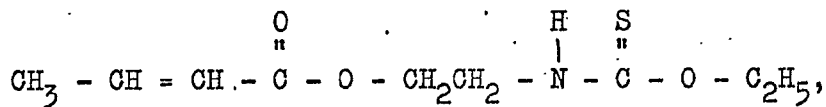


se prepara haciendo reaccionar 17,0 g. de cloruro de anisóilo con 16,3 g. de 2-hidroxi-etiltionocarbamato de etilo para producir el compuesto indicado que tiene un peso molecular de 283. Analogamente, empleando 10,4 g. de cloruro de crotonilo, 15,4 g. de anhídrido crotonico 13,8 g. de cloruro de 2-clorocrotonilo o 15,0 g. de cloruro de 3-carbometoxipropionilo en lugar del cloruro de anisóilo, se preparan compuestos que tienen las siguientes fórmulas:

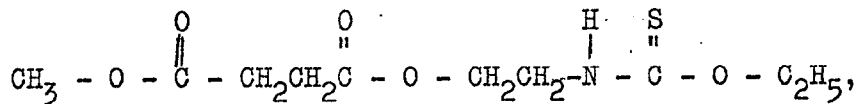
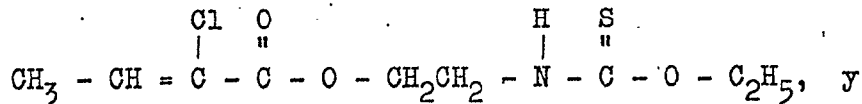
30



1



5



respectivamente.

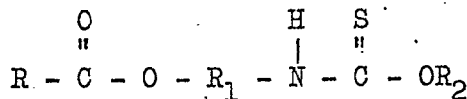
10

En resumen, la Patente de Invención que se solicita, deberá recaer sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

15

1. Un procedimiento para concentrar minerales sulfurados mediante flotación en presencia de un colector de flotación, que consiste en someter el mineral que contiene sulfuro, en forma de una pula, a la acción de un colector de flotación que tiene la fórmula:



20

en donde R es hidrógeno, un grupo hidrocarbonado o un grupo heterohidrocarbonado; R₁ es un grupo alquileo o heteroalquileo que tiene el heteroátomo sustituido en la cadena de carbono y R₂ es un radical hidrocarbonado diferente a un grupo arilo.

25

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde R es un radical hidrocarbonado o heterohidrocarbonado que contiene hasta dos grupos funcionales sustituidos en él, y R₂ es un radical hidrocarbonado diferente a un grupo arilo, que tiene hasta dos grupos funcionales sustituidos en él, en otra posición que no sea la posición alfa del grupo hidrocarbonado.

30

3. Un procedimiento según la reivindicación 1,



376141

1 en donde R es hidrógeno, un radical hidrocarbonado seleccionado del grupo que comprende alquilo o alquenilo que contienen hasta 10 átomos de carbono, arilo, arilalquilo, cicloalquilo, cicloalquenilo, arilalquenilo o acilalquilo, en
5 donde el resto acíclico de la cadena de carbono contiene hasta 3 átomos de carbono, y el grupo cíclico contiene de 5 a 10 átomos de carbono, un resto heterohidrocarbonado seleccionado del grupo que comprende grupos alcoxi, alqueniloxi, alcoxicarbonilo, alcoxicarbonilalquilo, ariloxi, alquiltio, ariltio u oxialquilo; R_1 representa un miembro seleccionado del grupo que comprende grupos alquilenos o heteroalquilenos que contienen hasta 8 átomos de carbono, en donde el heteroátomo en el grupo heteroalquilenos se selecciona del grupo que comprende -O-, -S- y $\overset{X}{-N-}$, en donde
10 X es un miembro seleccionado del grupo que comprende radicales hidrocarbonados o heterohidrocarbonados en donde el heteroátomo está sustituido en la cadena de carbono; y R_2 representa un resto hidrocarbonado seleccionado del grupo que comprende grupos alquilo o alquenilo que contiene hasta 8 átomos de carbono, arilalquilos conteniendo de 1 a 3 átomos de carbono en la porción alquilo, y grupos alicíclicos o cicloalquilenos que contienen de 3 a 8 átomos de carbono, en donde R, R_1 y R_2 están caracterizadas además porque el número total de átomos de carbono en dichos grupos
15 varia de alrededor de 4 a alrededor de 25.

20 4. Un procedimiento según la reivindicación 3, en donde R y R_2 contienen hasta dos grupos funcionales en posición diferente a la posición alfa de R_2 , seleccionados del grupo que comprende grupos halógeno, alcoxi, ciano, acetnilo o dialquilo inferior-amino.
25
30



1

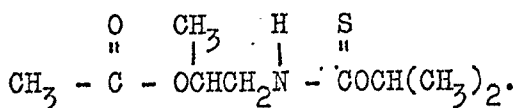
5. Un procedimiento según la reivindicación 3, en donde X es un grupo alquilo inferior que contiene hasta 5 átomos de carbono.

5

6. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde se emplea de 4,5 a 113 g. de compuesto por 905 kg. de pulpa de mineral de sulfuro.

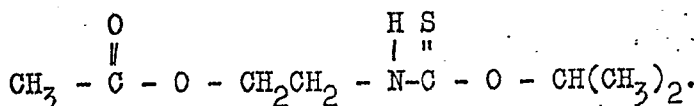
7. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde el compuesto es:

10



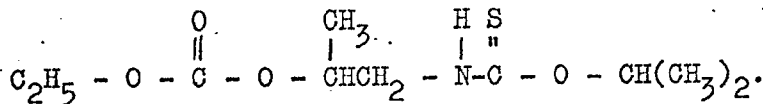
8. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde el compuesto es:

15

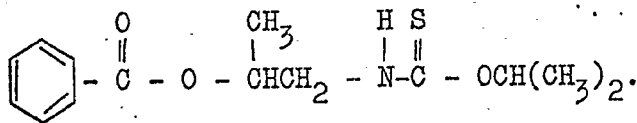


9. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde el compuesto es:

20

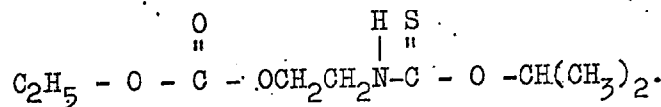


10. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde el compuesto es:



25

11. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde el compuesto es:



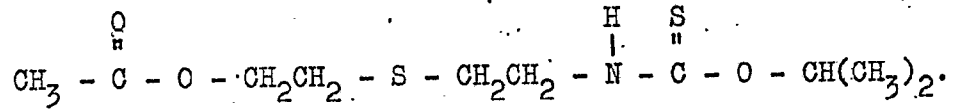
30

12. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde el compuesto es:

376141-2



1



5

13. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita "UN PROCEDIMIENTO PARA CONCENTRAR MINERALES SULFURADOS MEDIANTE FLOTACION EN PRESENCIA DE UN COLECTOR DE FLOTACION".

10

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veintitrés páginas mecanografiadas.

Madrid, 2 Febrero 1970

BERNARDO UNGRIA
p.p.

15

20

25

30