

402839



Int. Cl.^a C22B
Nº 402.839

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: ARMOUR INDUSTRIAL CHEMICAL COMPANY

RESIDENCIA: P.O. Box 1805, CHICAGO, Illinois 60690,

U.S.A.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO DE FLOTACION POR ESPU

MA PARA LA SEPARACION DE SILICE DE LA

MENA DE HIERRO"

Prioridad: Patente Estadounidense n.º 144.663 del 18-5-71
MP.

402839



1

Esta invención se refiere a la concentración de minerales de hierro por flotación por espuma, utilizando una mezcla de sales ácidas dispersables en agua de alquilaminas primarias de cadena alquílica normal, conteniendo de 5 a 12 cadenas sucesivas de 8 a 22 átomos de carbono, encontrándose la mayor proporción de los constituyentes cerca del centro del intervalo de longitudes de cadena. Utilizando estos agentes de flotación, hemos encontrado que es posible obtener una mayor selectividad de la sílice y conseguir de esta forma una recuperación del hierro mejor que la obtenida con los agentes colectores actualmente utilizados.

5

10

15

20

25

En la recuperación y concentración de los minerales de hierro a partir de menas de hierro magnéticas o no magnéticas, los materiales que se separan por flotación son la sílice indeseable y varias calcedonias y materiales síliceos. Quedan los minerales de hierro concentrados deseados. La flotación con espuma es muy conocida en la técnica de la separación o concentración de minerales a partir de la mena. Antes de la flotación, la mena es molida, formando una pulpa en agua y, algunas veces, según la naturaleza de la mena en tratamiento, preacondicionada con almidón o dextrina que es un depresor de la porción de hierro deseada de la mena. En la operación de flotación, se añaden un colector y un agente espumante a la mena dispersada en el agua y se introduce aire en la pulpa para formar una espuma, flotando la espuma rica en sílice y separándose del residuo mineral de hierro deseado; esta operación se repite habitualmente de 3 a 5 veces.

30

Se ha dedicado un esfuerzo considerable a establecer métodos de operación más eficaces y más económicos para

402839

17



1 conseguir una separación lo más completa posible y producir
un concentrado de hierro de mayor calidad con una pérdida
mínima de hierro, al mismo tiempo que consumiendo una canti-
dad mínima de colector amínico. En el pasado se han utiliza-
5 do varias aminos como agentes de flotación en la separación
de la sílice del mineral de hierro. Por ejemplo, la paten-
te estadounidense nº 3.404.777 describe el uso de alquil-
(secundario)aminas primarias en la separación de sílice del
mineral de hierro y la patente estadounidense nº 3.363.758
10 describe el uso de sales ácidas de éter-aminas alifáticas
primarias como colectores de sílice en la concentración del
hierro. Aunque muchos de estos colectores han sido utiliza-
dos satisfactoriamente, siempre constituye un objetivo obte-
ner un concentrado de mayor calidad y una mayor recupera-
15 ción de los minerales de hierro.

Por consiguiente, un objeto de esta invención es
utilizar sales ácidas de una mezcla de n-alquilaminas pri-
marias conteniendo de 5 a 12 cadenas sucesivas de 8 a 22
átomos de carbono, comprendidas las de número par y número
20 impar de átomos de carbono, encontrándose la mayor propor-
ción de los constituyentes cerca del centro del intervalo
de longitudes de cadena, como colectores en la concentra-
ción de hierro por procesos de flotación por espuma. Otro ob-
jeto es utilizar estos materiales como colectores de sílice
25 en la flotación por espuma de la mena de hierro. Otro obje-
to de esta invención es proporcionar una nueva composición
de n-alquilaminas primarias para obtener colectores de sí-
lice de gran selectividad. Otros objetos y ventajas de esta
invención se pondrán en evidencia en la descripción y rei-
vindicaciones siguientes.

POOR
QUALITY

402839

17 MAY 1972

1 Ahora se ha encontrado que el uso de la mezcla de
sales ácidas dispersables en agua de n-alquilaminas prima-
rias conteniendo de 5 a 12 cadenas sucesivas de 8 a 22 áto-
mos de carbono; comprendidas las cadenas de número par e
5 impar de átomos de carbono, donde la mayor proporción de
los constituyentes está situada cerca del centro del inter-
valo de longitudes de cadena, proporciona una marcada mejora
en la separación de sílice de la mena de hierro. Las n-al-
quilaminas primarias individuales pueden ser representadas
10 por la fórmula: $[R-NH_2]_n^- [A]^{(-)n}$, donde R es un grupo al-
quilo de 8 a 22 átomos de carbono, A es el anión de un áci-
do formador de sal y n es un número entero igual a la valen-
cia de dicho anión. No siempre es necesario que la amina
sea totalmente neutralizada, en algunos casos del 12 al 50 %
15 de neutralización hace que la amina sea dispersable en
agua. Se prefiere neutralizar la amina al 50-100 %. Los
aniones adecuados son acetato, cloruro, bromuro, yoduro,
sulfato, nitrato, borato, carbonato, oxalato, sulfamato,
fosfato y salicilato. Se prefieren las sales de ácido acé-
20 tico.

20 Los grupos alquílicos normales típicos adecuados
para R en la fórmula anterior son octilo, nonilo, decilo,
undecilo, dodecilo, tridecilo, tetradecilo, pentadecilo,
hexadecilo, heptadecilo octadecilo, nonadecilo, eicosilo,
25 heneicosilo y docosilo.

25 Especialmente adecuadas para uso en esta invención
son las mezclas de aminas con longitudes de cadena C_8 a
 C_{16} , siendo los principales constituyentes C_{12} y C_{13} ; lon-
gitudes de cadena C_{11} a C_{22} siendo los principales constitu-
yentes C_{17} , C_{18} y C_{19} y longitudes de cadena C_{10} a C_{14} sien-
30



1 do los principales constituyentes C_{11} y C_{12} .

5 Las aminas empleadas en esta invención son prepara-
das adecuadamente a partir de mezclas de ácidos grasos sin-
téticos que contienen cadenas sucesivas de un número par
5 e impar de átomos de carbono. Los ácidos grasos sintéticos
son productos comerciales obtenidos a partir de ceras para-
fínicas por oxidación con aire. Las aminas se obtienen a
partir de los ácidos por métodos convencionales. Estas mez-
clas son diferentes de las obtenidas anteriormente de fuen-
10 tes naturales, que solamente contienen cantidades sustancia-
les de cadenas con un número par de átomos de carbono. Pa-
rece que un requisito de esta invención es que se encuentren
presentes cadenas con números pares e impares sucesivos de
átomos de carbono.

15 El procedimiento de esta invención se lleva a cabo
por técnicas conocidas de flotación en espuma. En el caso
de la mena de magnetita, el pH natural es ligeramente bá-
sico y generalmente no es necesario ajustar el pH para la
flotación. Cuando se utiliza mena de hematita, habitualmen-
20 te es necesario ajustar el pH a alrededor de 9 a 11 por ali-
ción de una base como NaOH. Son adecuadas las velocidades
de la célula y las temperaturas habitualmente utilizadas, de
acuerdo con las técnicas conocidas de flotación.

25 La concentración de la sal amínica utilizada es al-
rededor de 0,01 a 2,0 libras (4,5 a 908 g) por tonelada corta
(907 kg) de mena.

30 Los colectores de esta invención pueden ser utili-
zados en combinación con otros productos químicos convencio-
nales empleados en la flotación en espuma, tales como acti-
vantes, agentes espumantes, agentes depresores, agentes dis-

402839

17 MAY 1972



1 persantes y similares.

Los siguientes ejemplos ilustran mejor las ventajas de esta invención y deben ser considerados como solamente ilustrativos de la misma.

5 EJEMPLO 1

Se recibieron unas muestras de mena concentrada de magnetita con un promedio del 10 % en peso de agua. Las menas fueron después mezcladas, tomándose muestras de cabeza. El análisis indicó que la mena contenía por término medio alrededor del 65 % en peso de hierro por análisis húmedo y de 8,5 a 10 % en peso de sílice por difracción de rayos X. No se realizaron estudios de tamaños, aunque por término medio el 80 % de la mena molida atravesaba un tamiz de 325 mallas. La composición de la ganga del mineral variaba considerablemente pero en general contenía cantidades aproximadamente iguales de sílice y silicatos de hierro como material de la ganga. Los principales minerales de silicato de hierro y su proporción de sílice son los siguientes:

	<u>Mineral</u>	<u>% de SiO₂</u>
20	Hipersteno	50,07
	Grunerita	54,67
	Ferrotremolita	45,73

Se transfieren 500 g de mena, en seco, a una célula de flotación de laboratorio de 500 g, que funciona a 1500 rpm y se diluye hasta el 50 % en peso de sólidos utilizando agua corriente de Chicago (dureza media) a la temperatura ambiente. La pulpa se agita durante 2 minutos para volver a pulpear. La mena se diluye para hacer flotar los sólidos. Una vez interrumpida la agitación, se añade la mitad de la cantidad de colector para tres flotaciones indi-

402839



1 cada en la Tabla I en libras/tonelada, en una solución acuosa al 2,5 % en peso. Después se añaden 0,05 libras/tonelada (25 g/Tm) de metilisobutilcarbinol como agente espumante. La célula se pone en marcha y la pulpa se acondiciona durante 5 te 15 segundos sin aireación. La flotación se lleva a cabo durante 3 minutos con aireación suficiente para que la espuma alcance los bordes de la célula. Este producto flotado es conocido como primera espuma más grosera. La mena no flotada se suspende de nuevo para hacer flotar los sólidos y, 10 utilizando el mismo procedimiento, se añade la cuarta parte de la cantidad de colector indicada en la Tabla I y 0,025 libras/tonelada corta (12,5 g/Tm) de agente espumante, seguido de acondicionamiento y flotación. Este producto es conocido como segunda espuma más grosera. La mena es suspendida de nuevo para hacer flotar los sólidos y se repite 15 el procedimiento de la segunda espuma más grosera para producir la tercera espuma más grosera. Tanto el contenido de la célula (el concentrado de hierro) como los tres productos de la espuma se filtran por separado, se secan, se pesan y se toman muestras para analizar el hierro por el método húmedo y la sílice por difracción de rayos X. La Tabla I presenta los análisis de la segunda y tercera flotaciones.

25

30



402839

TABLA I

1	Colector		Concentrado de flotación			
	Tipo	Flota- ción	Libras/ tonelada (g/Tm)	Hierro re- cuperado %	Hierro %	SiO ₂ %
5	Fracción 1 SFA, acetato(1) (neu- tralizada al 100%)	2	0,15 (75)	86,9	69,42	3,11
		3	0,20(100)	73,5	70,82	1,55
	Fracción 2 SFA, acetato(2) (neutra- lizada al 100%)	2	0,15 (75)	86,2	69,51	3,09
		3	0,20(100)	70,1	70,97	1,45
<u>Comparativo</u>						
10	Acetato de N-sec- alquil(C ₁₅₋₂₀)tri- metilendiamina (neutralizada al 100 %)	2	0,12 (60)	88,8	68,64	4,41
		3	0,16 (80)	75,3	69,99	3,12
	Monoacetato de N- tridecoxipropiltri- metilendiamina (neutralizada al 50%)	2	0,12 (60)	74,8	69,7	3,46
		3	0,16 (80)	57,2	71,0	2,41
15	Acetato de N-sebo- amina(3) (neutrali- zado al 100 %)	3	0,14 (70)	93,2	67,53	6,62
	Acetato de N-coco- amina(4) (neutrali- zado al 100 %)	3	0,14 (70)	90,4	67,12	5,54

20 Nota:
(1) y (2): La amina de la fracción 1 SFA y fracción 2 SFA es una mezcla de cadenas alquílicas normales de la siguiente composición:

25	Cadena carbonada	Porcentaje	
		Fracción 1 SFA	Fracción 2 SFA
	C-8	4,9	
	C-10	15,3	0,05
	C-11	16,7	0,1
	C-12	20,2	0,2
30	C-13	20,4	1,5



402839

1	<u>Cadena carbonada</u>	<u>Porcentaje</u>	
		<u>Fracción 1 SFA</u>	<u>Fracción 2 SFA</u>
	C-14	14,5	6,7
	C-15	5,4	12,9
5	C-16	1,9	20,6
	C-17	-	17,5
	C-18	0,7	25,1
	C-19		7,7
	C-20		2,6
10	C-21		0,5

(3) Sebo	<u>Cadena carbonada</u>	<u>Porcentaje</u>	
		<u>Saturado</u>	<u>Insaturado</u>
	C ₁₂	0,1	
	C ₁₄	3	0,5
	C ₁₆	29	2
15	C ₁₈	20	44,6
	C ₂₀	0,8	

(4) Coco	<u>Cadena carbonada</u>	<u>Porcentaje</u>	
		<u>Saturado</u>	<u>Insaturado</u>
	C ₆	0,1	
	C ₈	5	
20	C ₁₀	7	
	C ₁₂	45	
	C ₁₄	17	
	C ₁₆	7	
	C ₁₈	4	14
25	C ₂₀		1

EJEMPLO 2

Utilizando el mineral de magnetita descrito en el Ejemplo 1, se realizan flotaciones en la forma descrita en dicho ejemplo utilizando acetatos de amina con una sola cadena alquílica normal, neutralizados al 100 %, como agente

POOR QUALITY

402839



1 de flotación para tres flotaciones con objeto de compararlo
 con las mezclas de cadenas alquílicas de acuerdo con esta
 invención. Puede observarse en la Tabla II que las sales
 amínicas de una sola cadena alquílica no producen los sa-
 5 tisfactorios resultados obtenidos empleando mezclas de las
 mismas sales de las amias indicadas en el Ejemplo 1.

TABLA II

Tipo	Colector	Concentrado de flotación		
	Libras/ tonelada (g/Tm)	Hierro re- cuperado	Hierro %	S. O ₂
10 Acetato C ₁₀	0,16 (50)	78,3	50,5	5,27
Acetato C ₁₁	0,16 (50)	55,3	27,3	4,11
Acetato C ₁₂	0,16 (80)	41,4	17,5	3,64
Acetato C ₁₃	0,16 (80)	40,6	16,5	3,50
Acetato C ₁₄	0,16 (80)	55,5	25,3	3,97
15 Acetato C ₁₅	0,16 (80)	79,8	52,8	5,48
Acetato C ₁₆	0,16 (80)	82,7	52,2	5,41
Acetato C ₁₈	0,16 (80)	96,5	91,0	8,21

EJEMPLO 3

20 Unas muestras de mena de hematita procedente de un
 mineral de Michigan, previamente separado por métodos magné-
 ticos de la magnetita, fueron sometidos a flotación por el
 mismo procedimiento descrito en el Ejemplo 1, a excepción
 de que se añadió 1 libra/tonelada (500 g/Tm) de goma inglesa
 soluble al 60-80 % (dextrina) y 2,5 libras/tonelada (1250 g/
 25 Tm) de NaOH para obtener un pH superior a 9. Los resultados
 utilizando el número de concentrados indicados se encuentran
 en la Tabla III, en la que el agente de flotación ha sido
 neutralizado al 100 %

30

402839



1972

TABLA III

1

5

10

15

20

25

30

Agente de flotación	Número de flotaciones	Libras/tonelada (g/Tm)	Espumante M.I.B.C. libras/tonelada (kg/Tm)	Hierro recuperado	Fe %	SiO ₂ %
Acetato de fracción 1 SFA	5	0,35(175)	0,22(110)	87,43	60,91	5,20
<u>Comparativo</u>						
Acetato de N-seco-alquil-(C ₁₁₋₁₅)trime tilendiamina	5	0,35(175)	0,22(110)	83,44	58,87	6,51
	6	0,50(250)	0,22(110)	69,75	61,64	-
Acetato de N-cocoamina	5	0,35(175)	0,22(110)	66,22	61,91	-
	3	0,21(105)	0,16(80)	77,53	60,31	-
Acetato de N-cocoamina hidrogenada	5	0,35(175)	0,26(130)	78,27	60,70	-

Aunque en esta memoria ha sido descrita la invención refiriéndose a ciertas realizaciones preferidas de la misma y se han establecido muchos detalles con fines ilustrativos, resultará evidente para los expertos en la técnica que algunos de los detalles aquí descritos pueden ser variados considerablemente sin apartarse de los principios básicos de la invención.

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

402839

17



REIVINDICACIONES

1
5
10
15
20
25
30

1. Un procedimiento de flotación por espuma para la separación de sílice de la mena de hierro, que consiste en la flotación por espuma de dicha mena en un medio acuoso que contiene una mezcla de sales dispersables en agua de ácidos y alquilaminas primarias normales, conteniendo de 5 a 12 cadenas sucesivas de 8 a 22 átomos de carbono, comprendidas las cadenas con números pares e impares de átomos de carbono, encontrándose la proporción principal de los constituyentes cerca del centro del intervalo de longitudes de cadena y separando la sílice por flotación de dicha mena.

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que dichas sales amínicas son utilizadas en una proporción de 0,01 a 2,0 libras/tonelada de mena (5 a 1000 g/Tm).

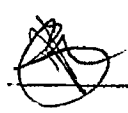
3. Un procedimiento según la Reivindicación 2, en el que dichas sales amínicas son utilizadas en una proporción de 0,1 a 0,5 libras/tonelada de mena (50 a 250 g/Tm).

4. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que dicha sal es un acetato.

5. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que dicha mena es magnetita.

6. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que dicha mena es hematita.

7. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que dichas sales amínicas están seleccionadas entre el grupo formado por mezclas de aminas con una longitud de cadena de C₈ a C₁₆ siendo los principales constituyentes C₁₂ y C₁₃; una longitud de cadena de C₁₁ a C₂₂ siendo los principales constituyentes C₁₇, C₁₈ y C₁₉ y longitudes de cadena de C₁₀ a C₁₄ siendo los principales constituyentes



402839 17 MAY 1972



1 C₁₁ y C₁₂.

8. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que dichas sales amónicas están seleccionadas entre el grupo formado por mezclas de aminas con longitudes de cadena C₈ a C₁₆ siendo los principales constituyentes C₁₂ y C₁₃.

9. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que dichas sales amónicas están seleccionadas entre el grupo formado por mezclas de aminas con longitudes de cadena C₁₁ a C₂₂, siendo los principales constituyentes C₁₇, C₁₈ y C₁₉.

10. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
UN PROCEDIMIENTO DE FLOTACION POR ESPUMA PARA LA SEPARACION DE SILICE DE LA MENA DE HIERRO.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva, que consta de trece hojas mecanografiadas.

Madrid, 17 de Mayo de 1.972

BERNARDO UNGRIA

P.P.

20

25

30