



(10) ES	(11) NUMERO 448.544	(10) A1
(21)	(22) FECHA DE PRESENTACION	

PATENTE DE INVENCION

(20) PRIORIDADES (51) NUMERO 584.545	(22) FECHA 6 de junio de 1975	(23) PAIS EE.UU. de A.
--	----------------------------------	---------------------------

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL B03D	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
--------------------------	--	--

(64) TITULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO MEJORADO DE FLOTACION DE MINERALES

(71) SOLICITANTE (S) AMERICAN CYANAMID COMPANY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE Berdan Avenue, Township of Wayne, Estado de New Jersey.
--

(72) INVENTOR (ES) Herman Hartjens, Arnold Day.
--

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE D. JAIME GOMEZ-ACEBO Y MODET
--

La presente invención se relaciona con un procedimiento mejorado para la flotación de ciertos minerales. Más particularmente, la presente invención se relaciona con un procedimiento mejorado para la flotación por espuma de minerales no sulfurados tales como sulfatos, carbonatos, fluoruros, tungstatos, fosfatos y óxidos, por ejemplo, celestita, barita, sheelita, fluorita, calcita, magnesita, yeso, anhidrita, casiterita, apatita y similares, utilizando sales de tri- y tetracarboxilo que contienen ácidos aspárticos, alquil sustituidos grasos, monoésteres aspárticos y di-ésteres aspárticos, como recolectores en combinación con depresores apropiados de ganga donde se ha requerido.

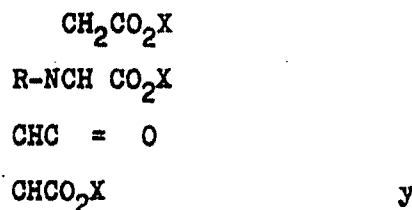
Anteriormente, estos minerales eran beneficiados mediante procedimientos de flotación utilizando diversas combinaciones de sustancias químicas en tal beneficiación. En algunos casos, por ejemplo, se empleaba flotación por espuma utilizando ácidos grasos, alcoholes saturados, y sulfonatos de petróleo solamente como agentes recolectores, en combinación con agentes modificadores tales como silicato de sodio y carbonato de sodio. Si bien los procedimientos de beneficiación actualmente empleados son efectivos, continúan existiendo sin embargo la necesidad de nuevos procedimientos que puedan proveer mayor selectividad y superior recuperación de los componentes minerales deseados mientras que al mismo tiempo reduzcan los requerimientos químicos y disminuyan los costos de recuperación.

En la patente norteamericana n° 3.469.693, del 30 de setiembre de 1969, de Arbiter, se da a conocer un procedimiento para beneficiar ciertos minerales en donde los valores deseados están presentes como óxidos y sulfuros. El procedimiento

involucra el uso de N-alquilsulfosuccinamatos como recolectores sin la necesidad de depresores para beneficiar minerales específicos. El procedimiento requiere deslamar los minerales tratados antes de la beneficiación y opera bajo condiciones ácidas. Se observa que N-octadecilsulfosuccinamato disódico es más selectivo en el procedimiento de beneficiación de minerales que N-(1,2-dicarboxietil)-N-octadecilsulfosuccinamato tetrasódico. Así, la naturaleza del mineral procesado es tal como para tener requerimientos particulares con relación al recolector, depresores y condiciones de uso.

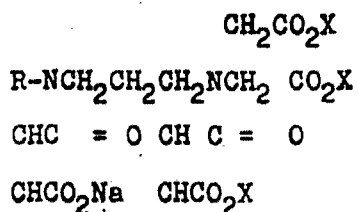
De acuerdo con la patente norteamericana nº 3.830.366, se da a conocer un procedimiento para beneficiar un mineral seleccionado del grupo que consiste en celestita, barita, sheelita, fluorita, calcita, magnesita, yeso, anhidrita y apatita, que comprende moler dicho mineral hasta un tamaño de flotación, formar una pulpa con el mineral molido, acondicionar la pulpa con una cantidad efectiva de un depresor para minerales de ganga, someter la pulpa acondicionada a flotación por espuma con N-(1,2-dicarboxietil)-N-octadecilsulfosuccinamato tetrasódico.

En la presente invención, se utiliza un recolector que es un compuesto del grupo de sales de tri- y tetra- ácidos aspárticos alquil sustituidos grasos que contienen carboxilo, mono-ésteres aspárticos y di-ésteres aspárticos, esencialmente sales trivalentes de ácido N-(3-carboxiacriloil)-N-octadecil aspártico de la fórmula:



sales tetravalentes de ácido N-3-(3-carboxi-N-octadecilacril-

amido)propil 7-N-(3-carboxiacriloil) aspártico de la fórmula:



5 donde R es un grupo alquilo de cadena larga que contiene 12 a 22 átomos de carbono y X es sodio, potasio o amonio, y los mono- o di-alquil ésteres del mismo, donde el grupo alquilo contiene de 1 a 13 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a 8 átomos de carbono. Los aspartatos se utilizan en una cantidad típicamente de aproximadamente 0,17 a 0,33 kg/ton. de mineral.

10 El procedimiento de la presente invención provee una aumentada selectividad y aumentada recuperación del mineral deseado con relación a procedimientos anteriores y disminuye el requerimiento de sustancias químicas en el procesamiento. El presente procedimiento opera con minerales que exhiben una naturaleza iónica en presencia de agua, como así también óxidos, 15 emplea un recolector, y un depresor donde es requerido, y hace uso de tri- o tetra- aspartato carboxilado.

Al llevar a cabo el procedimiento de la presente invención, el mineral empleado es un mineral no sulfurado tal como celestita, barita, scheelita, fluorita, calcita, magnesita, 20 yeso, anhidrita, casiterita y apatita. El yeso y la anhidrita difieren simplemente en contenido de agua pero si no representan el mismo contenido de material. La apatita se refiere generalmente a rocas de fosfato que contienen minerales en el grupo de la apatita. El mineral seleccionado se muele hasta 25 un tamaño apropiado para flotación por espuma. Típicamente, el tamaño de la molienda es tal que una gran porción pasará a través de un tamiz de malla 200. La presente invención, sien-

do un procedimiento de flotación por espuma, hace uso de una molienda convencionalmente preparada para flotación por espuma empleando un mineral según se especifica.

5 Luego de obtenerse la molienda convencional, se forma una pulpa en agua de acuerdo con procedimientos convencionales de flotación por espuma. Convenientemente, la molienda se convierte en pulpa directamente en la celda de flotación utilizada para llevar a cabo flotaciones convencionales por espuma. La naturaleza de la pulpa debe ser igual según se pro-
10 cesa generalmente excepto por los aditivos utilizados en el procesamiento.

Luego de formarse una pulpa con la molienda, la pulpa puede acondicionarse con un depresor de ganga apropiado si es necesario de manera de obtener una dispersión satisfactoria y
15 deprimir efectivamente minerales de ganga. El tipo y cantidad del depresor variará dependiendo del mineral específico que se procesa como es bien conocido en el arte, y el depresor no es una característica novedosa de la presente invención. El depresor puede ser por ejemplo silicato de sodio en el ca-
20 so de celesita, barita, sheelita, calcita, y magnestita, en una concentración de aproximadamente 0,56 a 5,56 kg/ton. de mineral. En el caso de fluorita, yeso y anhidrita, puede utilizarse quebracho en una concentración de aproximadamente 0,11 a 1,11 kg/ton. de mineral. En el caso de apatita, puede uti-
25 lizarse NaOH a aproximadamente 0,56 kg/ ton. de mineral. También puede utilizarse carbonato de sodio. El período de acondicionamiento generalmente es corto, es decir, desde una fracción de un minuto a varios minutos, y solo necesita ser tan largo como se requiera para efectuar una dispersión satisfac-
30 toria de pulpa.

Luego de acondicionarse la pulpa, esta se somete a flotación por espuma empleando de aproximadamente 0,11 a 0,56 kg/ton de mineral de los aspartatos preferiblemente desde aproximadamente 0,17 a 0,33 kg/ton de mineral. Generalmente es preferible agregar el aspartato en etapas, empleando cortos de acondicionamiento y flotación en cada etapa.

Los aspartatos son solubles en agua y fáciles de manipular, relativamente no tóxicos y biodegradables son por lo tanto muy ventajosos en la presente invención.

El concentrado producido por flotación por espuma luego es recogido mediante procedimientos apropiados empleados normalmente en combinación con procedimientos convencionales. Al recolectarse, el concentrado grueso frecuentemente es de calidad comercial y puede procesarse sin tratamiento adicional. Sin embargo generalmente es deseable obtener concentrados más limpios mediante reflotación del concentrado más grueso. En la reflotación, puede hacerse uso de pequeñas cantidades de recolector, depresor o ambos dependiendo de la naturaleza del concentrado grueso inicialmente obtenido. Así, si la recuperación es menor a la deseada, se agregan pequeños incrementos al recolector en cada ciclo de limpieza. Si la pureza es baja en el concentrado grueso, se agregan en cada limpieza pequeños incrementos de depresor. Si la pureza y la recuperación necesitan ser mejoradas, pueden agregarse pequeños incrementos al recolector y el depresor. Un incremento de recolector generalmente es de 0,011-0,022 kg/ton. de mineral original. Un incremento de depresor puede ser de aproximadamente 0,22 kg/ton. de mineral original.

La presente invención se ilustra mediante los ejemplos que siguen en donde la temperatura de procesamiento es ambien-

te a menos que se especifique lo contrario.

N-(3-carboxiaciloil)-N-octadecil aspartato trisódico

Ejemplo 1

Flotación de Celestita

5 Análisis Mineral: 54 % SrSO₄

Minerales de Ganga: Calcita, Hematita y Cuarzo

El mineral se molió malla menos 325 al 88 %. El mineral molido se colocó en una celda de flotación y se formó una pulpa hasta una consistencia satisfactoria para flotación. El mineral en pulpa se acondicionó durante 3 min con Na₂SiO₃, 5,56 kg/ton. de mineral, para obtener una dispersión de pulpa satisfactoria y como depresor para minerales de ganga. La flotación luego se efectuó con adiciones en etapas de N-(3-carboxiaciloil)-N-oactadecil aspartato trisódico en cinco etapas, siendo la primera 0,074 kg/ton. de mineral y las últimas cuatro 0,041 kg/ton. de mineral para proporcionar un total de 0,22 kg/ton. de recolector. Cada etapa consistía en 0,5 min de acondicionamiento y 1,0 min de flotación utilizando un tipo de espumante de polipropilenglicol, en una dosis total de 0,080 kg/ton de mineral.

El concentrado más grueso obtenido se limpió dos veces mediante reflotación utilizando 0,019 kg/ton de mineral original del recolector identificado anteriormente en cada limpieza.

25 Los resultados se proporcionan en la siguiente tabla:

TABLA I

	<u>% SrSO₄</u>	<u>% Distribución de SrSO₄</u>
Suministro (calculado)	53,6	100,00
Concentrado más grueso	67,9	98,72

Cerniduras más gruesas	3,1	1,28
Concentrado limpiado dos veces	76,7	95,35
<u>N-(3-(carboxi-N-octadecilacrilamido) propil 7-N-(3-carboxiacriloil)aspartato tetrasódico</u>		

5 Flotación de celestita

Análisis mineral: 54 % SrSO₄

Minerales de ganga: Calcita, Hematita y Cuarzo

Este ensayo se llevó a cabo en exactamente la misma manera que el ensayo del ejemplo 1 excepto que se empleó N-(3-

10 (3-carboxi-N-octadecilacrilamido)propil 7-N-(3-carboxiacriloil) aspartato tetrasódico en una base de kilogramo por kilogramo en lugar de N-(3-carboxiacriloil)-N-octadecil aspartato trisódico. Los resultados se proporcionan en la siguiente tabla:

TABLA II

15	<u>% SrSO₄</u>	<u>% Distribución de SrSO₄</u>
Suministro (calculado)	54,2	100,00
Concentrado más grueso	69,1	98,92
Cerniduras más gruesas	2,6	1,08
Concentrado limpiado dos veces	77,4	95,36

20 N-(3-carboxiacriloil)-N-octadecil aspartato trisódico

Flotación de Barita

Análisis mineral: 73 % de BaSO₄ con calcita y cuarzo como minerales de ganga principales.

El mineral se molió hasta una malla de menos 200 al 94 %.

25 El mineral molido se formó en una pulpa en una celda de flotación hasta una consistencia satisfactoria para flotación. La pulpa se acondicionó con Na₂SiO₃, 4,4 kg/ton. de mineral durante 3 min. La pulpa acondicionada se flotó en cuatro etapas utilizando 0,019 kg/ton. de recolector del ejemplo 1 en la primera

etapa y 0,041 kg/ton. de recolector del ejemplo en las últimas tres etapas para una utilización total del recolector de 0,186 kg/ton. de mineral. Cada etapa involucró un acondicionamiento de 0,5 min y una flotación de 1,0 min. El espumante es el del ejemplo 1. El concentrado más grueso obtenido se limpió dos veces por refluotación utilizando 0,041 kg/ton de mineral original del recolector del ejemplo 1 en cada etapa de limpieza. Los resultados se proporcionan en la tabla siguiente:

TABLA III

	<u>% BaSO₄</u>	<u>Recuperación de % BaSO₄</u>
Concentrado más grueso	86,56	97,22
Concentrado relimpiado	90,10	95,12

N/ 3-(3-carboxi-N-octadecilacrilamido)propil 7-N-(3-carboxiacriloil)aspartato tetrasódico

15 Ejemplo 4

Flotación de Barita

Análisis mineral: 73 % de BaSO₄ con calcita y cuarzo como los minerales de ganga principales.

Este ensayo se realizó de la manera exactamente igual al ensayo del ejemplo 3 excepto que se empleó N/ 3-(3-carboxi-N-octadecilacrilamido)propil 7-N-(3-carboxiacriloil)aspartato tetrasódico en una base de kilogramo por kilogramo en lugar de N-(3-carboxiacriloil)-N-octadecil aspartato trisódico los resultados se proporcionan en la tabla siguiente:

25 TABLA IV

	<u>% de BaSO₄</u>	<u>Recuperación % de BaSO₄</u>
Concentrado más grueso	86,9	97,43
Concentrado relimpiado	90,7	94,88

N-(3-carboxiacriloil)-N-octadecil aspartato trisódico

Ejemplo 5

Flotación de Fluorita

Análisis mineral: 60 % CaF₂, 31 % CaCO₃, 5% SiO₂, resto silicatos.

El mineral se molió hasta una malla de menos 200 a 52 %. El mineral molido se formó en una pulpa en una celda de flotación hasta una consistencia apropiada para flotación. La pulpa se acondicionó durante 10 min utilizando Na₂CO₃, 0,56 kg/ton. de mineral; quebracho 0,67 kg/ton de mineral. La pulpa acondicionada se flotó por espuma en 5 etapas utilizando 0,067 kg/ton. de espumante descrito en el ejemplo 1. El recolector era como en el ejemplo 1 con una utilización de 0,041 kg/ton. en cada etapa. Cada etapa involucró 0,5 min de acondicionamiento y 1,0 min de flotación, involucrando así 0,186 kg/ton. de recolector.

La espuma más gruesa se volvió a convertir en pulpa y se reflató cuatro veces utilizando 0,0186 kg/ton. del mismo recolector y 0,022 kg/ton. de quebracho en cada limpieza. Los resultados se indican en la tabla siguiente:

TABLA V

	<u>% CaF₂</u>	<u>% Distribución de CaF₂</u>
Suministro (calculado)	59,81	100,00
Concentrado más grueso	67,57	99,11
Cerniduras más gruesas	4,32	0,89
2da. limpieza	86,20	93,54
4ta. limpieza	94,54	89,65

N-(3-(3-carboxi-N-octadecilacrilamido)propil)-N-(3-carboxiacriloil)aspartato tetrasódico

Ejemplo 6

Flotación de Fluorita

Análisis mineral: 60% CaF₂; 31% CaCO₃; 5% SiO₂; resto silicatos.

5 Este ensayo se realizó de la manera exactamente igual al ensayo del ejemplo 5 excepto que se empleó N-(3-carboxi-N-octadecilacrilamido)propil 7-N-(3-carboxiacriloil)aspartato tetrasódico en una base de kilogramo por kilogramo en lugar de N-(3-carboxiacriloil)-N-octadecil aspartato trisódico. Los
10 resultados se indican en la siguiente tabla:

TABLA VI

	<u>% CaF₂</u>	<u>% Distribución de CaF₂</u>
Suministro (calculado)	59,98	100,00
Concentración más gruesa	66,89	99,55
15 Cerniduras más gruesas	2,51	0,45
2da. limpieza	88,62	93,27
4ta. limpieza	95,89	88,85

N-(3-carboxiacriloil)-N-octadecil aspartato trisódico

Ejemplo 7

20 Flotación de Casiterita

Análisis Mineral: 0,40% Sn; 67,0% SiO₂; 8,0% Al₂O₃ con minerales menores de hierro y sulfuro.

El mineral se formó en una pulpa en una celda de flotación hasta una consistencia apropiada para flotación. Los sulfuros se eliminaron por flotación utilizando un recolector de
25 flotación de sulfuro apropiado. La pulpa se sometió a una etapa para deslamar y eliminar las partículas de lama de menos de 10 micrones que interfieren con la flotación de casiterita. El material de más de 10 micrones se acondicionó durante 2,0

min con 1,3 kg/ton de H_2SO_4 para efectuar un pH de pulpa de flotación de 2,5. Una flotación más gruesa se llevó a cabo en tres etapas utilizando 0,41 kg/ton de recolector del ejemplo 1 en la primera etapa y 0,092 kg/ton de recolector en la segunda y tercera etapa. Cada etapa consistía en 1,0 min de acondicionamiento y 3,0 min de flotación.

El concentrado más grueso obtenido se limpió dos veces mediante refluotación utilizando 0,047 kg/ton de mineral original del recolector empleado inicialmente en cada limpieza.

Los resultados se indican en la tabla siguiente:

TABLA VII

	<u>% Sn</u>	<u>% Distribución de Sn₂</u>
Suministro de Flotación (calculado)	0,39	100,0
Concentrado más grueso	0,80	90,7
Cerniduras más gruesas	0,06	9,3
Concentrado limpiado dos veces	4,36	79,0

N-(3-carboxiacriloil)-N-octadecil aspartato trisódico

Ejemplo 8

Flotación de calcita

Análisis Mineral: 56% $CaCO_3$ con SiO_2 como principal constituyente de ganga.

El mineral se molió hasta una malla de menos 200 al 82%, se acondicionó con 2,2 kg/ton de Na_2SiO_3 y 1,1 kg/ton de Na_2CO_3 durante 3 min. La flotación se efectúa en cuatro etapas utilizando 0,041 kg/ton de mineral de recolector del ejemplo 1 y 0,11 kg/ton de mineral de aceite de combustible nº 5 en cada etapa, para una utilización total de recolector de 0,148 kg/ton. Cada etapa consistía en 0,5 min de acondicionamiento y 1,0 min de flotación. El espumante era como en el ejemplo 1.

Los resultados se indican en la tabla siguiente:

TABLA VIII

	<u>% CaCO₃</u>	<u>% Distribución de CaCO₃</u>
Suministro de Flotación	56,5	100,0
5 Concentración más gruesa	83,6	92,0

N-(3-carboxiacriloil)-N-octadecil aspartato sódico

Ejemplo 9

Flotación de Casiterita

10 Análisis mineral: 0,78% Sn con turmalina como constituyente de ganga principal y cuarzo como el menor.

El mineral se molió hasta una malla de menos 200 a 90% y se deslamó para eliminar las partículas de menos de 10 micrones. El material de más de 10 micrones se convirtió en pulpa hasta una consistencia apropiada con agua en una máquina de
15 flotación y se acondicionó con H₂SO₄ hasta pH 2,5. La flotación más gruesa se llevó a cabo en cinco etapas mediante adición de 0,041 kg de recolector por tonelada de mineral en cada etapa para una adición total de recolector de 0,186 kg/ton. El tiempo de flotación total fué de 10 min. El concentrado
20 más grueso se limpió tres veces a pH 2,5 mediante refluotación utilizando 0,041 kg de recolector por tonelada de mineral original en cada etapa de limpieza. Los resultados se indican en la siguiente tabla:

	<u>% Sn</u>	<u>% Distribución de Sn</u>
25 Suministro de flotación	0,80	100,0
Cerniduras más gruesas	0,08	4,95
Cerniduras más limpias combinadas	0,55	24,30

Concentrado final

3,72

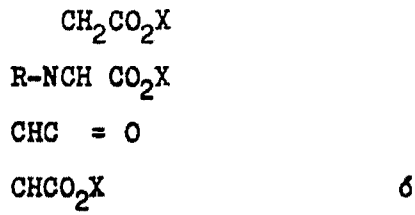
70,75

5 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

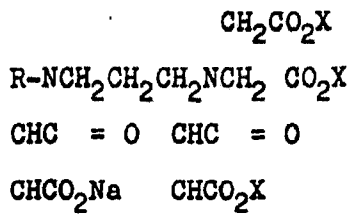
REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento mejorado de flotación de minerales, para beneficiar un mineral de minerales no sulfurados tales como sulfatos, carbonatos, fluoruros, tungstos, fosfatos u óxidos, que comprende molar el mineral hasta un tamaño de flotación; formar una pulpa en agua con el mineral molido, caracterizado porque comprende someter la pulpa a flotación por espuma con una sal trivalente de ácido N-(3-carboxiacriloil)-N-octadecil aspártico de la fórmula

5
10



una sal tetravalente de ácido N-(3-carboxi-N-octadecilacrilamido)propil 7-N-(3-carboxiacriloil)aspártico de la fórmula:



15
20

en donde R es un grupo alquilo de cadena larga que contiene 2 a 22 átomos de carbono y X es sodio, potasio o amonio, y los mono- o di-alquil ésteres de los mismos, donde el grupo alquilo contiene de 1 a 13 átomos de carbono.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el recolector se utiliza en la gama de 0,17 a 0,33 kg/ton de mineral.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se efectúa a cabo la flotación por espuma en etapas con utilización parcial de recolector en cada etapa de manera que se proporciona una utilización de recolector total

en la gama de 0,11 a 0,56 kg/ton de mineral.

4.- Procedimiento mejorado de flotación de minerales, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5 Esta Memoria consta de 15 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 2 JUL 1977

AMERICAN CYANAMID COMPANY

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMBO
p.p. Firmado: Alejandro Calle López