

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 368 793**

51 Int. Cl.:
B03D 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **07728212 .7**
96 Fecha de presentación: **18.04.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **2012930**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **14.01.2009**

54 Título: **FLOTACIÓN INVERSA POR ESPUMA DE MINERAL DE CALCITA.**

30 Prioridad:
21.04.2006 US 793920 P
21.04.2006 EP 06112893

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.11.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.11.2011

73 Titular/es:
AKZO NOBEL N.V.
VELPERWEG 76
6824 BM ARNHEM, NL

72 Inventor/es:
KLINGBERG, Anders y
HENRIKSSON, Elisabeth

74 Agente: **de Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 368 793 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Flotación inversa por espuma de mineral de calcita.

La invención se refiere a un método de flotación por espuma de un mineral de carbonato de calcio que contiene silicatos como impurezas. Según la invención, la flotación por espuma se realiza usando una combinación específica de compuestos de amonio cuaternario, concentrándose el silicato en la parte en flotación.

El uso de compuestos de amonio cuaternario como agentes colectores en procedimientos de flotación inversa por espuma para minerales de calcita se conoce desde hace mucho tiempo. Véase por ejemplo, el documento US 4,995.965, en el que el carbonato de calcio y las impurezas, tales como silicatos, se separan por flotación del silicato y concentración del carbonato de calcio en la parte restante, en presencia de agentes colectores tales como metosulfato de metil-bis(2-hidroxipropil)cocoalquilamonio, cloruro de dimetil-didecilamonio, cloruro de dimetil-di(2-etilhexil)amonio, cloruro de dimetil-(2-etilhexil)cocoalquilamonio, cloruro de dicocoalquildimetilamonio y diacetato de N-sebo-alquil-1,3-diaminopropano. La memoria descriptiva de la patente también indica que también se pueden usar como agentes colectores los compuestos de amonio cuaternario como los representados por Arquad® 2C (cloruro de dimetil-dicocoalquilamonio) y una combinación de Duomac® T (diacetato de N-sebo-alquil-1,3-diaminopropano) y Ethomeen® 18/16 (alquilamina de cadena larga + 50 OE). El documento CA 1187212 también sugiere que las aminas de dimetil-dialquil C₈₋₁₆, dimetil-alquil C₁₀₋₂₂-bencilo y bis-imidazolina (C₁₂₋₁₈), y sus sales, pueden usarse como agentes colectores. Sin embargo, la combinación de agentes colectores que se reivindica en la presente memoria descriptiva no se describe ni se sugiere.

El documento US 5,720.873 propone solucionar las deficiencias presentadas por el procedimiento del documento US 4,995.965 usando una combinación de compuestos de amonio cuaternario y una amina alcoxilada. De forma similar, el documento AT 397047 muestra el uso de una combinación de un compuesto de amonio cuaternario y una (di)amina éter, que ser una (di)amina alcoxilada. Aunque se mejoraron varias propiedades, todavía no se considera que las prestaciones de dichas combinaciones sean óptimas. Estas referencias no muestran el uso de las combinaciones de compuestos reivindicadas en la presente memoria.

Se señala que el documento DE 19602856 propone el uso de esterquats biodegradables como agentes colectores en un procedimiento de flotación inversa por espuma. Sin embargo, se encontró que dichos esterquats se degradan por hidrólisis y/o biológicamente durante la etapa de flotación, particularmente en el procedimiento típico en el que se recicla la fase acuosa. En el procedimiento de flotación inversa por espuma de calcita, el ácido graso que se produce en esta degradación se une a la calcita y hace que el mineral flote, dando lugar a bajos rendimientos.

Por lo tanto, hay una necesidad constante de optimizar y/o encontrar alternativas para el procedimiento de flotación inversa por espuma de minerales de carbonato de calcio. A este respecto, es particularmente importante que la cantidad de material insoluble en medio ácido en el producto sea tan baja como sea posible, que el rendimiento del producto sea tan alto como sea posible y que se obtenga un producto de alta calidad (particularmente brillo). Se debe comprender que la reducción de la cantidad de material insoluble en medio ácido y el aumento del rendimiento son dos objetivos mutuamente contradictorios. Más específicamente, la reducción de la cantidad de material insoluble en medio ácido se obtiene típicamente con la puesta a flote de una gran cantidad de material, pero esto reduce el rendimiento y viceversa.

Sorprendentemente, se ha encontrado que cuando se pone a flote carbonato de calcio que contiene silicatos como impurezas, se puede obtener un rendimiento muy alto y/o una alta selectividad (bajo contenido de material insoluble en medio ácido) si el procedimiento de flotación inversa por espuma comprende el uso de dos o más agentes colectores diferentes, donde al menos dos agentes colectores se eligen entre el grupo específico de compuestos de amonio cuaternario (*quats*), con la condición de que estos dos agentes colectores sean compuestos químicos diferentes. Dicho grupo de quats consiste en los dos subgrupos siguientes: compuestos de grupo graso di-(alquilo inferior) bencilo amonio cuaternario y compuestos de di-(grupo graso) di-(alquilo inferior) amonio cuaternario. Se señala que esto significa que al menos uno de los agentes colectores (el primer agente colector) se elige entre uno de los dos subgrupos especificados mientras que al menos otro agente colector (el segundo agente colector) se elige entre el otro de estos dos subgrupos. Sorprendentemente, el uso de una combinación de dos o más de dichos quats diferentes producen un comportamiento sinérgico de los agentes colectores. Además, se señala que el término "inferior", como en alquilo inferior, se usa para indicar de 1 a 7 átomos de carbono, mientras que el grupo graso se define como un grupo que tiene de 8 a 36 átomos de carbono.

En cualquier modo de realización según la invención, el primer agente colector se usa preferiblemente en una primera etapa de flotación del procedimiento, que puede comprender más de una subetapas de flotación, y el segundo agente colector se usa en otra etapa de flotación, que también puede comprender más de una subetapas de flotación. Alternativamente, los dos agentes colectores diferentes se usan ambos al mismo tiempo en una o más

de las (sub)etapas. Incluso es posible que todas las subetapas de flotación se combinen en una única etapa de flotación.

5 Se han obtenido resultados particularmente buenos cuando se elige un agente colector del subgrupo de quats de grupo graso di-(alquilo inferior) bencilo, mientras que el otro agente colector se elige entre el grupo de quats de di-(grupo graso) di-(alquilo inferior). Por lo tanto, en un modo de realización específico, la invención se refiere a un procedimiento de flotación inversa por espuma que comprende una o más etapas de flotación en las que se usan dichos compuestos particulares. Se prefiere que el uno o más quats de grupo graso di-(alquilo inferior) bencilo se usen al menos en determinada etapa de flotación, mientras que el otro agente colector se use en una etapa de flotación posterior.

10 Si se usan agentes colectores en más de una etapa, estas etapas se pueden realizar en cualquier orden. Opcionalmente, solo hay una única etapa que implique el uso de ambos agentes colectores. Se prefieren los procedimientos con dos o más etapas que impliquen el uso de agentes colectores.

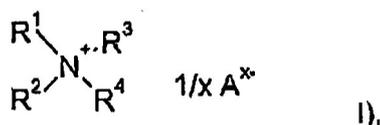
15 Se observó que añadir un agente colector, bien solo o en combinación, de una vez (en una etapa) es menos eficiente que usar el agente colector en varias subetapas. Por lo tanto, un modo de realización de la invención se refiere al uso de dos o más agentes colectores, añadiéndose al menos uno de los agentes colectores en dos o más subetapas. La experimentación actual se limitó a procedimientos en los que se usó todo un agente colector en una primera etapa y todo el otro agente colector se usó en una etapa subsiguiente, estando una de estas etapas o ambas etapas opcionalmente divididas en dos o más subetapas. Sin embargo, el procedimiento puede ser optimizado adicionalmente, por ejemplo usando primero un agente colector en una o más subetapas seguido por el uso del otro en una o más subetapas, seguido por una o más subetapas usando el primer agente colector de nuevo, etc. Permutaciones similares de dichas secuencias potenciales están dentro del alcance de las reivindicaciones presentes. La cantidad mínima de cada agente colector que debe ser usada en cada subetapa depende de la composición que se va a procesar. La cantidad se debería elegir de forma que al menos se produzca la formación de espuma. La máxima cantidad que debe ser usada en cada una de las etapas también depende de la composición que va a ser tratada. Niveles demasiado elevados no son económicos porque también tienen una influencia negativa en sobre el rendimiento del mineral.

20 En otro modo de realización de la invención, los dos agentes colectores separados se usan en una secuencia específica en la que el primer agente colector se usa en una primera etapa y se elige entre los quats de grupo graso di-(alquilo inferior) bencilo y el segundo agente colector se usa en una etapa subsiguiente y se elige entre los quats de di-(grupo graso) di-(alquilo inferior).

25 Se señala que en los presentes procedimientos de flotación por espuma, el mineral que se va a tratar debería triturarse de forma que se procesen partículas muy pequeñas. Se prefiere un d_{80} de menos de 1 mm, preferiblemente menos de 0,3 mm, lo que significa que al menos el 80% de las partículas tienen un tamaño de partícula de menos de 1 mm, preferiblemente menos de 0,3 mm (determinado por tamizado). Tecnologías más antiguas que usan partículas más gruesas (con un d_{50} de aproximadamente 2 mm de tamaño) no son comparables porque dichas partículas gruesas no se pueden poner a flote, lo que produce rendimientos y/o calidades muy pobres.

30 Los compuestos de amonio cuaternario usados como agentes colectores son productos químicos disponibles comercialmente que se pueden usar en forma pura o en forma de una mezcla de compuestos. Generalmente, se trata de esto último en el caso de que la fracción ácido graso del compuesto se base en una fuente natural que típicamente comprende varios grupos funcionales de ácido graso, es decir: la longitud y la saturación del grupo graso varía, como es bien conocido en la técnica.

Los quats de grupo graso di-(alquilo inferior) bencilo pueden estar representados por la formula I,



45 en la que R^1 representa un grupo graso, preferiblemente un grupo que tiene 8-36 átomos de carbono; opcionalmente este hidrocarburo está insaturado y/o sustituido con uno más grupos hidroxilo, preferiblemente es un grupo alquilo o alquenilo C_{10-22} , más preferiblemente C_{16-20} , que puede ser lineal o ramificado. Dicho grupo alquenilo puede tener uno o más restos insaturados. La longitud de cadena óptima está a menudo determinada por la cantidad de formación de espuma observada en el procedimiento. Las cadenas más cortas tienden a aumentar la formación de espuma (una excesiva formación de espuma puede llevar a un rendimiento reducido), las cadenas más largas y el uso de grupos bencilo pueden reducir la formación de espuma, pero también pueden llevar a problemas de

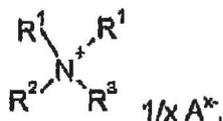
5 solubilidad en el procedimiento de formación de espuma. Los ácidos grasos adecuados a partir de los que se pueden obtener estos grupos incluyen, pero sin limitarse a ellos: el ácido láurico, mirístico, palmítico, esteárico, araquídico, palmítico, oleico, linoleico, gadoleico, behénico, ricinoleico, lignocérico y eleostearico. Preferiblemente R¹ se obtiene a partir de grasas y aceites naturales. Se obtuvieron muy buenos resultados usando grupos derivados del sebo. También se puede usar sebo hidrogenado y parcialmente hidrogenado. La hidrogenación reduce la formación de espuma, pero si esta reducción es adecuada o aceptable se puede preferir por facilidad de manipulación (debido a su forma física).

10 R², R³ y R⁴ se eligen, independientemente, entre los grupos bencilo y alquilo inferior (incluyendo grupos cicloalquilo opcionalmente sustituidos con alquilo inferior) que pueden estar opcionalmente sustituidos con uno o más grupos hidroxilo si están presente 2 ó más átomos de carbono. Preferiblemente R², R³ y R⁴ son bencilo o alquilo con 1 a 5 átomos de carbono, más preferiblemente 1-3 átomos de carbono, lo más preferible metilo, con la condición de que 1 entre todos los R², R³ y R⁴ sea bencilo.

A es un contraión aniónico convencional, preferiblemente elegido entre cloruro, bromuro, metosulfato, carbonato, bicarbonato, y alquil C₁₋₃-carbonato, y x es la carga del ión A.

15 Los agentes colectores adicionales usados según la invención se representan por:

- quats de di-(grupo graso) di-(alquilo inferior), estando dichos compuestos representados por la fórmula:



20 donde A, x, R² y R³ tienen el mismo significado que el dado anteriormente para la fórmula I y cada uno de los R¹ representa, independientemente, un grupo graso, preferiblemente un grupo que tiene 8-36 átomos de carbono; opcionalmente este hidrocarburo está insaturado y/o sustituido con uno o más grupos hidroxilo, preferiblemente es un grupo alquilo o alqueno C₈₋₂₂, más preferiblemente C₁₀₋₁₈, que puede ser lineal o ramificado. Dicho grupo alqueno puede tener uno o más restos insaturados. La longitud de cadena óptima está a menudo determinada por la cantidad de formación de espuma observada en el procedimiento. Las cadenas más cortas tienden a aumentar la formación de espuma (una excesiva formación de espuma puede llevar a un rendimiento reducido), las cadenas más largas y el uso de grupos bencilo pueden reducir la formación de espuma, pero también pueden llevar a problemas de solubilidad en el procedimiento de formación de espuma. Los ácidos grasos adecuados a partir de los que se pueden obtener estos grupos incluyen, pero sin limitarse a ellos: el ácido láurico, mirístico, palmítico, esteárico, araquídico, palmítico, oleico, linoleico, gadoleico, behénico, ricinoleico, lignocérico y eleostearico. Preferiblemente R¹ se obtiene a partir de grasas y aceites naturales. Ejemplos de compuestos de di-(grupo graso) di-(alquilo inferior) amonio cuaternario son el cloruro de dimetil-didécil-amonio, cloruro de dimetil-dicicloalquilamonio, cloruro de dimetil-dicocoamonio, cloruro de dimetil-dilaurilamonio, cloruro de dimetil-diestearilamonio, cloruro de dimetil-disebo-alquilamonio y sus correspondientes sales de metilsulfato. Se obtuvieron resultados muy buenos usando el compuesto más preferido, es decir el cloruro de dimetil-dicocoamonio.

35 Los agentes colectores pueden ser aplicados en el procedimiento en cantidades convencionales. De forma adecuada, se usan en una cantidad total de 50-2.000 gramos por tonelada métrica (Tm) de mineral. Como se ha indicado, se pueden usar en una etapa combinada o en varias etapas. Sin embargo, se observó que puede ser beneficioso aplicar al menos uno de los agentes colectores en varias porciones, donde la adición de cada porción puede ser considerada como una nueva etapa del procedimiento. Se encontró que dicho procedimiento en varias etapas produjo una mayor eficacia de los agentes colectores, haciendo posible el uso de menos agente colector y a la vez obteniendo el mismo rendimiento y calidad del producto, o usar la misma cantidad de agente colector y obtener un rendimiento y/o calidad de producto mejorados. Se señala que en cada etapa de flotación debe haber una cantidad eficaz de agente colector. Aunque no se puede predecir cuánto es necesario de una manera exacta, ya que esto depende del tipo de mineral, calidad del agua, productos químicos utilizados, etc., cada uno de los agentes colectores según la invención, cuando se usa en determinadas etapas, debe ser utilizado en dicha etapa en una cantidad de 5 a 2.000 gramos por tonelada métrica (Tm) de mineral. Preferiblemente, la menor cantidad usada en una etapa es de 10 gramos o más, más preferiblemente 25 gramos o más y lo más preferiblemente 30 gramos o más por tonelada métrica (Tm) de mineral. Preferiblemente, la mayor cantidad usada en una etapa es de 1.000 gramos o menos, más preferiblemente 500 gramos o menos y lo más preferiblemente 300 gramos o menos por tonelada métrica (Tm) de mineral.

Usando un procedimiento según la invención, se encontró que se podría obtener un mineral con elevados rendimientos, con bajos niveles de insolubles en medio ácido y con buen brillo. Además, se observó que el uso de

una combinación de agentes colectores mostró un comportamiento sinérgico. Con el fin de obtener un mineral con un brillo específico, la cantidad total de agente colector y agente co-colector que debe utilizarse es menor que la que se esperaría en función del efecto de cada uno de los agentes colectores individuales. Además, se observó que la cantidad de material insoluble en medio ácido en el mineral final es menor que la que se esperaría en función de los resultados para los agentes colectores individuales.

En el procedimiento según la presente invención se prevé que se puedan usar aditivos adicionales para optimizar el rendimiento y/o calidad del procedimiento de flotación inversa por espuma. Este es el caso particularmente si el mineral no está solo contaminado con silicatos sino que también comprende contaminantes del mineral que son más hidrófobos que las partículas del mineral. Los aditivos típicos que se pueden usar para contribuir en la eliminación de estos contaminantes son sustancias con una solubilidad en agua inferior que la solubilidad en agua de los agentes colectores que se van a usar y que se unen a los contaminantes hidrófobos del mineral. Ejemplos de dichos contaminantes hidrófobos son varios sulfuros y grafito (carbón). Ejemplos de aditivos convencionales que se pueden usar para eliminar algunos de estos contaminantes hidrófobos incluyen, pero sin limitarse a ellos, aceites, incluyendo los hidrocarbonados, tales como fuel, aceite de pino, aceite de alquitrán de pino y queroseno, aceites polares, ácidos cresílico, alcoholes tales como poliglicoles por ejemplo polipropilenglicoles con 3-7 unidades propoxi, 4-metil-2-pentanol y 2-etilhexanol, éteres tales como el 1,1,3-trietoxi-butano, ésteres y algunas aminas alcoxiladas como se describe, por ejemplo, en el documento US 5,720.873 mencionado anteriormente. Estos aditivos se pueden usar en el procedimiento en cantidades convencionales. De forma adecuada se usan en una cantidad de 10-1.000 gramos por tonelada métrica (Tm) de mineral.

En la aplicación de la presente invención, es posible añadir, además de los aditivos mencionados anteriormente, otros aditivos que son bien conocidos en la flotación por espuma. Ejemplos de dichos aditivos son agentes de ajuste de pH tales como carbonato de sodio e hidróxido de sodio, antiespumantes tales como almidón, madera de quebracho, tanino, dextrina y goma guar, y polielectrolitos tales como polifosfato y silicato alcalino (vidrio soluble), que tienen un efecto dispersante a menudo combinado con un efecto antiespumante. Otros aditivos convencionales son agentes formadores de espuma tales como metil-isobutilcarbinol, trietoxibutano y óxido de polipropileno y sus alquil éteres. Como se ha indicado, estos agentes formadores de espuma también pueden usarse para eliminar los contaminantes hidrófobos del mineral, si están presentes. Si es necesario, también se pueden usar otros agentes colectores convencionales en combinación con los agentes colectores reivindicados en la presente memoria.

La invención se puede esclarecer mediante los siguientes ejemplos.

30 Experimental

Materiales usados:

Arquad® 2C-75	cloruro de dicoco-dimetilamonio (75% p/p) en isopropanol (15% p/p) y agua (10% p/p) de Akzo Nobel
35 Arquad® TB	cloruro de sebo-dimetil-bencilamonio en isopropanol (15% p/p) y agua (10% p/p) de Akzo Nobel
Lilafлот® GS 13	una mezcla de 30-70% de 2-etilhexanol y 70-30% de hidrocarburos (destilado (petróleo) hidrotratado ligero) de Akzo Nobel, que se usa para poner a flote el grafito

Procedimiento

El contenido en insolubles en medio ácido se analiza mezclando, a temperatura ambiente en un vaso de precipitado de vidrio equipado con un agitador magnético, una cantidad de mineral que contiene un mínimo de 0,02 g de insolubles en medio ácido y 100 ml de agua desmineralizada. A continuación, se añade cuidadosamente, con agitación, una disolución de ácido clorhídrico al 37% hasta que no hay más evolución de CO₂. Subsiguientemente, se pone un vidrio de reloj sobre el vaso de precipitado de vidrio y se mantiene en ebullición suave la muestra durante 15 minutos. Después de enfriar a temperatura ambiente, el contenido de insolubles en medio ácido se determina por gravimetría de forma convencional usando un filtro de membrana Versapor® 1200 de Pall Corp. Con un diámetro de 47 mm y un tamaño de poro de 1,2 µm. Antes de determinar el peso, se lava el residuo sobre el filtro con agua desmineralizada y se seca en un horno a 105°C hasta pesada constante.

El brillo de un material se determina micronizando 75 g de material. Se usan 15 g del polvo resultante para fabricar una pastilla con una prensa Omyapress 2000 y se mide el brillo de la pastilla a 457 nm según la norma ISO T 452 usando un espectrofotómetro Elrepho® 3000 de Datacolor con una placa de apertura XLAV.

La micronización de la muestra se realiza mezclando aproximadamente 75 g de material sólido con 100 mL de agua en presencia de 0,4 g de Dispex A40 de Ciba en un molino coloidal convencional de 1 L, que comprende 550 mL de

bolas de zircón de 1 mm. La molienda se realiza a 700 rpm durante 35 minutos o más hasta que el d_{60} de las partículas, determinado mediante métodos convencionales de difracción de luz, está por debajo de $2 \mu\text{m}$.

5 Un mineral de calcita que contenía aproximadamente 4,5% en peso de impurezas (incluyendo silicatos, pirita y grafito) se muele en un molino de rodillos de laboratorio de acero inoxidable de forma que el d_{50} es de $63 \mu\text{m}$ o inferior y el d_{34} es de $32 \mu\text{m}$ o inferior. El tamaño de partícula se determina usando tamaños de tamiz de 200, 125, 100, 63, 40 y $32 \mu\text{m}$. Después de la etapa de molienda, se determina que la cantidad de insolubles en medio ácido en las partículas más pequeñas de $32 \mu\text{m}$ es de 2,9% en peso (% p/p).

10 Los experimentos de flotación por espuma se realizaron transfiriendo 0,5 kg de mineral molido a una célula de flotación de 1,5 L (máquina de flotación de laboratorio tipo Denver Modelo D-12 de Sepor Inc.). Después de dilución con agua hasta un total de 1,4 L, se añadieron 10 mL de disolución madre del o de los agentes colectores, comprendiendo opcionalmente aditivos adicionales. Después de agitar la mezcla durante 2 minutos, se abrió la entrada de aire y se retiró la espuma durante 2 minutos. Cada etapa del procedimiento de adición de disolución madre, agitación de la mezcla y formación de espuma se repitió tantas veces como se indica en las tablas. En la última etapa de flotación, se realizó la flotación durante 5 minutos en lugar de 2. Tanto el resto no flotado como los productos flotados se secaron, se pesaron y se analizó su contenido en insolubles en medio ácido. En el residuo no flotado se analizó el brillo así como los productos obtenidos combinando productos espumados y material no flotado en proporciones iguales al peso del resultante experimental de estos productos, estimando de esta forma el brillo después de cada etapa de flotación subsiguiente.

Los agentes colectores usados y los resultados obtenidos se recogen en las siguiente tablas.

20 **Ejemplo comparativo A**

Se preparó una disolución madre en agua que contenía 0,94% p/p de Arquad 2C 75 y 0,06% p/p de Lilafлот GS 13. En la tabla 1 se da la dosis total (de Arquad 2C-75 y Lilafлот GS 13) junto con las etapas que se realizaron.

Tabla 1

Etapa	Dosis total (g/Tm)	Insolubles en medio ácido en los sólidos no flotados (% p/p)	Recuperación de la calcita (% p/p)	Brillo de los sólidos no flotados (%)
1	200	3,93	97,46	Nm
2	400	0,52	94,74	Nm
3	500	0,11	92,49	Nm
4	600	0,04	89,56	94,75
5	700	0,03	86,62	95,15
Nm: No medido				

25 A partir de os datos se observa que para obtener un brillo de 95% se necesitan aproximadamente 660 g/Tm de Arquad 2C-74.

Ejemplo Comparativo B.

Se repitió el ejemplo A, excepto que se usó Arquad TB en lugar de Arquad 2C-75. Los resultados se dan en la tabla 2.

Tabla 2

Etapa	Dosis total (g/Tm)	Insolubles en medio ácido en los sólidos no flotados (% p/p)	Recuperación de la calcita (% p/p)	Brillo de los sólidos no flotados (%)
1	200	4,27	97,49	Nm
2	400	0,32	91,66	Nm
3	500	0,05	85,05	94,70
4	600	0,02	78,18	95,18
Nm: No medido				

30 A partir de los datos se observa que para obtener un brillo de 95% se necesitan aproximadamente 560 g/Tm de Arquad TB.

Ejemplo 1a:

Se repitió el ejemplo A, excepto que la disolución madre contenía 0,38% p/p de Arquad 2C-75, 0,56% p/p de Arquad TB y 0,06% p/p de Lilafлот GS 13. Los resultados se recogen en la tabla 3a.

Tabla 3a

Etapa	Dosis total (g/Tm)	Insolubles en medio ácido en los sólidos no flotados (% p/p)	Recuperación de la calcita (% p/p)	Brillo de los sólidos no flotados (%)
1	200	4,36	98,1	Nm
2	400	0,29	92,1	94,2
3	500	0,04	86,58	95,4
4	600	0,02	81,37	95,6
5	700	0,01	76,7	95,6
Nm: No medido				

- 5 A partir de los datos se observa que para obtener un brillo de 95% se necesitan aproximadamente 460 g/Tm de un total de Arquad 2C-75 y Arquad TB.

Ejemplo 1b:

El ejemplo 1b es idéntico al ejemplo 1a con el fin de estudiar la reproducibilidad del ejemplo. Los resultados se dan en la tabla 3b.

10

Tabla 3b

Etapa	Dosis total (g/Tm)	Insolubles en medio ácido en los sólidos no flotados (% p/p)	Recuperación de la calcita (% p/p)	Brillo de los sólidos no flotados (%)
1	200	4,11	97,35	Nm
2	400	0,34	92,19	94,2
3	500	0,06	86,15	95,5
4	600	0,04	81,36	95,6
5	700	0,03	76,74	95,7
Nm: No medido				

A partir los datos se observa que para obtener un brillo de 95% se necesitan aproximadamente 455 g/Tm de un total de Arquad 2C-75 y Arquad TB y que la reproducibilidad del ensayo es buena.

Ejemplo 2

15

Se repitió el ejemplo 1, excepto que se prepararon dos disoluciones madre. La primera disolución madre contenía 0,94% p/p de Arquad TB y 0,06% p/p de Lilafлот GS 13. Esta disolución se usó en la etapa 1 y la formación de espuma de esta etapa se realizó durante 5 minutos. La segunda disolución madre contenía 0,94% p/p de Arquad 2C-75, 0,06% p/p de Arquad TB. Esta disolución se usó en las etapas 2-4. Los resultados se dan en la tabla 4.

Tabla 4

Etapa	Dosis total (g/Tm)	Insolubles en medio ácido en los sólidos no flotados (% p/p)	Recuperación de la calcita (% p/p)	Brillo de los sólidos no flotados (%)
1	220	3,65	95,73	Nm
2	320	0,95	92,39	87,22
3	420	0,10	90,05	93,99
4	520	0,04	88,02	94,90
Nm: No medido				

20

A partir de los datos se observa que para obtener un brillo de 95%, se necesitan aproximadamente 540 g/Tm de Arquad 2C-75 y Arquad TB.

Ejemplo 3

Se repitió el ejemplo 2 usando las mismas disoluciones madre. La primera disolución madre se usó en las etapas 1 y 2 y la segunda disolución madre se usó en las etapas 3-5. Los resultados se dan en la tabla 5.

Tabla 5

Etapa	Dosis total (g/Tm)	Insolubles en medio ácido en los sólidos no flotados (% p/p)	Recuperación de la calcita (% p/p)	Brillo de los sólidos no flotados (%)
1	200	3,99	97,4	Nm
2	330	0,69	92,4	92,6
3	430	0,09	88,2	94,9
4	530	0,04	85,7	95,2
5	630	0,03	83,8	95,3
Nm: No medido				

- 5 A partir de los datos se observa que para obtener un 95% de brillo se necesitan aproximadamente 440 g/Tm de Arquad 2C-75 y Arquad TB.

Ejemplo 4

Se repitió el ejemplo 2, excepto que se añadieron 11 mL de la primera disolución madre en la etapa 1 y 16,5 mL de la segunda disolución madre en la etapa 2. Los resultados se dan en la tabla 6.

10

Tabla 6

Etapa	Dosis total (g/Tm)	Insolubles en medio ácido en los sólidos no flotados (% p/p)	Recuperación de la calcita (% p/p)	Brillo de los sólidos no flotados (%)
1	220	3,61	95,83	Nm
2	550	0,05	83,38	95,07
Nm: No medido				

A partir de los datos se observa que para obtener un brillo de 95% se necesitan aproximadamente 550 g/Tm de Arquad 2C-75 y Arquad TB.

Los resultados se resumen en la tabla 7. Se presenta el nivel total de agentes colectores necesario para dar 95% de brillo, junto con la recuperación de la calcita (rendimiento) y la cantidad de insolubles en medio ácido para este nivel de dosis.

15

Tabla 7

Etapa	Dosis total (g/Tm)	Porcentaje de Arquad TB en el agente colector	Insolubles en medio ácido en sólidos no flotados (% p/p)	Rendimiento (% p/p)
A	660	0	0,04	87,8
B	560	100	0,03	80,9
1a + b	458	60	0,06	88,8
2	540	40	0,04	87,8
3	440	75	0,08	88,0
4	550	60	0,05	83,5

Se muestra claramente que la combinación de los dos agentes colectores produce una eliminación sinérgica de los contaminantes del mineral, mientras que el nivel de insolubles en los sólidos no flotados se mantiene a un nivel comparable.

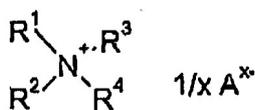
20

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento de flotación inversa por espuma para tratar un mineral de carbonato de calcio que contiene silicatos, comprendiendo dicho procedimiento una o más etapas de flotación en las que se usan dos o más agentes colectores en las etapas globales de flotación, eligiéndose al menos un agente colector entre el grupo que consiste en los siguientes subgrupos: compuestos de grupo graso di-(alquilo inferior) bencilo amonio cuaternario y compuestos de di-(grupo graso) di-(alquilo inferior) amonio cuaternario, y eligiéndose al menos uno de los otros agentes colectores entre el otro de estos subgrupos.

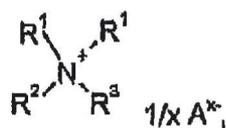
2.- El procedimiento según la reivindicación 1, que comprende al menos dos etapas en las que se usan uno o más agentes colectores de un primer subgrupo en la primera etapa y uno o más de los otros agentes colectores del otro subgrupo se usan en la segunda etapa, y en el que cada etapa puede consistir en dos o más subetapas.

3.- El procedimiento según la reivindicación 1 ó 2 en el que los compuestos de grupo graso di-(alquilo inferior) bencilo amonio cuaternario son de la fórmula



en la que R¹ representa un grupo graso, preferiblemente un grupo que tiene 8-36 átomos de carbono; opcionalmente este hidrocarburo está insaturado y/o sustituido con uno o más grupos hidroxilo, R², R³ y R⁴ se eligen, cada uno de ellos independientemente, entre los grupos bencilo y alquilo inferior que pueden estar opcionalmente sustituidos con uno o más grupos hidroxilo si están presentes 2 o más átomos de carbono, A es un contraión aniónico convencional y x es la carga del contraión, con la condición de que uno de todos los R², R³ y R⁴ sea bencilo.

4.- El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que dichos compuestos de di-(grupo graso) di-(alquilo inferior) amonio cuaternario se representan por la fórmula



en la que cada R¹ representa independientemente un grupo graso, preferiblemente un grupo que tiene 8-36 átomos de carbono; opcionalmente este grupo está insaturado y/o sustituido con uno o más grupos hidroxilo, y R₂ y R₃ se eligen, cada uno de ellos independientemente, entre los grupos alquilo inferior que pueden estar opcionalmente sustituidos con uno o más grupos hidroxilo si 2 ó más átomos de carbono están presentes, A es un contraión aniónico convencional y x es la carga del contraión.

5.- El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el agente colector elegido entre los compuestos de grupo graso di-(alquilo inferior) bencilo amonio cuaternario se usa en determinada etapa y el agente colector elegido entre los compuestos de di-(grupo graso) di-(alquilo inferior) amonio cuaternario se usa en una etapa posterior.

6.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que se usa una cantidad total de 50-2.000 gramos de agente colector por tonelada métrica (Tm) de mineral.

7.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que se usa un aditivo con una solubilidad en agua inferior a la solubilidad en agua de los agentes colectores para ayudar a la eliminación del mineral de los contaminantes más hidrófobos que el carbonato de calcio.

8.- Un procedimiento según la reivindicación 7, en el que se usan 10-2.000 gramos del aditivo por tonelada métrica de mineral.

9.- El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el mineral tratado tiene una distribución de tamaño de partícula tal que el d₈₀ es menor que 0,3 mm.