(19) **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

PATENTSCHRIFT

(12) **Ausschließungspatent**

(11) **DD 294 195 A5**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) **B 03 D 1/012**
B 03 D 1/02
B 03 D 103:02

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD B 03 D / 340 550 2	(22)	10.05.90	(44)	26.09.91

(71) siehe (73)
(72) Klimpel, Richard R.; Leonard, Donald E., US
(73) The Dow Chemical Company, Michigan 48640, US
(74) Patentanwälte Weickmann, Fincke, Huber, PSF 860 820, W - 8000 München 86, DE

(54) Verfahren zur Gewinnung von Mineralien durch Schaumflotation

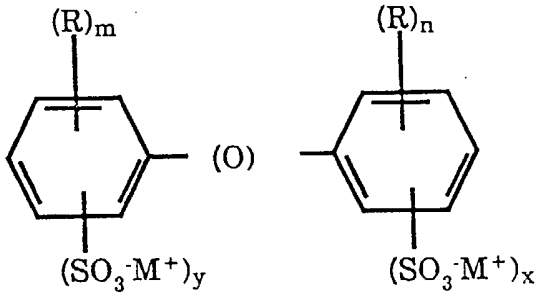
(55) Mineralien-Gewinnung; Schaumflotation; Kollektor Diaryloxidsulfonsäure oder deren Salze enthaltend
(57) Es wird ein Verfahren zur Gewinnung von Mineralien durch Schaumflotation in Gegenwart eines Kollektors, der eine alkylierte Diaryloxidsulfonsäure oder ein Salz davon und Mischungen solcher Säuren und Salze umfaßt, und worin mindestens ca. 20% der Sulfonsäure oder deren Salze monosulfoniert sind, unter solchen Bedingungen unterwirft, daß die zu gewinnenden Mineralien flotiert werden. Dieses Verfahren, bei dem man alkylierte Diaryloxid-monosulfonsäuren oder deren Salze oder Mischungen davon als Kollektoren verwendet, ist sehr gut zur Flotation von Mineralien, insbesondere von Oxidmineralien geeignet.

ISSN 0433-6461

18 Seiten

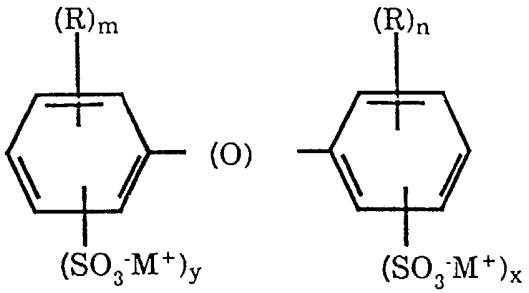
Patentansprüche:

1. Verfahren zur Gewinnung von Mineralien durch Schaumflotation, **dadurch gekennzeichnet,** daß man eine wäßrige, teilchenförmige Mineralien enthaltende Aufschlämmung einer Schaumflotation in Gegenwart eines Kollektors, der eine alkylierte Diaryloxidsulfonsäure oder ein Salz davon und Mischungen solcher Säuren und Salze umfaßt, und worin mindestens ca. 20% der Sulfonsäure oder deren Salze monosulfoniert sind, unter solchen Bedingungen unterwirft, daß die zu gewinnenden Mineralien flotiert werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß die Monosulfonsäure oder deren Salz der Formel entspricht:



worin jedes R unabhängig voneinander ein gesättigtes oder ungesättigtes Alkyl oder substituiertes Alkylradikal bedeutet; jedes m und n unabhängig voneinander 0, 1 oder 2 ist; jedes M unabhängig voneinander Wasserstoff, ein Alkalimetall, Erdalkalimetall, Ammonium oder substituiertes Ammonium bedeutet, und jedes x und y individuell 0 oder 1 sind, mit der Maßgabe, daß die Summe von x und y 1 ist.

3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet,** daß R eine Alkylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen ist.
4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet,** daß R eine Alkylgruppe mit 6 bis 24 Kohlenstoffatomen ist.
5. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet,** daß R eine Alkylgruppe mit 10 bis ca. 16 Kohlenstoffatomen ist.
6. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet,** daß R eine lineare oder verzweigte Alkylgruppe ist.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 6, **dadurch gekennzeichnet,** daß die Summe von m und n 2 ist.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** daß die Gesamtkonzentration des Kollektors mindestens 0,001 kg/metrischer Tonne beträgt und nicht größer als 5,0 kg/metrischer Tonne ist.
9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** daß mindestens 25% der Sulfonsäure oder des Salzes monosulfoniert sind.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet,** daß mindestens 40% der Sulfonsäure oder des Salzes monosulfoniert sind.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet,** daß mindestens ca. 50% der Sulfonsäure oder des Salzes monosulfoniert sind.
12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** daß das gewonnene Mineral Graphit umfaßt, und die wäßrige Aufschlämmung ferner Papierpulpe umfaßt.
13. Kollektorzusammensetzung für die Gewinnung von Mineralien durch Schaumflotation, **dadurch gekennzeichnet,** daß sie eine alkylierte Diaryloxidsulfonsäure oder ein Salz derselben oder Mischungen derartiger Säuren oder Salze enthält, worin mindestens 20% der Sulfonsäure oder ihres Salzes aus einer Monosulfonsäure oder ihrem Salz, welche der allgemeinen Formel



in der jedes R unabhängig voneinander einen gesättigten oder ungesättigten Alkyl- oder substituierten Alkylrest darstellt, jedes m und n unabhängig voneinander die Zahl 0, 1 oder 2 bedeuten kann, jedes M unabhängig voneinander Wasserstoff, Alkalimetall, Erdalkalimetall, Ammonium oder substituiertes Ammonium und jedes x und y die 0 oder 1 bedeuten, wobei die Summe von x und y = 1 sein muß, bestehen.

14. Zusammensetzung nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet,** daß R eine Alkylgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen ist.
15. Zusammensetzung nach Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet,** daß R eine Alkylgruppe mit 10 bis 16 Kohlenstoffatomen ist.
16. Zusammensetzung nach Anspruch 13 oder 14, **dadurch gekennzeichnet,** daß R eine geradkettige oder verzweigte Alkylgruppe ist.
17. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 13 bis 16, **dadurch gekennzeichnet,** daß die Summe von m und n = 2 ist.
18. Verwendung einer Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 13 bis 17, in einer Gesamtkonzentration von 0,001 bis 5,0 kg/metrische Tonne.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft die Gewinnung von Mineralien durch Schaumflotation.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Die Flotation ist ein Verfahren zur Behandlung einer Mischung von feinverteilten mineralischen Feststoffen, z. B. einem pulverisierten Erz, die in einer Flüssigkeit suspendiert sind, wobei ein Teil der Feststoffe von den anderen feinverteilten mineralischen Feststoffen, z. B. Siliciumdioxid, silikatischem Ganggestein, Tonnen und anderen ähnlichen Materialien, die in dem Erz vorhanden sind, abgetrennt werden durch Einführen eines Gases (oder Bereitstellung eines Gases in situ) in die Flüssigkeit, um eine schaumige Masse zu bilden, die bestimmte der Feststoffe an der Oberfläche der Flüssigkeit enthält, und andere feste Komponenten des Erzes suspendiert (ungeschäumt) läßt. Die Flotation basiert auf dem Prinzip, daß bei der Einführung eines Gases in eine Flüssigkeit, die feste Teilchen verschiedener Materialien darin suspendiert enthält, ein Haftenbleiben von Gas an bestimmten suspendierten Feststoffen aber nicht an anderen verursacht wird, und die Teilchen mit dem anhaftenden Gas deshalb leichter als die Flüssigkeit werden. Diese Teilchen steigen deshalb an die Oberfläche der Flüssigkeit und bilden einen Schaum.
Die Mineralien und ihr Ganggestein, die durch Schaumflotation behandelt werden, besitzen im allgemeinen nicht eine ausreichende Hydrophobizität oder Hydrophilizität, um eine ausreichende Trennung zu erlauben. Deshalb werden bei der Schaumflotation oft verschiedene chemische Reagenzien verwendet, um die notwendigen Eigenschaften für eine Trennung zu schaffen oder zu verstärken. Kollektoren werden verwendet, um die Hydrophobizität und damit die Flotabilität verschiedener Materialien zu verstärken. Kollektoren müssen die Fähigkeit besitzen (1), an der gewünschten Mineralart so anzuhaften, daß ein relativer Ausschluß anderer vorhandener Arten gewährleistet ist; (2) die Anhaftung bei mit einer Schaumflotation verbundenen Turbulenz oder Scherwirkung beizubehalten, und (3) müssen die gewünschte Materialart ausreichend hydrophob machen, um den gewünschten Trennungsgrad zu erlauben.
Zusätzlich zu den Kollektoren wird eine Vielzahl anderer chemischer Reagenzien verwendet. Beispiele für zusätzlich verwendete Reagenzien schließen ein Schaummittel, Sinkmittel, *p*H-Wert-Regulatoren, wie z. B. Kalk und Soda, Dispergiermittel und verschiedene Promotoren und Aktivatoren. Sinkmittel werden verwendet, um die Hydrophilizität verschiedener Mineralarten zu erhöhen oder zu verstärken und so ihre Flotation zu erniedrigen. Schaummittel sind Reagenzien, die dem Flotationssystem zugegeben werden, um die Bildung eines semi-stabilen Schaumes zu fördern.
Zum Unterschied zu Sinkmitteln und Kollektoren müssen Schaummittel nicht an Mineralteilchen anhaften oder adsorbiert werden.
Seit mindestens dem frühen 20. Jahrhundert wurde die Schaumflotation verbreitet in der Montanindustrie durchgeführt. Eine Vielzahl von Verbindungen sind bekannt zur Verwendung als Kollektoren, Schaummittel und als andere Reagentien für die Schaumflotation.
So sind z. B. Xanthate, einfache Alkylamine, Alkylsulfate, Alkylsulfonate, Carbonsäuren und Fettsäuren als brauchbare Kollektoren allgemein anerkannt. Als Schaummittel verwendbare Reagentien umfassen Alkohole mit niedrigem

Molekulargewicht, wie z. B. Methylisobutylcarbinol und Glykolether. Die in bestimmten Flotationsverfahren verwendeten spezifischen Additive werden abhängig von der Natur des Erzes, den Bedingungen, unter denen die Flotation stattfindet, dem zu gewinnenden Material und den anderen Additiven, die in Kombination damit verwendet werden, ausgewählt.
Obwohl eine Vielzahl von in der Schaumflotation brauchbaren chemischen Reagenzien für einen Fachmann bekannt sind, ist es ebenso bekannt, daß die Wirksamkeit bekannter Reagenzien stark von dem besonderen Erz oder den Erzen abhängt, die einer Flotation unterworfen werden, sowie von den Flotationsbedingungen. Es ist ferner bekannt, daß die Selektivität oder die Fähigkeit dazu, die gewünschten Arten unter Ausschluß unerwünschter Arten selektiv zu flotieren, ein besonderes Problem darstellt.
Mineralien und ihre begleitenden Erze werden im allgemeinen als Sulfide oder Oxide kategorisiert, wobei die letztere Gruppe Sauerstoff enthaltende Arten, wie z. B. Carbonate, Hydroxide, Sulfate oder Silikate enthält. Die als Oxide kategorisierte Gruppe von Mineralien enthält deshalb im allgemeinen irgendein Sauerstoff enthaltendes Mineral. Obgleich ein Großteil der heute vorhandenen Mineralien in oxidischen Erzen enthalten sind, richtet sich die Hauptmenge erfolgreicher Schaumflotationssysteme auf sulfidische Erze. Es ist bekannt, daß die Flotation oxidischer Mineralien wesentlich schwieriger ist als die Flotation sulfidischer Materialien und daß die Wirksamkeit der meisten Flotationsverfahren bei der Gewinnung oxidischer Erze begrenzt ist.
Ein mit der Gewinnung von sowohl oxidischen als auch sulfidischen Mineralien verbundenes Hauptproblem ist die Selektivität. Einige der bekannten Kollektoren, wie z. B. die oben erwähnten Carbonsäuren, Alkylsulfate und Alkylsulfonate, werden als wirksame Kollektoren für oxidische Mineralerze beschrieben. Obgleich die Verwendung dieser Kollektoren zu einer annehmbaren Gewinnung führen kann, ist es jedoch bekannt, daß die Selektivität für das gewünschte Mineral typischerweise ziemlich schlecht ist. Das heißt, der Grad oder der Prozentsatz der gewünschten Komponente, die in dem gewonnenen Mineral enthalten ist, ist unannehmbar niedrig.
Aufgrund des niedrigen Grades bei der Gewinnung oxidischer Mineralien, der unter Verwendung einer konventionellen, direkten Flotation erhalten wird, hat sich die Montanindustrie beim Versuch, eine annehmbare Gewinnung von Mineralien mit einer annehmbaren Qualität zu erhalten, im allgemeinen auf kompliziertere Verfahren ausgerichtet. Oxidische Erze werden oft vor der konventionellen Flotation in bestehenden kommerziellen Verfahren einer Sulfidierungsstufe unterworfen. Nachdem die oxidischen Mineralien sulfidiert sind, werden sie dann einer Flotation unter Verwendung bekannter Sulfidkollektoren unterworfen. Aber auch mit der Sulfidierungsstufe sind die Ausbeuten und die Qualität schlechter als gewünscht. Ein anderer Versuch zur Gewinnung oxidischer Erze ist die Flüssig-/Flüssig-Extraktion. Ein dritter Versuch, der zur Gewinnung oxidischer Erze verwendet wird, insbesondere von Eisenoxiden und Phosphaten, ist die reserve oder indirekte Flotation. In einer reversen Flotation wird die Flotation des Erzes mit den gewünschten Mineralien unterdrückt und das Ganggestein oder andere kontaminierende Stoffe werden flotiert. In einigen Fällen ist der kontaminierende Stoff ein Mineral, das ebenfalls wertvoll sein kann. Ein vierter Versuch zur Gewinnung von Mineralien beinhaltet eine chemische Auflösung oder Auslaugung.
Keine dieser bestehenden Verfahren der auf oxidische Erze gerichteten Flotation ist ohne Probleme. Im allgemeinen ergeben bekannte Methoden eine geringe Ausbeute oder eine geringe Qualität oder beides. Die niedrige Qualität der gewonnenen Mineralien wird als besonderes Problem bei der Flotation oxidischer Mineralien angesehen. Bekannte Gewinnungsverfahren waren bisher nicht wirtschaftlich durchführbar und deshalb wird ein großer Teil oxidischer Erze einfach nicht aufbereitet. Für einen Fachmann auf dem Gebiet der Schaumflotation besteht deshalb im allgemeinen ein großes Bedürfnis für eine verbesserte Selektivität bei der Flotation oxidischer Mineralien.

Ziel der Erfindung

Durch die Erfindung wird ein wirtschaftliches Verfahren zur Gewinnung qualitativ hochwertiger Mineralien durch Schaumflotation zur Verfügung gestellt.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein neues Verfahren zur Gewinnung von Mineralien durch Schaumflotation bereitzustellen.
Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von Mineralien durch Schaumflotation, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man eine wäßrige, teilchenförmige Mineralien enthaltende Aufschlämmung einer Schaumflotation in Gegenwart eines Kollektors, der Diaryloxid-Sulfonsäuren oder Salze davon oder Mischungen solcher Salze oder Säuren umfaßt, und worin mindestens ca. 20% der Sulfonsäuren oder Salze monosulfoniert sind, Bedingungen unterwirft, daß die zu gewinnenden Mineralien flotiert werden. Die gewonnenen Mineralien können das gewünschte Mineral sein, oder können unerwünschte kontaminierende Stoffe sein. Zusätzlich verwendet das erfindungsgemäße Schaumflotationsverfahren Schaummittel und andere auf diesem Gebiet bekannte Flotationsreagenzien.
Bei der praktischen Durchführung des erfindungsgemäßen Flotationsverfahrens ergeben sich Verbesserungen in der Selektivität und deshalb der Qualität der aus oxidischen und/oder sulfidischen Erzen gewonnenen Mineralien, bei im allgemeinen gleichzeitiger Beibehaltung oder Erhöhung der Gesamtausbeuten des gewünschten Minerals. Es ist überraschend, daß die Verwendung alkylierter Diphenyloxid-Monosulfonsäuren oder von Salzen davon zu konsistenten Verbesserungen in der Selektivität oder Ausbeute wertvoller Mineralien führt.
Das erfindungsgemäße Flotationsverfahren ist für die Gewinnung von Mineralien aus einer Vielzahl von Erzen brauchbar, die oxidische Erze sowie sulfidische Erze und gemischte Erze einschließen.
Nicht begrenzende Beispiele oxidischer Erze, die unter Verwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens flotiert werden können, schließen vorzugsweise ein Eisenoxide, Nickeloxide, Kupferoxide, Phosphoroxide, Aluminiumoxide und Titanoxide. Andere Arten von Sauerstoff enthaltenden Mineralien, die unter Verwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens flotiert werden können, schließen ein Carbonate, wie z. B. Calcit oder Dolomit, und Hydroxide, wie z. B. Bauxit.

Nicht begrenzende Beispiele für spezifische oxidische Erze, die unter Verwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens durch Schaumflotation angereichert werden können, schließen solche ein, die enthalten: Cassiterit, Hematit, Cuprit, Vallerit, Calcit, Talk, Kaolin, Apatit, Dolomit, Bauxit, Spinel, Korund, Laterit, Azurit, Rutil, Magnetit, Columbit, Ilmenit, Smithsonit, Anglesit, Scheelit, Chromit, Cerussit, Pyrolusit, Malachit, Chrysokoll, Zinkit, Massicot, Bixbyit, Anatas, Brookit, Wolframit, Uraninit, Gummit, Brucit, Manganit, Psilomelan, Goethit, Limonit, Chrysoberyl, Microlit, Tantalit, Topas und Samarskit. Das erfindungsgemäße Schaumflotationsverfahren ist brauchbar zur Aufarbeitung weiterer Erze, einschließlich oxidischer Erze, wobei das Oxid so definiert ist, daß es Carbonate, Hydroxide, Sulfate, Silicate sowie Oxide einschließt.
Das erfindungsgemäße Verfahren ist auch für die Flotation sulfidischer Erze brauchbar. Nicht begrenzende Beispiele für sulfidische Erze, die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren flotiert werden können, schließen solche ein, die enthalten: Chalcopyrit, Chalcocit, Galenit, Pyrit, Sphalerit, Molybdenit und Pentlandit.
Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren können auch Edelmetalle, wie z. B. Gold und Silber, und die Platingruppenmetalle gewonnen werden, wobei Platingruppenmetalle Platin, Ruthenium, Rhodium, Palladium, Osmium und Iridium umfassen. Solche Metalle werden z. B. manchmal zusammen mit oxidischen und/oder sulfidischen Erzen gefunden. Platin kann z. B. zusammen mit Troilit gefunden werden. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können solche Metalle in guter Ausbeute gewonnen werden.
Erze treten nicht immer als reine oxidische Erze oder als sulfidische Erze auf. In der Natur vorkommende Erze können sowohl Schwefel enthaltende und Sauerstoff enthaltende Mineralien umfassen, sowie eine geringe Menge an Edelmetallen, wie vorstehend angegeben. Aus diesen gemischten Erzen können Mineralien nach dem erfindungsgemäßen Verfahren gewonnen werden. Dies kann in einer zweistufigen Flotation geschehen, worin eine Stufe eine konventionelle Sulfidflotation zur primären Gewinnung sulfidischer Mineralien umfaßt und die andere Stufe der Flotation das Verfahren und die Kollektorzusammensetzung der vorliegenden Erifndung verwendet, um primär oxidische Mineralien und Edelmetalle, die vorhanden sein können, zu gewinnen. Alternativ können sowohl die Schwefel enthaltenden und die Sauerstoff enthaltenden Mineralien gleichzeitig mit dem erfindungsgemäßen Verfahren gewonnen werden.
Ein besonderes Merkmal des erfindungsgemäßen Verfahrens ist die Fähigkeit, verschiedene Mineralien differenziert zu flotieren. Ohne auf eine Theorie festgelegt zu werden, wird vermutet, daß die Suszeptilität verschiedener Mineralien gegenüber der Flotation im erfindungsgemäßen Verfahren im Zusammenhang steht mit der Kristallstruktur der Mineralien. Insbesondere scheint eine Beziehung vorhanden zu sein zwischen dem Verhältnis der Kristallkantenlängen zu der Kristalloberfläche auf der Basis einer Flächeneinheit. Mineralien mit einem höheren Verhältnis scheinen im Vergleich zu Mineralien mit einem niedrigeren Verhältnis bevorzugt zu flotieren. Mineralien, deren Kristallstruktur 24 oder mehr Flächen (Gruppe I) besitzt, flotieren im allgemeinen wahrscheinlicher als Mineralien mit 16 bis 24 Flächen (Gruppe II). Gruppe-III-Mineralien, die Mineralien mit 12 bis 16 Flächen umfassen, kommen in der Rangordnung eines bevorzugten Flotierens als nächstes, gefolgt von den Mineralien der Gruppe IV, die 8 bis 12 Flächen besitzen.
Im erfindungsgemäßen Verfahren werden im allgemeinen Mineralien der Gruppe I vor Mineralien der Gruppe II flotieren, und diese wieder vor Mineralien der Gruppe III, und diese wieder vor Mineralien der Gruppe IV. Unter vorherigem Flotieren oder bevorzugtem Flotieren wird verstanden, daß die bevorzugten Spezies bei geringen Dosierungen (Menge) des verwendeten Kollektors flotieren wird. Das heißt, daß ein Mineral der Gruppe I bei einer sehr geringen Dosierung gesammelt werden kann. Bei Erhöhung der Dosierung und/oder der Entfernung der meisten der Mineralien der Gruppe I wird ein Mineral der Gruppe II gesammelt und so weiter.
Für einen Fachmann auf diesem Gebiet ist es erkennbar, daß diese Gruppierungen keine absoluten Gruppierungen sind. Verschiedene Mineralien können verschiedene mögliche Kristallstrukturen besitzen. Ferner kann die Größe von in der Natur vorkommenden Kristallen ebenfalls variieren, was die Leichtigkeit, mit der verschiedene Mineralien flotiert werden können, beeinflußt. Ein zusätzlicher Faktor, der die bevorzugte Flotation beeinflußt, ist der Aufbereitungsgrad. Innerhalb einer Gruppe, d. h. von Mineralien, dessen Kristalle ähnliche Kantenlänge/Oberflächenverhältnisse besitzen, werden außerdem diese Faktoren und andere darauf Einfluß nehmen, welches Glied der Gruppe zuerst flotiert.
Ein Fachmann auf diesem Gebiet kann leicht durch Prüfen der mineralogischen Standardcharakterisierung verschiedene Mineralien bestimmen, zu welcher Gruppe ein Mineral gehört. Diese Charakterisierungen sind z. B. im Manual of Mineralogy, 19. Auflage, Cornelius S. Hurlbut, Jr. und Cornelis Klein (John Wiley and Sons, New York, 1977) verfügbar. Nicht beschränkende Beispiele für Mineralien der Gruppe I umfassen Graphit, Nicolit, Covellit, Molybdenit und Beryll.
Nicht beschränkende Beispiele für Mineralien der Gruppe II umfassen Rutil, Pyrolusit, Cassiterit, Anatas, Calomel, Torbernit, Autunit, Marialit, Meionit, Apophyllit, Zirkon und Xenotim.
Nicht beschränkende Beispiele für Mineralien der Gruppe III umfassen Arsenic, Greenockit, Millerit, Zincit, Korund, Hematit, Brucit, Calcit, Magnesit, Siderit, Rhodochrosit, Smithsonit, Sodaniter, Apatit, Pyromorphit, Mimetit und Vanadinit.
Nicht beschränkende Beispiele für Mineralien der Gruppe IV umfassen Schwefel, Chalcocit, Chalcopyrit, Stibnit, Wismuthinit, Loellingit, Marcasit, Massicot, Brookit, Boehmit, Diaspor, Goethit, Samarskit, Atacamit, Aragonit, Witherit, Strontianit, Cerussit, Phosgenit, Niter, Thenardit, Barit, Celestit, Anglesit, Anhydrit, Epsomit, Antlerit, Caledonit, Triphylit, Lithiophilit, Heterosit, Purpurit, Variscit, Strengit, Chrysoberyl, Scorodit, Descloizit, Mottramit, Brazilianit, Olivenit, Libethenit, Adamit, Phosphoranylit, Childrenit, Eosphorit, Scheelit, Powellit, Wulfenit, Topas, Columbit und Tantalit.
Wie vorstehend besprochen, wird angenommen, daß diese Gruppierungen dazu nützlich sind, um anzugeben, welche Mineralien bevorzugt flotieren werden. Der Kollektor und das Verfahren der vorliegenden Erfindung sind jedoch zur Flotation verschiedener Mineralien verwendbar, die nicht in die obigen Kategorien passen. Diese Gruppierungen sind brauchbar zur Vorhersage, welche Mineralien bei der niedrigsten relativen Kollektordosis flotieren werden, aber nicht zur Bestimmung, welche Mineralien durch Flotation in dem erfindungsgemäßen Verfahren gesammelt werden können.
Die mit den erfindungsgemäßen Kollektoren aufgezeigte Selektivität erlaubt die Trennung kleiner Mengen unerwünschter Mineralien von den gewünschten Mineralien. Häufig ist z. B. die Gegenwart von Apatit ein Problem bei der Flotation von Eisen, oder die Gegenwart von Topas bei der Flotation von Cassiterit. Die erfindungsgemäßen Kollektoren sind deshalb in einigen Fällen bei der reversen Flotation nützlich, bei der das unerwünschte Mineral flotiert wird, wie z. B. bei der Wegflotierung von Topas von Cassiterit oder von Apatit von Eisen.
Zusätzlich zur Flotation natürlich vorkommender Erze sind das Flotationsverfahren und die Kollektorzusammensetzung der vorliegenden Erfindung nützlich bei der Flotation von Mineralien aus anderen Quellen. Ein solches Beispiel sind die

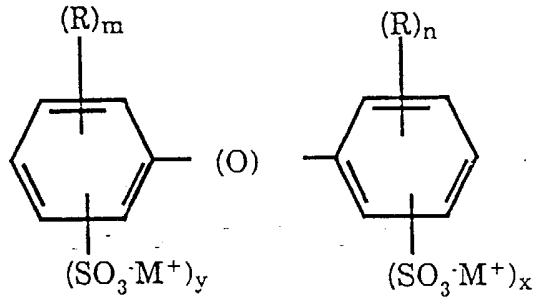
Abfallmaterialien von verschiedenen Verfahren, wie z. B. der Trennung schwerer Medien, magnetischer Trennung, Metallbearbeitung und Erdölverarbeitung. Diese Abfallmaterialien enthalten oft Mineralien, die unter Verwendung des erfindungsgemäßen Flotationsverfahrens gewonnen werden können. Ein anderes Beispiel ist die Gewinnung einer Mischung von Graphitdruckfarben und anderen Druckfarben auf der Basis von Kohlenstoff beim Recycling von Papier. Typischerweise werden solche recyclisierten Papiere deinkt, um die Druckfarben von den Papierfasern durch ein Flotationsverfahren abzutrennen. Das erfindungsgemäße Flotationsverfahren ist insbesondere bei solchen Deinking-Flotationsverfahren effektiv.

Der erfindungsgemäße Diaryloxid-monosulfonsäure- oder -monosulfonat-Kollektor entspricht der allgemeinen Formel

Ar'–O–Ar

worin Ar' und Ar unabhängig voneinander substituierte oder unsubstituierte aromatische Einheiten sind, wie z. B. Phenyl oder Naphthyl, mit der Maßgabe, daß eines und nur eines von Ar' und Ar eine Sulfonsäure- oder Sulfonsäuresalz-Einheit enthält. Vorzugsweise ist der Diaryloxid-monosulfonsäure- oder -monosulfonat-Kollektor ein alkyliertes Diphenyloxid oder eine alkylierte Biphenyl-phenyloxid-monosulfonsäure oder ein -monosulfat oder eine Mischung davon. Die Diaryloxid-monosulfonsäure oder das -monosulfonat sind vorzugsweise mit einem oder mehreren Hydrocarbyl-Substituenten substituiert. Die Hydrocarbyl-Substituenten können substituiertes oder unsubstituiertes Alkyl oder substituiertes oder unsubstituiertes ungesättigtes Alkyl sein.

Der erfindungsgemäße monosulfonierte Diaryloxid-Kollektor ist vorzugsweise ein Diphenyloxid-Kollektor und entspricht der nachfolgenden Formel oder einer Mischung von Verbindungen, die dieser Formel entsprechen:



(I)

worin jedes R unabhängig voneinander ein gesättigtes Alkyl oder substituiertes gesättigtes Alkylradikal oder ein ungesättigtes Alkyl oder substituiertes ungesättigtes Alkylradikal ist; jedes m und n unabhängig voneinander 0, 1 oder 2 ist; jedes M unabhängig voneinander Wasserstoff, ein Alkalimetall, ein Erdalkalimetall, Ammonium oder substituiertes Ammonium bedeutet, und jedes x und y individuell 0 oder 1 ist, mit der Maßgabe, daß die Summe von x und y 1 ist. Vorzugsweise bedeuten die R-Gruppe oder R-Gruppen unabhängig voneinander eine Alkylgruppe mit 1 bis 24, insbesondere 6 bis 24 Kohlenstoffatomen, und in erster Linie mit 6 bis 16 Kohlenstoffatomen, und ganz besonders mit 10 bis 16 Kohlenstoffatomen. Die Alkylgruppen können linear, verzweigt oder cyclisch sein, wobei lineare oder verzweigtel Radikale bevorzugt sind. Es ist ebenfalls bevorzugt, daß m und n 1 sind. Die M^+-Ammoniumionenradikale besitzen die Formel $(R')_3HN^+$, worin R' unabhängig voneinander Wasserstoff, ein C_{1-4}-Alkyl- oder ein C_{1-4}-Hydroxyalkylradikal bedeutet. Illustrative C_{1-4}-Alkyl- und -Hydroxyalkyl-Radikale schließen ein: Methyl, Ethyl, Propyl, Isopropyl, Butyl, Hydroxymethyl und Hydroxyethyl. Typische Ammoniumionen-Radikale schließen ein: Ammonium (N^+H_4), Methylammonium ($CH_3N^+H_3$), Ethylammonium ($C_2H_5N^+H_3$), Dimethylammonium ($(CH_3)_2N^+H_2$), Methylethylammonium ($CH_3N^+H_2C_2H_5$), Trimethylammonium ($(CH_3)_3N^+H$), Dimethylbutylammonium ($(CH_3)_2N^+HC_4H_9$), Hydroxyethylammonium ($HOCH_2CH_2N^+N_3$) und Methylhydoxyethylammonium ($CH_3N^+H_2CH_2CH_2OH$). Vorzugsweise ist jedes M Wasserstoff, Natrium, Calcium, Kalium oder Ammonium.

Alkylierte Diphenyloxid-sulfonate und ihre Herstellungsverfahren sind allgemein bekannt, und im Rahmen dieser Erfindung wird darauf Bezug genommen. Die erfindungsgemäßen Monosulfonat-Kollektoren können durch Modifizierungen bekannter Verfahren zur Herstellung von Sulfonaten hergestellt werden. Repräsentative Verfahren zur Herstellung von Sulfonaten werden beschrieben in den US-Patenten 3264242; 3634272; und 3945437. Kommerzielle Verfahren zur Herstellung der alkylierten Diphenyloxidsulfate ergeben im allgemeinen nicht Spezien, die ausschließlich monoalkyliert, monosulfoniert, dialkyliert oder disulfoniert sind. Die kommerziell erhältlichen Spezien sind vorwiegend (größer als 90%) disulfoniert und sind eine Mischung von mono- und dialkylierten Produkten, wobei der Prozentsatz der Dialkylierung von 15 bis 25% beträgt, und der Prozentsatz der Monoalkylierung von 75 bis 85% beträgt. Ganz typisch sind die kommerziell erhältlichen Spezien ca. 80% monoalkyliert und 20% dialkyliert.

Bei der Durchführung dieser Erfindung wurde festgestellt, daß die Verwendung monosulfonierter Spezien kritisch ist. Solche monosulfonierten Spezien können durch eine Modifizierung der Sulfonierungsstufe in den z. B. in den US-Patenten 3264242; 3634272; und 3945437 beschriebenen Verfahren hergestellt werden. Die vorstehend genannten Methoden sind spezifischerweise auf die Herstellung von vorwiegend disulfonierten Spezien gerichtet. So wird für die Sulfonierungsstufe gelehrt, ausreichend Sulfonierungsmittel zu verwenden, um beide aromatischen Ringe zu sulfonieren. Zur Herstellung der zur Durchführung der vorliegenden Erfindung brauchbaren Monosulfonate wird jedoch die Menge des verwendeten Sulfonierungsmittels vorzugsweise auf die Menge begrenzt, die gebraucht wird, um eine Sulfonatgruppe pro Molekül bereitzustellen.

Die auf diese Weise hergestellten Monosulfonate schließen sowohl Moleküle ein, die nicht sulfoniert sind, sowie solche, die mehr als eine Sulfonatgruppe pro Molekül enthalten. Wenn gewünscht, können die Monosulfonate abgetrennt und in relativ reiner Form verwendet werden. Zur Durchführung dieser Erfindung ist jedoch auch die Mischung brauchbar, die sich aus einer Sulfonierungsstufe ergibt, die nur ausreichend Sulfonierungsmittel verwendet, um ca. eine Sulfonatgruppe pro Molekül zu ergeben.

Wie vorstehend angegeben, ist die Verwendung monosulfonierter Spezien für die Durchführung dieser Erfindung kritisch. Vom theoretischen Gesichtspunkt aus ist jedoch die Gegenwart disulfonierter Spezien nicht schädlich, solange mindestens 20% der monosulfonierten Spezien vorhanden sind. Bevorzugt ist es, daß mindestens 25% Monosulfonierung vorhanden ist, und insbesondere mindestens 40% Monosulfonierung vorhanden ist, und in erster Linie mindestens 50% Monosulfonierung vorhanden ist. Ganz besonders bevorzugt ist es, relativ reine monosulfonierte Säuren oder Salze zu verwenden. Für einen Fachmann auf diesem Gebiet ist es erkennbar, daß in kommerziellen Anwendungen höhere Kosten, die mit der Herstellung von relativ monosulfonierten Spezien verbunden sind, durch Verringerungen in der Effektivität, die mit der Verwendung von Mischungen, die disulfonierte Spezien enthalten, verbunden sind, ausgeglichen werden.

Kommerziell erhältliche alkylierte Diphenyloxid-sulfonate sind häufig Mischungen von monoalkylierten und dialkylierten Spezien. Obwohl solche Mischungen von monoalkylierten und dialkylierten Spezien für die erfindungsgemäße Durchführung möglich sind, ist es in einigen Fällen bevorzugt, Spezien zu verwenden, die entweder monoalkyliert, dialkyliert oder trialkyliert sind. Solche Spezien werden durch Modifikationen der Verfahren hergestellt, wie sie z. B. beschrieben sind in den US-Patenten 3264242; 3634272; und 3945437. Wenn es gewünscht ist, keine Mischung zu verwenden, wird nach der Alkylierung eine Destillationsstufe durchgeführt, um monoalkylierte Spezien zu entfernen, und entweder die monoalkylierten Spezien zu verwenden, oder sie für eine weitere Alkylierung zu recyclisieren. Im allgemeinen ist es bevorzugt, dialkylierte Spezien zu verwenden, obgleich monoalkylierte und trialkylierte möglich sind.

Nicht beschränkende Beispiele von bevorzugten alkylierten Diphenyloxid-sulfonaten umfassen die Natriumsalze von monosulfoniertem Diphenyloxid, Hexyldiphenyloxid, Decyldiphenyloxid, Dodecyldiphenyloxid, Hexadecyldiphenyloxid, Eicosyldiphenyloxid, und Mischungen davon. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform ist der Kollektor das Natriumsalz von monosulfoniertem dialkyliertem Diphenyloxid, worin die Alkylgruppe eine C_{10-16}-Alkylgruppe ist, vorzugsweise eine C_{10-12}-Alkylgruppe. Die Alkylgruppen können verzweigt oder linear sein.

Der Kollektor kann in jeder Konzentration verwendet werden, die die gewünschte Selektivität und Ausbeute für die gewünschten Mineralien ergibt. Insbesondere hängt die verwendete Konzentration ab von dem besonderen zu gewinnenden Mineral, der Qualität des Erzes, das dem Schaumflotationsverfahren unterworfen wird und der gewünschten Qualität des zu gewinnenden Materials.

Zusätzliche Faktoren, die für die Bestimmung der Dosierungsgrade zu berücksichtigen sind, umfassen das Ausmaß der Oberfläche des zu behandelnden Erzes. Wie es für einen Fachmann auf diesem Gebiet erkennbar ist, ist die Oberfläche des Erzes um so größer, je kleiner die Teilchengröße ist, und um so größer ist die Menge an Kollektorreagens, das benötigt wird, um angemessene Ausbeuten und Qualitäten zu erhalten. Typischerweise müssen oxidische mineralische Erze feiner gemahlen werden als sulfidische Erze und erfordern deshalb höhere Kollektordosierungen, oder die Entfernung der feinsten Teilchen durch Entschlämmen Konventionelle Verfahren zur Flotation oxidischer Mineralien erfordern typischerweise eine Entschlämmungs-Stufe, um die vorhandenen Feinstoffe zu entfernen und es so zu ermöglichen, daß das Verfahren mit annehmbaren Kollektordosierungen durchführbar ist. Der erfindungsgemäße Kollektor ermöglicht eine Durchführung bei annehmbaren Dosierungen mit oder ohne Entschlämmen.

Vorzugsweise beträgt die Konzentration des Kollektors mindestens 0,001 kg/metrischer Tonne, und insbesondere mindestens 0,05 kg/metrischer Tonne. Es ist außerdem bevorzugt, daß die Gesamtkonzentration des Kollektors nicht größer ist als 5,0 kg/metrischer Tonne, und insbesondere, daß sie nicht größer ist als 2,5 kg/metrischer Tonne. Im allgemeinen ist es zur Erzielung einer optimalen Kollektorwirksamkeit sehr vorteilhaft, mit niedrigen Dosierungen zu beginnen und die Dosierung zu steigern, bis der gewünschte Effekt erreicht ist. Obwohl die bei der Durchführung dieser Erfindung erhaltenen Steigerungen in der Ausbeute und der Qualität mit steigender Dosierung steigen, ist es für einen Fachmann auf diesem Gebiet erkennbar, daß bei einem bestimmten Punkt die Steigerung in der Ausbeute und der Qualität, die bei einer höheren Dosierung erreicht wird, durch die gesteigerten Kosten der Flotationschemikalien aufgehoben wird. Es ist für einen Fachmann auf diesem Gebiet auch erkennbar, daß variierende Kollektordosierungen erforderlich sind, die abhängen von der Art des Erzes und anderen Bedingungen der Flotation. Es wurde gefunden, daß die erforderliche Kollektordosierung außerdem mit der Menge des zu sammelnden Minerals in Relation steht. In solchen Situationen, bei denen eine geringe Menge eines Minerals unter Verwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens der Flotation unterworfen wird, wird aufgrund der Selektivität des Kollektors eine sehr geringe Kollektordosierung benötigt.

Zur Gewinnung bestimmter Materialien wurde es auch als vorteilhaft festgestellt, den Kollektor dem Flotationssystem stufenweise zuzufügen. Unter einer stufenweisen Zugabe wird verstanden, daß ein Teil der Kollektordosierung zugegeben wird; Schaumkonzentrat gesammelt wird; ein weiterer Teil des Kollektors zugegeben wird; und wieder Schaumkonzentrat gesammelt wird. Die Gesamtmenge des verwendeten Kollektors wird vorzugsweise nicht verändert, wenn er stufenweise zugegeben wird. Diese stufenweise Zugabe kann mehrere Male wiederholt werden, um eine optimale Ausbeute und Qualität zu erhalten. Die Zahl der Stufen, in denen der Kollektor zugegeben wird, wird nur durch praktische und ökonomische Gründe begrenzt. Vorzugsweise werden nicht mehr als sechs Stufen verwendet.

Ein zusätzlicher Vorteil der stufenweisen Zugabe ist mit der Fähigkeit des erfindungsgemäßen Kollektors verbunden, verschiedenen Mineralien bei verschiedenen Dosierungsgraden differenziert zu flotieren. Wie vorstehend angegeben, wird bei niedrigen Dosierungsgraden ein Mineral, das insbesondere einer Flotierung durch den erfindungsgemäßen Kollektor zugänglich ist, flotiert, während andere Mineralien in der Aufschlämmung bleiben. Bei einer erhöhten Dosis kann ein verschiedenes Mineral flotiert werden, was eine Trennung verschiedener Mineralien, die in einem vorgegebenen Erz vorhanden sind, ermöglicht.

Zusätzlich zum erfindungsgemäßen Kollektor können andere konventionelle Reagenzien und Additive im Flotationsverfahren verwendet werden. Beispiele solcher Additive umfassen verschiedene Sinkmittel und Dispergiermittel, die für einen Fachmann auf diesem Gebiet allgemein bekannt sind.

Es wurde gefunden, daß zusätzlich die Verwendung von Hydroxy-enthaltenden Verbindungen, wie z. B. Alkanolaminen oder Alkylenglykolen, nützlich ist, um die Selektivität der gewünschten Mineralien in Systemen, die Siliciumdioxid oder silikatisches Ganggestein enthalten, zu verbessern.

Der erfindungsgemäße Kollektor kann auch in Verbindung mit anderen Kollektoren verwendet werden. Zusätzlich können und werden typischerweise Schaummittel verwendet. Schaummittel sind auf diesem Gebiet allgemein bekannt, und im Rahmen dieser Erfindung wird darauf Bezug genommen. Beispiele für brauchbare Schaummittel umfassen Polyglykolether und niedermolekulare schäumende Alkohole.

Ein besonderer Vorteil des erfindungsgemäßen Kollektors ist es, daß zusätzliche Additive nicht erforderlich sind, um den *p*H-Wert der Flotationsaufschlämmung einzustellen. Das Flotationsverfahren unter Verwendung des erfindungsgemäßen Kollektors läßt sich effektiv bei typischen *p*H-Werten natürlicher Erze durchführen, die von 5 oder weniger bis 9 reichen. Dies ist insbesondere bedeutsam, wenn man die Kosten für Reagenzien berücksichtigt, die benötigt werden, um den *p*H-Wert der Aufschlämmung von einem natürlichen *p*H-Wert von ca. 7,0 oder weniger auf 9,0 oder 10,0 oder darüber einzustellen, was typischerweise unter Verwendung konventioneller Carbonsäure-, Sulfonsäure-, Phosphon- und Xanthin-Kollektoren notwendig ist.
Die Fähigkeit des erfindungsgemäßen Kollektors, bei relativ niedrigem *p*H-Wert zu funktionieren, bedeutet, daß er auch in den Fällen verwendet werden kann, wo es gewünscht ist, den *p*H-Wert der Aufschlämmung zu erniedrigen. Die untere Grenze des *p*H-Wertes der Aufschlämmung, bei der die vorliegende Erfindung durchführbar ist, ist der *p*H-Wert, bei dem die Oberflächenladung der Mineralspezien zur Anhaftung für den Kollektor geeignet ist.
Da der erfindungsgemäße Kollektor bei verschiedenen *p*H-Werten funktioniert, ist es möglich, von dem Vorteil Gebrauch zu machen, daß verschiedene Mineralien dazu tendieren, bei verschiedenen *p*H-Werten zu flotieren. Dies macht es möglich, einen Flotationsansatz bei einem *p*H-Wert durchzuführen, um die Flotation einer bestimmten Spezies zu optimieren. Der *p*H-Wert kann dann für einen nachfolgenden Ansatz eingestellt werden, um die Flotation einer verschiedenen Spezies zu optimieren, wodurch die Trennung verschiedener Mineralien, die zusammen gefunden werden, erleichtert wird.
Der erfindungsgemäße Kollektor kann auch in Verbindung mit konventionellen Kollektoren verwendet werden. Die erfindungsgemäßen monosulfonierten Diaryloxid-Kollektoren können z. B. in einer Zweistufen-Flotation verwendet werden, in der die monosulfonierte Diaryloxid-Flotation primär oxidische Mineralien gewinnt, während eine zweite Flotationsstufe unter Verwendung konventioneller Kollektoren verwendet wird, um primär sulfidische Mineralien oder zusätzliche Oxidmineralien zu gewinnen. In Verbindung mit konventionellen Kollektoren kann eine zweistufige Flotation verwendet werden, worin die erste Stufe das erfindungsgemäße Verfahren umfaßt, und bei dem natürlichen *p*H-Wert der Aufschlämmung durchgeführt wird. Die zweite Stufe umfaßt konventionelle Kollektoren und wird bei einem erhöhten *p*H-Wert durchgeführt. Es soll angemerkt werden, daß es in einigen Fällen wünschenswert sein kann, die Stufen zu vertauschen. Ein solches zweistufiges Verfahren hat den Vorteil, daß weniger Additive verwendet werden, um den *p*H-Wert einzustellen, und erlaubt außerdem eine vollständigere Gewinnung der gewünschten Mineralien, indem man die Flotation unter verschiedenen Bedingungen durchführt.

Ausführungsbeispiele

Die folgenden Beispiele sollen die Erfindung veranschaulichen, ohne sie auf irgendeine Weise darauf zu beschränken. Wenn nicht anders angegeben, beziehen sich alle Teile und Prozentangaben auf das Gewicht.
Die folgenden Beispiele umfassen Arbeiten unter Verwendung der Hallimond-Röhrenflotation (Hallimond tube flotation) und einer Flotation in Flotationszellen im Laboratoriumsmaßstab. Es soll angemerkt werden, daß die Hallimond-Röhrenflotation ein einfacher Weg ist, um Kollektoren zu screenen, aber nicht notwendigerweise etwas über den erfolgreichen Einsatz von Kollektoren bei der wirklichen Flotation aussagt. Die Hallimond-Röhrenflotation benötigt keine Scherwirkung oder Agitation, die bei der wirklichen Flotation vorhanden ist, und mißt nicht die Wirkung von Schaummitteln. Ein Kollektor muß also in einer Hallimond-Röhrenflotation effektiv sein, wenn er bei der wirklichen Flotation effektiv ist, aber ein in der Hallimond-Röhrenflotation wirksamer Kollektor muß nicht notwendigerweise auch bei der wirklichen Flotation wirksam sein. Es soll auch angemerkt werden, daß die Erfahrung gezeigt hat, daß Kollektordosierungen, die erforderlich sind, um zufriedenstellende Ausbeuten in einer Hallimond-Röhre zu ergeben, oft wesentlich höher sind als die, die in einem Flotationszellen-Test erforderlich sind. Arbeiten mit Hallimond-Röhren können deshalb nicht genau die Dosierungen voraussagen, die bei einer wirklichen Flotationszelle erforderlich sind.

Beispiel 1 – Hallimond-Röhrenflotation von Malachit und Siliciumdioxid
Ca. 1,1 g von (1) Malachit, einem Kupferoxid-Mineral mit der ungefähren Formel $Cu_2CO_3(OH)_2$, oder (2) Siliciumdioxid wurden auf eine Größe von –60 bis +120 U. S.-Mesh gebracht und mit ca. 20 ml deionisiertem Wasser in einen kleinen Kolben gegeben. Die Mischung wurde 30 s geschüttelt und die Wasserphase, die etwas an suspendierten feinen Feststoffen oder Schlämmen enthielt, wurde abdekantiert. Diese Desliming-Stufe wurde mehrere Male wiederholt.
In einen 250-ml-Glasbecher wurden 150 ml deionisiertes Wasser gegeben. Dann wurden 2,0 ml einer 0,10molaren Lösung von Kaliumnitrat als Pufferelektrolyt zugegeben. Der *p*H-Wert wurde auf ca. 10,0 durch Zugabe von 0,10 N HCl und/oder 0,10 NaOH eingestellt. Dann wurden 1,0 g des entschleimten Minerals zusammen mit deionisiertem Wasser zugegeben, um ein Gesamtvolumen von ca. 180 ml einzustellen. Der Kollektor, ein verzweigtkettiges C_{16}-alkyliertes Natriumdiphenyloxidsulfonat mit ca. 80 % monoalkylierten Spezien und ca. 20 % dialkylierten Spezien wurde zugegeben, und es wurde 15 min lang gerührt. Der *p*H-Wert wurde beobachtet und, wenn notwendig, unter Verwendung von HCl und NaOH eingestellt. Es soll angemerkt werden, daß die Ansätze 1 bis 5 keine Ausführungsformen der Erfindung sind und einen disulfonierten Kollektor verwenden, während die Ansätze 6 bis 10, die erfindungsgemäße Ausführungsformen sind, einen monosulfonierten Kollektor verwenden. Der einzige Unterschied in den in den Ansätzen 1 bis 5 und den in den Ansätzen 6 bis 10 verwendeten Kollektoren ist der der Verwendung disulfonierter gegenüber monosulfonierter Produkte.
Die Aufschlämmung wurde in eine Hallimond-Röhre transferiert, die so ausgestaltet war, daß eine Hohlnadel an der Basis der 180-ml-Röhre angebracht werden konnte. Nach Zugabe der Aufschlämmung zu der Hallimond-Röhre wurde ein Vakuum von 5 inch. (12,7 cm) Quecksilber an die Öffnung des Röhres während einer Dauer von 10 min angelegt. Dieses Vakuum erlaubte es, daß Luftblasen in die Röhre durch die am Boden der Röhre angebrachte Hohlnadel einströmten.
Während der Flotation wurde die Aufschlämmung mit einem magnetischen Rührer mit 200 Umdrehungen pro Minute (RPM) bewegt.
Das flotierte und unflotierte Material wurde aus der Aufschlämmung abfiltriert und bei 100 °C ofengetrocknet. Jeder Teil wurde gewogen und die Ausbeuten an Kupfer und Siliciumdioxid sind in der nachfolgenden Tabelle I angegeben. Nach jedem Test wurde die gesamte apparative Ausstattung mit konzentrierter HCl gewaschen und mit 0,10 N NaOH und deionisiertem Wasser vor dem nächsten Ansatz gespült.

Die angegebene Ausbeute an Kupfer bzw. Siliciumdioxid ist der Bruchteil des ursprünglichen in die Hallimond-Röhre gegebenen Minerals, der gewonnen wurde. Eine Ausbeute von 1,00 zeigt so an, daß das gesamte Material gewonnen wurde. Es ist anzumerken, daß, obwohl die Gewinnung von Kupfer bzw. Siliciumdioxid zusammen angegeben wird, die Daten in Wirklichkeit zwei Experimenten entsprechen, die unter identischen Bedingungen durchgeführt wurden. Es ist ferner anzumerken, daß eine niedrige Ausbeute an Siliciumdioxid eine Selektivität gegen Kupfer vermuten läßt. Die für die Kupfergewinnung angegebenen Werte sind im allgemeinen auf ±0,05 genau, und die für die Siliciumdioxidgewinnung im allgemeinen auf ±0,03.

Tabelle I

Ansatz	Kollektor	Dosierung (kg/kg)	*p*H	Anteil Kupfer-gewin-nung	Anteil Silicium-dioxidge-winnung
1[2]	L-C_{16}DPO($SO_3Na)_2$[1]	0,060	5,5	0,760	0,153
2[2]	L-C_{16}DPO($SO_3Na)_2$[1]	0,060	7,0	0,809	0,082
3[2]	L-C_{16}DPO($SO_3Na)_2$[1]	0,060	8,5	0,800	0,062
4[2]	L-C_{16}DPO($SO_3Na)_2$[1]	0,060	10,0	0,546	0,104
5[2]	L-C_{16}DPO($SO_3Na)_2$[1]	0,060	11,5	0,541	0,130
6	L-C_{16}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,060	5,5	0,954	0,135
7	L-C_{16}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,060	7,0	0,968	0,097
8	L-C_{16}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,060	8,5	0,913	0,084
9	L-C_{16}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,060	10,0	0,837	0,070
10	L-C_{16}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,060	11,5	0,798	0,065

1 Lineares C_{16}-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-sulfonat, das ca. 80% mono- und ca. 20% dialkylierte Spezien enthält, kommerziell erhältlich von The Dow Chemical Company als DOWFAX™ 8390 oberflächenaktives Mittel.
2 keine erfindungsgemäße Ausführungsform.
3 Lineares C_{16}-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat, umfassend ca. 80% mono- und ca. 20% dialkylierte Spezien.

Die Daten der vorstehenden Tabelle 1 zeigen klar die Wirksamkeit der erfindungsgemäßen Kollektoren. Ein Vergleich der Ansätze 1 bis 5, die keine erfindungsgemäßen Ausführungsformen sind, mit den Ansätzen 6 bis 10 zeigt, daß bei verschiedenen *p*H-Werten der erfindungsgemäße monosulfonierte Kollektor beständig wesentlich höhere Kupferausbeuten und vergleichbare oder niedrigere Siliciumdioxid-Ausbeuten ergab.

Beispiel 2 – Flotation von Eisenoxiderz
Es wurde eine Serie von 600-g-Proben von Eisenoxiderz aus Michigan hergestellt. Das Erz enthielt eine Mischung aus Hematit-, Martit-, Geothit- und Magnethit- Mineralien. Jede 600-g-Probe wurde zusammen mit 400 g entionisiertem Wasser in einer Stabmühle bei ca. 60 RPM 10 min lang gemahlen. Die sich ergebende Pulpe wurde in eine 300-ml-Agitair-Flotationszelle transferiert, die mit einem automatischen Schaufelentnahmesystem (Paddle Removal System) ausgestattet war. Der Kollektor wurde zugegeben, und die Aufschlämmung wurde 1 min lang der Konditionierung überlassen.
Danach wurde eine Menge an Polyglykolether-Schaummittel zugegeben, die 40 g pro t trockenem Erz entsprach, und wieder eine weitere Minute konditionieren gelassen.
Die Flotationszelle wurde bei 900 UPM gerührt und Luft mit einer Geschwindigkeit von 9,0 l/min durchströmen gelassen. Proben des Schaumkonzentrats wurden bei 1,0 und 6,0 min nach dem Start des Luftstromes gesammelt. Proben des Schaumkonzentrates und der Flotationsabgänge (tailings) wurden für die Analyse getrocknet, gewogen und pulverisiert. Dann wurden sie in Säure gelöst, und der Eisengehalt unter Verwendung eines D.C. Plasma Spektrometers bestimmt. Unter Verwendung der Versuchsdaten wurden die anteilmäßigen Ausbeuten und Qualitäten unter Verwendung von standartisierten Mengenbilanz-Formeln berechnet. Die Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle II angegeben.

Tabelle II

Ansatz	Kollektor	Dosierung (kg/metri-scher Tonne)	Eisenausbeute (Rec) und Qualität (Gr) 0–1 Minute		1–6 Minuten		Gesamt	
			Rec	Gr	Rec	Gr	Rec	Gr
1[1]	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$[2]	0,200	0,494	0,462	0,106	0,394	0,600	0,450
2	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,200	0,677	0,487	0,240	0,401	0,907	0,464

1 keine erfindungsgemäße Ausführungsform.
2 C_{12} (verzweigt)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
3 (verzweigt)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.

Der Vergleich der Ansätze 1 und 2 zeigt, daß die Verwendung des erfindungsgemäßen monosulfonierten Kollektors eine ca. 50%ige Steigerung in der Ausbeute von Eisen einer etwas höheren Qualität ergab, im Vergleich zu dem unter Verwendung eines disulfonierten Kollektors erhaltenen Ergebnis.

Beispiel 3 – Flotation von Rutilerzen
Es wurde eine Serie von 30-g-Proben einer –10 Mesh (U.S.-Mischung von 10% Rutil (TiO_2) und 90% Siliciumdioxid (SiO_2) hergestellt. Jede Erzprobe wurde mit 15 g deionisiertem Wasser in einer Stabmühle – 2,5 inch (6,35 cm) Durchmesser mit 0,5 inch (1,27 cm) Stäben – bei 240 Umdrehungen gemahlen. Die sich ergebende Pulpe wurde in eine 300-ml-Flotationszelle transferiert. Der *p*H-Wert der Aufschlämmung wurde bei dem *p*H-Wert von 8,0 des natürlichen Erzes belassen. Nach Zugabe des Kollektors, wie in Tabelle III angegeben, wurde die Aufschlämmung 1 min lang konditioniert. Danach wurde das Schaummittel, ein Polyglykolether, in einer Menge zugegeben, die 0,050 kg pro t trockenem Erz entsprach, und die Aufschlämmung wurde eine weitere Minute lang konditioniert.
Die Flotationszelle wurde mit 1800 UPM gerührt und Luft mit einer Geschwindigkeit von 2,7 l/min durchströmen gelassen. Proben des Schaumkonzentrates wurden durch ein Standard-Handabschöpfen bei 1,0 und 6,0 min nach dem Start der Einführung der Luft in die Zelle gesammelt. Proben des Konzentrates und der Flotationsabgänge wurden getrocknet und wie in den vorstehenden Beispielen angegeben, analysiert. Die erhaltenen Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle III angegeben.

Tabelle III

Mischung von Rutil und Siliciumdioxid

Ansatz	Kollektor	Dosierung (kg/metrischer t)	Titanausbeute (Rec) und Qualität (Gr) 0 bis 1 Minute		1–6 Minuten		Gesamt	
			Rec	Gr	Rec	Gr	Rec	Gr
1[1]	L,D-C_{16}DPO($SO_3Na)_2$[2]	0,200	0,677	0,086	0,061	0,064	0,738	0,084
2	L,D-C_{16}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,100	0,763	0,110	0,151	0,074	0,914	0,104
3[1]	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$[4]	0,200	0,756	0,099	0,086	0,075	0,842	0,097
4	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[5]	0,200	0,809	0,077	0,134	0,066	0,943	0,075
5	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[5]	0,100	0,714	0,086	0,117	0,070	0,831	0,084
6	B,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[6]	0,100	0,674	0,095	0,099	0,071	0,773	0,092

1 Keine erfindungsgemäße Ausführungsform.
2 C_{16} (linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
3 C_{16} (linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
4 C_{12} (verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxiddisulfonat.
5 C_{12} (verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxidmonosulfonat.
6 C_{10} (verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxidmonosulfonat.

Die Daten der obigen Tabelle III zeigen den Effekt des erfindungsgemäßen Kollektors zur Erhöhung der Titanqualität und -ausbeute. Ein Vergleich des Ansatzes 1 mit dem Ansatz 2 und der Ansätze 4 und 5 mit Ansatz 3 zeigen wieder die bemerkenswerten Verbesserungen, die unter Verwendung der erfindungsgemäßen Monosulfonat-Kollektoren im Vergleich zu Disulfonat-Kollektoren erhalten werden.

Beispiel 4 – Trennung von Apatit und Siliciumdioxid
Es wurde eine Serie von 30-g-Proben einer –10 Mesh (U.S.) Mischung von 10% Apatit ($Ca_5(Cl_1F)[PO_4]_3$) und 90% Siliciumdioxid (SiO_2) hergestellt. Der Rest des Verfahrens war genau der gleiche wie im Beispiel 3 angegeben. Der *p*H-Wert der natürlichen Erzaufschlämmung betrug 7,1. In den Ansätzen 8–13 wurde eine Mischung eines monosulfonierten und disulfonierten Kollektors verwendet. Die Daten in Tabelle IV zeigen die Eignung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Trennung von Apatit und Siliciumdioxid.

Tabelle IV

Ansatz	Kollektor	Dosierung (kg/metrischer Tonne)	P Ausbeute	P Reinheit
1[1]	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[2]	0,050	0,115	0,081
2	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,050	0,962	0,068
3[1]	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$[4]	0,050	0,235	0,078
4	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[5]	0,050	0,989	0,067
5		0,050		
	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,050	0,925	0,103
6	raffiniertes Kerosin[6]	0,010		
	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,050	0,862	0,112
7	raffiniertes Kerosin[6]	0,020		
	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,050	0,818	0,125
8	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[2]	0,040		
	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,010	0,336	0,077

Ansatz	Kollektor	Dosierung (kg/metrischer Tonne)	P Ausbeute	P Reinheit
9	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[2]	0,030		
	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,020	0,529	0,075
10	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[2]	0,020		
	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,030	0,699	0,074
11	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[2]	0,010		
	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,040	0,866	0,069
12	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[2]	0,080		
	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,020	0,539	0,067
13	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[2]	0,160		
	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[3]	0,040	0,877	0,053

1 keine erfindungsgemäße Ausführungsform.
2 C_{10} (linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
3 C_{10} (linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
4 C_{12} (verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
5 C_{12} (verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
6 raffiniertes Kerosin-Produkt handelsüblich erhältlich von Phillips Petroleum als Soltrol™-Kerosin. Es wird gleichzeitig mit dem Kollektor der Flotationszelle zugegeben.

Die in Tabelle IV angegebenen Daten zeigen die bemerkenswerte Effektivität der monosulfonierten Kollektoren bei der Gewinnung von Phosphor aus einem Apertit- und Siliciumdioxiderz. Ein Vergleich der Ansätze 2 und 4 mit den Ansätzen 1 und 2, die keine erfindungsgemäßen Beispiele sind, zeigt den Effekt der Monosulfonierung. Die Ansätze 5 und 6 zeigen, daß der erfindungsgemäße Kollektor wirksam war, wenn er mit einem zugegebenen Kohlenwasserstoff verwendet wurde. Ein geringer Abfall in der Ausbeute wurde von einem bemerkenswerten Anstieg in der Qualität begleitet. In den Ansätzen 8 bis 13 wird der Effekt des Mischens monosulfonierter Kollektoren und disulfonierter Kollektoren gezeigt. Ein Vergleich der Ansätze 2, 11 und 13, worin die Gehalte an monosulfonierten Kollektoren vergleichbar sind und die Gehalte an disulfonierten Arten von 0 bis 0,160 kg pro metrischer Tonne reichen, zeigt, daß die Gegenwart der disulfonierten Arten bei niederen Gehalten an Verdünnungsmittel wirken. Bei höheren Gehalten beeinflussen die disulfonierten Arten nicht die Ausbeute, erniedrigen aber die Qualität.

Beispiel 5

Es wurden Proben (30 g von −10 Mesh [U.S.]) eines Erzes aus Zentralafrika hergestellt. Der Gehalt an Kupfermetall in dem Erz betrug ca. 90 % Malachit, mit einem Rest anderer Kupfermineralien. Jede Erzprobe wurde mit 15 g deionisiertem Wasser in einer Mini-Stabmühle (2,5 inch Durchmesser mit 0,5-inch-Stäben) bei 1 200 Umdrehungen gemahlen. Die sich ergebende Pulpe wurde in eine 300-ml-Mini-Flotationszelle transferiert. Der *p*H-Wert der Aufschlämmung wurde bei einem *p*H-Wert von 6,2 des natürlichen Erzes belassen. Kollektor wurde in den Ansätzen 1–20 bei einer Dosierung von 0,250 kg pro metrischer Tonne trockenem Ausgangserz zugegeben. In den Ansätzen 20–26 variierte die Kollektordosierung und in den Ansätzen 22–26 enthielt der Kollektor verschiedene Mengen an einem Disulfonat. Nach Zugabe des Kollektors wurde die Aufschlämmung in der Zelle 1 min lang konditioniert. Schaummittel, einem Polyglykolether, wurde dann in einer Dosierung von 0,080 kg pro metrischer Tonne trockenen Erzes zugegeben. Dieser Zugabe folgte eine weitere Minute lang eine Konditionierung.
Die Flotationszelle wurde bei 1800 UPM gerührt und Luft mit einer Geschwindigkeit von 2,7 l/min eingeleitet. Das Schaumkonzentrat wurde während 6,0 min gesammelt. Die Proben der Konzentrate und die Flotationsabgänge wurden dann zur Analyse getrocknet, gewogen und pulverisiert und dann unter Verwendung von Säure gelöst. Der Kupfergehalt wurde mittels eines D.C.-Plasmaspektrometers bestimmt.

Tabelle V

Ansatz	Kollektor	Dosierung (kg/metrischer Tonne)	*p*H	Kupferausbeute	Kupferqualität
1[1]	keiner	–	6,2	0,038	0,019
2	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[2]	0,250	6,2	0,696	0,057
3[1]	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$[3]	0,250	6,2	0,501	0,042
4	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[4]	0,250	6,2	0,674	0,056
5[1]	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[5]	0,250	6,2	0,487	0,035
6	L,D-C_{10}BIPPE($SO_3Na)_2$[6]	0,250	6,2	0,696	0,059
7[1]	L,D-C_{10}BIPPE($SO_3Na)_2$[7]	0,250	6,2	0,573	0,051
8	L,D-C_{16}DPO($SO_3Na)_1$[8]	0,250	6,2	0,714	0,058
9[1]	L,D-C_{16}DPO($SO_3Na)_2$[9]	0,250	6,2	0,598	0,052

Ansatz	Kollektor	Dosierung (kg/metrischer Tonne)	pH	Kupferausbeute	Kupferqualität
10	L,M-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[10]	0,250	6,2	0,390	0,046
11[1]	L,M-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[11]	0,250	6,2	0,116	0,038
12	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[12]	0,250	6,2	0,338	0,044
13[1]	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$[13]	0,250	6,2	0,145	0,041
14	L,M-C_{24}DPO($SO_3Na)_1$[14]	0,250	6,2	0,474	0,037
15[1]	L,M-C_{24}DPO($SO_3Na)_2$[15]	0,250	6,2	0,335	0,035
16	L,M-C_6DPO($SO_3Na)_1$[16]	0,250	6,2	0,111	0,037
17[1]	L,M-C_6DPO($SO_3Na)_2$[17]	0,250	6,2	0,053	0,038
18	L,D-C_6DPO($SO_3Na)_1$[18]	0,250	6,2	0,317	0,041
19[1]	L,D-C_6DPO($SO_3Na)_2$[19]	0,250	6,2	0,198	0,038
20	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[2]	0,400	6,2	0,839	0,055
21[1]	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$[3]	0,400	6,2	0,533	0,039
22	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[2] B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$[3]	0,100 0,300	6,2	0,620	0,045
23	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[2] B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$[3]	0,200 0,200	6,2	0,683	0,051
24	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[2] B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$[3]	0,300 0,100	6,2	0,788	0,054
25	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[2] B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$[3]	0,400 0,400	6,2	0,855	0,041
26	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[2] B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$[3]	0,400 1,200	6,2	0,861	0,039

1 keine erfindungsgemäße Ausführungsform.
2 di-C_{12}-(verzweigtkettig)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
3 di-C_{12}-(verzweigtkettig)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
4 di-C_{10}-(linear)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
5 di-C_{10}-(linear)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
6 di-C_{10}-(linear)-alkyliertes Biphenylphenylether-monosulfonat.
7 di-C_{10}-(linear)-alkyliertes Biphenylphenylether-disulfonat.
8 di-C_{16}-(linear)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
9 di-C_{16}-(linear)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
10 mono-C_{10}-(linear)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
11 mono-C_{10}-(linear)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
12 mono-C_{12}-(verzweigtkettig)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
13 mono-C_{12}-(verzweigtkettig)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
14 mono-C_{24}-(linear)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
15 mono-C_{24}-(linear)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
16 mono-C_6-(linear)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
17 mono-C_6-(linear)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
18 di-C_6-(linear)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
19 di-C_6-(linear)-alkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.

Die Angaben der vorstehenden Tabelle zeigen die Effektivität verschiedener alkylierter Diaryloxid-monosulfonate bei der Flotation von Kupferoxiderzen. Ein Vergleich der geradzahligen Ansätze 2–18, die erfindungsgemäße Beispiele darstellen, mit den ungeradzahligen Ansätzen 1–19, die keine erfindungsgemäßen Beispiele sind, zeigen klar die wesentlich besseren Ergebnisse, die unter Verwendung eines monosulfonierten Kollektors im Vergleich zu einem disulfonierten Kollektor bei der gleichen Dosierung erhalten werden. Ein Vergleich von Ansatz 2 mit Ansatz 21 zeigt den Effekt der Dosierung. Die Ansätze 20–26 zeigen, daß in Mischungen die disulfonierten Arten als Verdünnungsmittel wirken, wenn sie mit den erfindungsgemäßen monosulfonierten Kollektoren gemischt werden.

Beispiel 6 – Flotation von Eisenoxiderz
Es wurde eine Serie von 600 g Proben von Eisenoxiderz aus Michigan hergestellt. Das Erz enthielt eine Mischung von Hematit, Martit, Goethit und Magnetit-Mineralien. Jede 600-g-Probe wurde zusammen mit 400 g deionisiertem Wasser in einer Stabmühle bei ca. 60 UPM 15 min lang gemahlen.
Die sich ergebende Pulpe wurde in eine 3000-ml-Agitair-Flotationszelle transferiert, die mit einem automatischen Schaufelentnahmesystem ausgestattet war. Die Flotation wurde bei dem pH-Wert von 7 der natürlichen Aufschlämmung durchgeführt. Propylenglykol wurde in der in der nachstehenden Tabelle VI angegebenen Menge zugefügt, und die Aufschlämmung wurde 1 min lang konditioniert. Danach wurde der Kollektor zugegeben und die Aufschlämmung 1 min lang

konditioniert. Danach wurde eine Menge eines Polyglykolether-Schaummittels zugegeben, die 40 g pro Tonne des trockenen Erzes entspricht, gefolgt von einer weiteren Minute Konditionierung. Nach Beginn der Flotation wurde zusätzlicher Kollektor stufenweise, wie in der folgenden Tabelle VI angegeben, zugefügt.
Die Flotationszelle wurde bei 900 UPM gerührt und Luft mit einer Geschwindigkeit von 9,0 l/min eingeleitet. Proben des Schaumkonzentrates wurden bei Intervallen von 0 bis 1,0, 1,0 bis 3,0, 3,0 bis 4,0, 4,0 bis 6,0, 6,0 bis 7,0, 7,0 bis 9,0, 9,0 bis 10,0 und 10,0 bis 14,0 min nach dem Beginn des Durchblasens von Luft gesammelt, wie in der nachfolgenden Tabelle angegeben. Proben des Schaumkonzentrates und der Flotationsabgänge wurden zur Analyse getrocknet, gewogen und pulverisiert. Sie wurden dann in Säure gelöst, und der Eisengehalt mittels D.-C.-Plasmaspektrometers bestimmt. Unter Verwendung der Probendaten wurden die anteiligen Ausbeuten und Qualitäten unter Verwendung vonn Standard-Mengenbilanzformeln berechnet. Die Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle VI aufgezeigt.

Tabelle VI

Kollektor	Dosierung (kg/metrischer Tonne)	Eisenausbeute (Rec) und Qualität (Gr)					
						Total	
		Rec	Gr	Rec	Gr	Rec	Gr
		0–1 Minute		1–3 Minuten			
Propylenglykol	0,100	0,112	0,514	0,028	0,461	0,140	0,503
B,D-C_{12}DPO$(SO_3Na)_2$[1)2)]	0,042						
		3–4 Minuten		4–6 Minuten			
B,D-C_{12}DPO$(SO_3Na)_2$[1)2)]	0,042	0,231	0,538	0,061	0,550	0,432	0,528
		6–7 Minuten		7–9 Minuten			
B,D-C_{12}DPO$(SO_3Na)_2$[1)2)]	0,042	0,178	0,488	0,045	0,493	0,655	0,515
		9–10 Minuten		10–14 Minuten			
B,D-C_{12}DPO$((SO_3Na)_2$[1)2)]	0,042	0,094	0,366	0,096	0,284	0,845	0,472
		0–1 Minute		1–3 Minuten			
Propylenglykol	0,100	0,353	0,526	0,157	0,498	0,510	0,517
B,D-C_{12}DPO$(SO_3Na)_1$[3)]	0,042						
		3–4 Minuten		4–6 Minuten			
B,D-C_{12}DPO$(SO_3Na)_1$[3]	0,042	0,219	0,508	0,099	0,487	0,828	0,510

1 keine erfindungsgemäße Ausführungsform
2 C_{12}-(verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
3 C_{12}-(verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.

Die Daten in der obigen Tabelle VI zeigen, daß der erfindungsgemäße Monosulfonat-Kollektor eine sehr hohe Ausbeute an Eisen hoher Qualität in wesentlich geringer Zeit ergibt als vergleichbare Ausbeuten unter Verwendung des Disulfonats.

Beispiel 7 – Flotation verschiedener Oxidmineralien.
Es wurde nach dem allgemeinen Verfahren von Beispiel 1 gearbeitet, mit der Ausnahme, daß anstelle des Kupfererzes verschiedene Oxidmineralien verwendet wurden. Alle Ansätze wurden bei einem *p*H-Wert von 8,0 durchgeführt. Der verwendete Kollektor war ein C_{12}-(verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat bei einer Dosierung von 0,024 kg Kollektor pro kg Mineral.

Tabelle VII

Mineral	anteiliges Mineral Ausbeute
Siliciumdioxid (SiO_2)	0,204
Cassiterit (SnO_2)	0,931
Bauxit [$Al(OH)_3$]	0,989
Calcit ($CaCO_3$)	0,957
Chromit ($FeCr_2O_4$)	1,000
Dolomit [$CaMg(CO_3)_2$]	0,968
Malachit [$Cu_2CO_3(OH)_2$]	0,989
Chrysocoll [$Cu_2H_2Si_2O_5(OH)_4$]	0,616
Hematit (Fe_2O_3)	0,971
Korund (Al_2O_3)	1,000
Rutil (TiO_2)	0,970
Apatit [$Ca_5(Cl_1F)[PO_4]_3$]	0,990

Tabelle VII (Fortsetzung)

Mineral	anteiliges Mineral Ausbeute
Nickel Oxide (NiO)	0,778
Galenit (PbS)	0,990
Chalcopyrit ($CuFeS_2$)	0,991
Chalcocit (Cu_2S)	0,993
Pyrit (FeS_2)	1,000
Sphalerit (ZnS)	1,000
Pentlandit [Ni(FeS)][1)]	0,980
Elementares Cu[2)]	0,931
Elementares Au[2)]	0,964
Elementares Ag[2)]	0,873
Barit ($BaSO_4$)	0,968
Molybdenit (MoS_2)	0,968
Cerussit ($PbCO_3$)	0,939
Calcit ($CaCO_3$)	0,807
Beryl ($Be_3Al_2Si_6O_{18}$)	0,937
Covellit (CuS)	0,788
Zircon ($ZrSiO_4$)	0,876
Graphit (C)	0,937
Topas [$Al_2SiO_4(F_1OH)_2$]	0,955
Scheelit ($CaWO_4$)	0,871
Anatas (TiO_2)	0,909
Boehmit ($\gamma AlO \cdot OH$)	0,886
Diaspor ($\alpha AlO \cdot OH$)	0,905
Goethit ($HFeO_2$)	0,959

1 Die Probe enthält etwas Pyrrhotit.
2 Die Probe umfaßt gepulvertes elementares Metall mit ähnlicher Größe wie die anderen Mineralproben.

Die Daten in Tabelle VII zeigen den breiten Bereich an Mineralien, die unter Verwendung des Kollektors und Verfahrens der vorliegenden Erfindung flotiert werden können.

Beispiel 8 – Flotation eines gemischten Kupfersulfiderzes, das Molybdän enthält.
Es wurde eine Serie von 30-g-Proben eines –10 Mesh (U.S.) Erzes aus Arizona, das eine Mischung verschiedener Kupferoxidmineralien und Kupfersulfidmineralien und geringere Mengen an Molybdänmineralien enthält, hergestellt. Der Kupfergrad im Erz betrug 0,013 und der Molybdängrad 0,000016.
Jede Erzprobe wurde in einer Laboratoriums-Schwingmühle 10 s lang gemahlen und die erhaltenen Feinstoffe in eine 300-ml-Flotationszelle transferiert.
Jeder Ansatz wurde bei einem *p*H-Wert von 5,6 der natürlichen Erzaufschlämmung durchgeführt. Der Kollektor wurde bei einer Dosierung von 0,050 kg/Tonne trockenem Erz zugegeben, und die Aufschlämmung wurde 1 min lang konditioniert. Durch Standard-Handabschöpfung wurden zwei Konzentrate zwischen 0 und 2 min und 2 und 6 min gesammelt. Kurz bevor die Flotation startete, wurde ein Schaummittel, ein Polyglykolether, kommerziell erhältlich von The Dow Chemical Company als Dowfroth® 250 Schaummittel, in einer Menge zugegeben, die 0,030 kg/Tonne trockenem Erz entsprach.
Die Flotationszelle wurde in allen Ansätzen mit 1800 UPM gerührt und Luft mit einer Geschwindigkeit von 2,7 l/min eingeleitet. Die Proben der Konzentrate und der Flotationsabgänge wurden dann wie in den vorstehenden Beispielen beschrieben getrocknet und analysiert. Die erhaltenen Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle VIII angegeben.

Tabelle VIII

Kollektor	Dosierung (kg/metrischer Tonne)	0–2 Minuten				2–6 Minuten			
		Cu Ausbeute	Cu Ausbeute	Mo Ausbeute	Mo Qualität	Cu Ausbeute	Cu Qualität	Mo Ausbeute	Mo Qualität
L,D-$C_{10}DPO(SO_3Na)_1$[1)]	0,050	0,820	0,169	0,875	0,000042	0,85	0,088	0,042	0,000011
L,D-$C_{10}DPO(SO_3Na)_2$[2)]	0,050	0,447	0,133	0,706	0,000025	0,151	0,116	0,039	0,000005
L,D-$C_{10}DPO(SO_3Na)_1$[1)]	0,025	0,533	0,148	0,771	0,000026	0,232	0,130	0,041	0,000003

Tabelle VIII (Fortsetzung)

Kollektor	Dosierung (kg/metrischer Tonne)	Gesamte Metallausbeute und -qualität			
		Cu Ausbeute	Cu Qualität	Mo Ausbeute	Mo Qualität
L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [1)]	0,050	0,905	0,161	0,917	0,000040
L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$ [2)]	0,050	0,598	0,129	0,745	0,000024
L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [1)]	0,025	0,765	0,143	0,812	0,000025

1 C_{12}-(verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxidmonosulfat
2 C_{12}-(verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxiddisulfonat.

Die Daten in der vorstehenden Tabelle VIII zeigen, daß der erfindungsgemäße monosulfonierte Kollektor wesentlich bessere Ausbeuten an Kupfer und Molybdän höherer Qualität liefert als ein vergleichbarer disulfonierter Kollektor.

Beispiel 9 – Hallimond-Röhrenflotation
Unter Verwendung verschiedener Mineralarten und verschiedener Kollektoren wurde nach dem im Beispiel 1 angegebenen Verfahren gearbeitet. Die Metalluntersuchungen wurden an Flotationskonzentraten und Flotationsabgängen unter Verwendung von Säurelösung und und D.-C.-Plasmaspektrometrie durchgeführt. Die Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle IX aufgezeigt. Obgleich die Daten in einer einzigen Tabelle angegeben sind, ist es wichtig, darauf hinzuweisen, daß die Daten für jedes Mineral individuell erhalten wurden. In jedem Beispiel wurden die Flotationen beim natürlichen *p*H-Wert der entsprechenden Erzaufschlämmung durchgeführt, d.h. bei 5,8 für Rutil; 6,7 für Apatit; 6,0 für Pyrolusit; und 6,8 für Diaspor.

Tabelle IX

Ansatz	Kollektor	Dosierung kg/kg	Rutil Ausbeute	Apatit Ausbeute	Pyrosit Ausbeute	Diaspor Ausbeute
1	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [1)]	0,0001	0,021	0,009	–	–
2	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [1)]	0,0005	0,323	0,038	–	–
3	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [1)]	0,0010	0,713	0,463	–	–
4	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [1)]	0,0100	0,954	0,856	0,745	0,598
5 [2)]	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$ [3)]	0,0001	0,000	0,000	–	–
6 [2)]	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$ [3)]	0,0005	0,015	0,007	–	–
7 [2)]	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$ [3)]	0,0010	0,087	0,297	–	–
8 [2)]	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$ [3)]	0,0100	0,175	0,518	0,314	0,280
9 [2)]	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$ [3)]	0,0500	0,371	–	–	–
10 [2)]	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$ [3)]	0,1000	0,815	0,849	–	–
11	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [4)]	0,0001	0,000	0,000	–	–
12	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [4)]	0,0005	0,011	0,000	–	–
13	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [4)]	0,0010	0,034	0,111	–	–
14	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [4)]	0,0100	0,129	0,277	0,289	0,166
15	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [4)]	0,0500	0,296	–	–	–
16	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [4)]	0,1000	0,644	0,680	–	–
17 [2)]	B,M-C_{12}DOP($SO_3Na)_2$ [5)]	0,0001	0,000	0,000	–	–
18 [2)]	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$ [5)]	0,0005	0,000	0,000	–	–
19 [2)]	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$ [5]	0,0010	0,000	0,000	–	–
20 [2)]	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$ [5]	0,0100	0,009	0,011	0,017	0,005
21 [2)]	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$ [5]	0,0500	0,027	–	–	–
22 [2)]	B,M-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$ [5)]	0,1000	0,065	0,081	–	–
23	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [6)]	0,0001	0,104	–	–	–
24	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [6)]	0,0003	0,310	–	–	–
25	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [6)]	0,0005	0,563	–	–	–
26	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [6)]	0,0010	0,869	–	–	–
27	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [6)]	0,0100	–	0,773	0,605	–
28	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [6)]	0,0200	–	0,956	–	–

Tabelle IX (Fortsetzung)

Ansatz	Kollektor	Dosierung kg/kg	Rutil Ausbeute	Apatit Ausbeute	Pyrosit Ausbeute	Diaspor Ausbeute
29[2]	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[7]	0,0001	0,030	–	–	–
30[2]	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[7]	0,0003	0,041	–	–	–
31[2]	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[7]	0,0005	0,095	–	–	–
32[2]	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[7]	0,0010	0,164	–	–	–
33[2]	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[7]	0,0100	–	0,444	0,248	–
34[2]	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[7]	0,0200	–	0,581	–	–
35	L,M-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[8]	0,0005	0,051	–	–	–
36	L,M-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[8]	0,0010	0,120	–	–	–
37	L,M-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[8]	0,0015	0,559	–	–	–
38	L,M-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[8]	0,0100	–	0,235	0,267	–
39[2]	L,M-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[9]	0,0005	0,011	–	–	–
40[2]	L,M-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[9]	0,0010	0,21	–	–	–
41[2]	L,M-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[9]	0,0015	0,041	–	–	–
42[2]	L,M-C_{10}DPO($SO_3Na)_2$[9]	0,0100	–	0,005	0,005	–
43	L,D-C_{16}DPO($SO_3Na)_1$[10]	0,0100	0,744	–	0,889	–
44[2]	L,D-C_{16}DPO($SO_3Na)_2$[11]	0,0100	0,289	–	0,522	–
45	L,M-C_{16}DPO($SO_3Na)_1$[12]	0,0100	0,185	–	0,348	–
46[2]	L,M-C_{16}DPO($SO_3Na)_2$[13]	0,0100	0,109	–	0,176	–
47	L,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[14]	0,0100	–	–	0,733	–
48[2]	L,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$[15]	0,0100	–	–	0,337	–

1 C_{12}-(verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
2 keine erfindungsgemäße Ausführungsform.
3 C_{12}-(verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
4 C_{12}-(verzweigtkettig)-monoalkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
5 C_{12}-(verzweigtkettig)-monoalkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
6 C_{10}-(linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
7 C_{10}-(linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
8 C_{10}-(linear)-monoalkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
9 C_{10}-(linear)-monoalkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
10 C_{16}-(linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
11 C_{16}-(linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
12 C_{16}-(linear)-monoalkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
13 C_{16}-(linear)-monoalkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.
14 C_{12}-(linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
15 C_{12}-(linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-disulfonat.

Die Daten der vorstehenden Tabelle IX zeigen, daß der in dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendete monosulfonierte Kollektor beständig höhere Ausbeuten einer Vielzahl von Mineralien im Vergleich zu Kollektoren ergibt, die abgesehen von der Monosulfonierung ähnlich sind.

Beispiel 10 – Sequentielle Flotation
Dieses Beispiel verwendet das Verfahren der in Beispiel 1 beschriebenen Hallimond-Röhrenflotation. In jedem Fall war das Ausgangsmaterial eine 50/50 Gew.-%-Mischung der in der nachfolgenden Tabelle X aufgelisteten Komponenten. Die spezifischen verwendeten Kollektoren und die erhaltenen Mineralausbeuten sind ebenfalls in der nachfolgenden Tabelle X angegeben.

Tabelle X

Kollektor	Dosierung kg/kg	Mineralmischung Komponente #1	Komponente #2	Mineralausbeute Komponente #1	Komponente #2
L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[1]	0,025	Apatit	Hematit	0,614	0,068
L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[1]	0,100	Apatit	Hematit	0,947	0,489
L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[1]	0,025	Apatit	Dolomit	0,726	0,182
L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$[1]	0,100	Apatit	Dolomit	0,998	0,670
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[2]	0,025	Apatit	Martit	0,873	0,097
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$[2]	0,100	Apatit	Martit	0,944	0,335

Tabelle X (Fortsetzung)

Kollektor	Dosierung kg/kg	Mineralmischung Komponente # 1	Komponente # 2	Mineralausbeute Komponente # 1	Komponente # 2
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,025	Apatit	Bauxit	0,604	0,367
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,100	Apatit	Bauxit	0,889	0,603
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,025	Rutil	Martit	0,893	0,223
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,100	Rutil	Martit	0,947	0,366
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,025	Rutil	Bauxit	0,801	0,229
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,100	Rutil	Bauxit	0,914	0,377
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,025	Gibbsit	Boehmit	0,881	0,137
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,100	Gibbsit	Boehmit	0,947	0,229
L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [1]	0,025	Gibbsit	Boehmit	0,850	0,111
L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [1]	0,100	Gibbsit	Boehmit	0,894	0,203
L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [1]	0,025	Pyrolusit	Hematit	0,717	0,188
L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [1]	0,100	Pyrolusit	Hematit	0,915	0,404
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,025	Topas	Cassiterit	0,791	0,103
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,100	Topas	Cassiterit	0,956	0,458
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,025	Rutil	Kaolin	0,611	0,309
B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,100	Rutil	Kaolin	0,804	0,518

1 C_{10}-(linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
2 C_{12}-(verzweigtkettig)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.

Die Daten der obigen Tabelle zeigen, daß verschiedene der Flotation unterworfene Mineralien nach dem erfindungsgemäßen Verfahren wirksam durch die Kontrolle der Kollektordosierung getrennt werden können. Während z. B. Apatit und Dolomit bei dem erfindungsgemäßen Verfahren flotiert werden können, ist es klar, daß Apatit leichter bei einer geringeren Kollektordosierung foltiert als Dolomit. Apatit kann deshalb in einer ersten Stufe, einer Flotierung bei niedriger Dosierung, flotiert werden. Daran kann sich eine nachfolgende Flotation bei höherer Kollektordosierung anschließen, um den Dolomit zu flotieren. Wie eine Prüfung der anderen Ansätze dieses Beispiels zeigt, sind ähnliche Trennungen unter Verwendung anderer Mineralien möglich.

Beispiel 11 – Trennung von Apatit von Siliciumdioxid und Dolomit
Es wurde nach dem im Beispiel 4 dargestellten Verfahren gearbeitet, mit der Ausnahme, daß die Proben 30% Apatit, 60% Siliciumdioxid und 10% Dolomit umfaßten. Zusätzlich wurde in den Ansätzen 2 und 3 ein raffinierter Kohlenwasserstoff zugegeben. Die erhaltenen Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle XI zusammengestellt.

Tabelle XI

Ansatz	Kollektor	Dosierung (kg/metrischer Tonne)	P Ausbeute	P Qualität	Mg Ausbeute	Mg Qualität
1	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [2]	0,050	0,862	0,114	0,391	0,048
2	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [2] raffiniertes Kerosin [3]	0,050 0,050	0,827	0,125	0,320	0,042
3	B,D-C_{12}DPO($SO_3Na)_2$ [4] raffiniertes Kerosin [3]	0,050 0,010	0,817	0,135	0,302	0,040
4 [1]	Ölsäure raffiniertes Kerosin [3]	0,050 0,010	0,788	0,107	0,563	0,061

1 keine erfindungsgemäße Ausführungsform.
2 C_{10}-(linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
3 Raffiniertes Kerosin-Produkt, kommerziell erhältlich von Phillips Petroleum als Soltrol ™-Kerosin. Es wird gleichzeitig mit dem Kollektor der Flotationszelle zugegeben.

Die Daten der vorstehenden Tabelle zeigen die Eignung des erfindungsgemäßen Kollektors, um Apatit gegenüber Dolomit bevorzugt zu flotieren oder um Apatit und Dolomit zu trennen. Der in Ansatz 4 angegebene industrielle Standard erlaubt keine vergleichbare Trennung von Apatit und Dolomit und ergibt deshalb eine Phosphorausbeute, die beträchtlich mit Magnesium verunreinigt ist. Die Zugabe des Kohlenwasserstoffes im erfindungsgemäßen Verfahren ergibt eine schwach verringerte Ausbeute an Phosphor höherer Qualität, während die Menge an Magnesium verringert wird.

Beispiel 12 – Flotation von Apatit
Es wurde nach dem Verfahren von Beispiel 11 gearbeitet, mit Ausnahme, daß das flotierte Erz eine Mischung aus 30% Apatit, 10% Calcit und 60% Siliciumdioxid war. Die erhaltenen Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle XII zusammengestellt.

Tabelle XII

Ansatz	Kollektor	Dosierung (kg/metrischer Tonne)	P Ausbeute	P Qualität
1	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [1)]	0,050	0,317	0,128
2	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [1)]	0,100	0,792	0,137
3 [2)]	Ölsäure	0,100	0,551	0,064

1 C_{10}-(linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
2 keine erfindungsgemäße Ausführungsform.

Die Daten der vorstehenden Tabelle XII zeigen die Effektivität der vorliegenden Erfindung bei der Gewinnung von Apatit. Im Vergleich zu Beispiel 11 zeigen sie auch, daß die Dosierung, die erforderlich ist, um eine beträchtliche Ausbeute zu erhalten, von den besonderen Mineralien, die der Flotation unterworfen werden, beeinflußt wird.

Beispiel 13 – Flotation von Druckfarben auf der Basis von Kohlenstoff
Es wurden fünf Aufschlämmungen hergestellt, indem man in jedem Fall 240 g bedrucktes Papier (70 Gew.-% Zeitungen und 30 Gew.-% Zeitschriften); 1,61 g Diethylentriaminpentaessigsäure, ein farbkontrollierendes Mittel; 10,65 g Natriumsilikat; die Menge an dem in Tabelle XIII angegebenen Kollektor und 5,64 g Wasserstoffperoxid mit ausreichend Wasser zu einer Pulpe verarbeitet, um eine Aufschlämmung zu ergeben, die 2 Gew.-% Feststoffe enthielt. Der *p*H-Wert der Aufschlämmung betrug 10,5, wenn nicht anders angegeben, und die Temperatur 45 °C. Der Aufschluß wurde während 30 min durchgeführt. Jede Aufschlämmung wurde mit Exemplaren genau der gleichen Seiten hergestellt, um sicherzustellen, daß die Menge an Druckfarbe in jeder der fünf hergestellten Aufschlämmungen vergleichbar war.
Die Pulpen-Aufschlämmung wurde in eine 15-l-Voith-Flotationszelle transferiert und ausreichend Wasser zur Verdünnung zugegeben, um die Zelle vollständig zu füllen. Zu der Pulpe wurde eine ausreichende Menge an Calciumchlorid zugegeben, um eine Wasserhärte von 180 ppm $CaCO_3$ zu ergeben. Die Flotation wurde durch Einführen von Luftblasen gestartet, die durch die stark gerührte Pulpe hindurchströmten, und 10 min lang fortgesetzt. Der Schaum wurde dann durch eine Standard-Handabschöpfung entfernt, um das Flotationsprodukt zu ergeben.
Das Flotationsprodukt wurde dann filtriert und getrocknet. Der Inhalt der Flotationszellen, der die Cellulosefasern enthielt, wurde ebenfalls filtriert und getrocknet. Das Flotationsprodukt wurde durch Colorimetrie analysiert, unter Verwendung eines geeichten Maßstabes für die Zusammensetzung von 0 bis 10, wobei 0 vollkommenes Weiß und 10 vollkommenes Schwarz bedeutete. Die aus dem Zellinhalt hergestellten Cellulosefasermatten wurden unter Verwendung eines hochauflösenden Mikroskops untersucht, um die pro Flächeneinheit zurückgebliebenden Druckfarbenteilchen zu bestimmen.
Die erhaltenen Daten sind in der nachfolgenden Tabelle XIII zusammengestellt. Wenn nicht anders angegeben, sind die Bedingungen für jeden Ansatz identisch.

Tabelle XIII

Ansatz	Kollektor	Dosierung (g)	*p*H der Flotation	Druckfarbenkonz. Maßstabablesung	Druckfarbenkonz. visuell	Cellulosemattenbeurteilung
1 [1)]	Ölsäure	5,5	10,5	4	hellgrau	–
2	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [2)]	2,0	10,5	5	grau	keine Veränderung
3	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [2)]	2,0	8,0 [3)]	6	dunkelgrau	25% Abfall
4 [4)]	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [2)]	2,0	10,5	8	sehr dunkelgrau	50% Abfall
5 [4)]	L,D-C_{10}DPO($SO_3Na)_1$ [2)]	2,0	8,0 [3)]	9	hellschwarz	75% Abfall

1 keine erfindungsgemäße Ausführungsform; gegenwärtiger industrieller Standard.
2 C_{10}-(linear)-dialkyliertes Natriumdiphenyloxid-monosulfonat.
3 *p*H-Wert der Flotationszelle wurde durch Zugabe von 1 N HCl reduziert.
4 In diesem Ansatz wurde kein $CaCl_2$ zur Flotationszelle zugegeben.

Die Daten der vorstehenden Tabelle zeigen, daß das erfindungsgemäße Verfahren zur Trennung von Graphitdruckfarben und anderen Druckfarben auf der Basis von Kohlenstoff von Papier beim De-Inking von Recycling-Papier durch Flotation effektiv ist. Die Ansätze 2–5 zeigen im Vergleich zu Ansatz 1, der dem gegenwärtigen industriellen Standard entspricht, daß die Verwendung der erfindungsgemäßen Kollektoren eine größere Rückgewinnung an Druckfarbe bei einer beträchtlich geringeren Kollektordosierung ergibt.