

MEMÓRIA DESCRIPTIVA

DA

PATENTE DE INVENÇÃO

Nº 93.997

NOME: THE DOW CHEMICAL COMPANY. norte-americana industrial, com sede em 2030 Dow Center. Abbott Road. Midland. Michigan. 48640. Estados Unidos da America do Norte

EPÍGRAFE: "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DEMINERAIS POR FLUTUAÇÃO DE ESPUMA"

INVENTORES: RICHARD ROBERT KLIMPEL e DONALD EUGENE LEONARD

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 42 da Convenção da União de Paris de 20 de Março de 1883.

MEMÓRIA DESCRIPTIVAResumo

O presente invento diz respeito a um processo para a recuperação de minerais por flutuação em espuma. Ácidos monossulfónicos de óxido de diarilo alquilado ou sais dos mesmos ou suas misturas são úteis como colectores na flutuação de minerais, particularmente minerais óxidos. Mais correctamente, de acordo com o invento, o referido processo consiste em se submeter uma lama aquosa compreendendo minerais particulados à flutuação em espuma na presença de um colector de um ácido sulfónico de dióxido de diarilo, ou de um seu sal, ou de misturas de sais ou de um seu sal, ou de mis

=====

THE DOW CHEMICAL COMPANY

"PROCESSO PARA A RECUPERAÇÃO DE MINERAIS POR FLUTUAÇÃO EM ESPUMA"

turas de sais ácido ou sais, em que pelo menos 20 por cento dos ácidos sulfônico, ou dos seus sais, é monossulfonado sob condições tais que os minerais a serem tratados são fluorados.

Esta invenção refere-se à recuperação de minerais por flutuação em espuma.

Flutuação é um processo de tratamento de uma mistura de sólidos minerais finamente divididos, por exemplo, um minério pulverulento, suspenso em um líquido por meio do qual uma porção dos sólidos é separada de outros sólidos minerais finamente divididos, por exemplo sílica, ganga siliciosa, argilas e outros materiais similares presentes no minério, por introdução de um gás (ou fornecimento de um gás in situ) no líquido para produzir uma massa espumosa contendo um dos sólidos na superfície do líquido e deixando suspensos (não espumados) outros componentes sólidos do minério. A flutuação tem como base o princípio de que a introdução de um gás em um líquido contendo partículas sólidas de diferentes materiais nele suspensos provoca a aderência de um pouco de gás em determinados sólidos suspensos e não em outros e faz com que as partículas tendo o gás assim aderido se tornem mais leves que o líquido. Consequentemente, estas partículas sobem para a superfície do líquido para formar uma espuma.

Os minerais e sua gama associada que são tratados por flutuação em espuma geralmente não possuem hidrofobia ou hidrofilia suficiente para permitir separação adequada. Portanto, vários reagentes químicos são frequentemente empregados na flutuação em espuma para criar ou melhorar as propriedades necessárias para permitir a separação. Coletores são usados para melhorar a hidrofobia e, consequentemente, a flutuabilidade de diferentes valores minerais. Os coletores devem ter a capacidade de:

(1) se fixarem à espécie mineral desejada com relativa exclusão das outras espécies presentes;

(2) manter a fixação na turbulência ou no cisalhamento associados com a flutuação de espuma; e

(3) tornar a espécie mineral desejada suficientemente hidrófoba para permitir o grau de separação desejado.

Além dos colectores são usados inúmeros outros reagentes químicos. Exemplos de tipos de reagentes adicionais usados incluem formadores de espuma, agente de abaixamento e vários promotores e activadores. Os agentes de abaixamento são usados para aumentar ou melhorar a hidrofilia de várias espécies minerais e assim baixar sua flutuação. Formadores de espuma são reagentes adicionais aos sistemas de flutuação para promover a criação de uma espuma semi-estável. Ao contrário dos agentes de abaixamento e colectores, os formadores de espuma não precisam se fixar ou adsorver às partículas minerais.

A flutuação em espuma vem sendo extensivamente praticada na industria de mineração desde pelo menos o início do século XX. Ensinam-se uma variedade de compostos que são úteis como colectores, formadores de espuma e outros reagentes na flutuação em espuma. Por exemplo, xantatos, alquilaminas simples, alquil-sulfatos, alquil-sulfonatos, ácidos carboxílicos e ácidos gordos são geralmente aceites como colectores úteis. Reagentes úteis como formadores de espuma incluem álcoois de peso molecular mais baixo tal como metil-isobutil-carbonil e éteres de glicil. Os aditivos específicos usados em uma operação particular de flutuação escolhidos de acordo com a natureza do minério, as condições sob as quais ocorrerá a flutuação, o mineral que se deseja recuperar e os outros aditivos que deverão ser usados em combinação com os itens anteriores.

Embora uma ampla variedade de reagentes químicos sejam reconhecidos pelo especialista na técnica como tendo utilidade na flutuação em espuma, reconhece-se também o facto de que a eficácia de reagentes conhecidos varia grandemente dependendo do minério ou minérios particulares sendo submetidos à flutuação bem como das condições de

flutuação. Reconhece-se ainda que a selectividade ou a capacidade de flutuação selectiva da espécie desejada com exclusão de espécies indesejadas seja um problema específico.

Os minerais e seus associados são geralmente classificados como sulfuretos ou óxidos, com este último grupo compreendendo espécies que contêm oxigénio tal como carbonatos, hidróxidos, sulfatos e silicatos. Assim, o grupo de minerais classificados como óxidos geralmente inclui qualquer mineral contendo oxigénio. Embora uma grande proporção dos minerais existentes actualmente esteja contida em minerais oxídicos, a maioria dos sistemas de flutuação em espuma bem sucedidos está voltada para minérios sulfuretos. Reconhece-se que a flutuação de minerais oxídicos é substancialmente mais difícil que a flotação de minerais sulfetados e que a eficácia da maioria dos processos de flotação na recuperação de minérios oxídicos é limitada.

O principal problema associado à recuperação tanto de minerais oxídicos como de minerais sulfuretados é a selectividade. Encontra-se ensinado que alguns dos colectores reconhecidos tal como os ácidos carboxílicos, os alquil-sulfatos e os alquil-sulfonatos discutidos anteriormente são colectores eficazes para minérios de minerais axídicos. Entretanto, embora o uso destes colectores possa resultar em recuperações aceitáveis, reconhece-se que a selectividade do valor mineral desejado é tipicamente bastante pobre. Isto é, o grau ou a percentagem do componente desejado contido no mineral recuperado é inaceitavelmente baixa.

Devido ao baixo grau de recuperação de mineral óxido obtido usando-se a flutuação directa convencional, a indústria de mineração vem de modo geral se voltando para métodos mais complicados em uma tentativa de obter uma recuperação aceitável de minerais com graus aceitáveis. Os minérios óxidos são frequentemente submetidos a um passo de sulfuretação antes da flutuação convencional em processos

comerciais existentes. Logo que os minerais óxidos estejam sulfuretados, eles são então submetidos à flutuação usando-se colectores de sulfuretos conhecidos. Mesmo com a etapa de sulfuretação, as recuperações e o grau são menores que os desejáveis. Um método alternativo para a recuperação de minérios óxidos é a extracção líquido/líquido. Um terceiro método usado na recuperação de minérios óxidos, particularmente óxidos e fosfatos de ferro, é a flutuação inversa ou indirecta. Na flutuação inversa, a flutuação do minério tendo os valores minerais desejados é baixada e a ganga ou outro contaminador flutua. Em alguns casos, o contaminador é um mineral que pode ter valor. Um quarto método para a recuperação de minerais envolve a dissolução química ou a lixiviação.

Nenhum destes métodos de flutuação existentes voltados para os métodos dos minérios óxidos deixa de apresentar problemas. Geralmente os métodos conhecidos resultam em uma baixa recuperação ou baixo grau ou ambos. O baixo grau dos minerais recuperados é tido como um problema particular na flutuação de minerais óxidos. Os métodos de recuperação conhecidos não são economicamente exequíveis, e, consequentemente, uma grande proporção de minérios óxidos simplesmente não são processados. Assim, os especialistas na técnica de flutuação em espuma reconhecem, de um modo geral, uma grande necessidade de uma selectividade aperfeiçoada na flutuação de minerais.

A presente invenção é um processo para a recuperação de minerais por flutuação em espuma compreendendo a sujeição de uma lama aquosa compreendendo minerais particulados à flutuação em espuma na presença de um colector compreendendo ácidos sulfónicos de óxidos diarílico ou sais dos mesmos ou misturas de tais sais ou ácidos onde a espécie monosulfonada compreenda pelo menos cerca de 20 por cento em peso dos ácidos ou sais sulfonados sob condições tais que os minerais a serem recuperados flutuem. Os minerais recuperados podem ser o mineral desejado ou podem ser contaminados indesejados.

dos. Além disso, o processo de flutuação em espuma desta invenção utiliza formadores de espuma e outros reagentes de flutuação conhecidos da técnica.

A prática do processo de flutuação desta invenção resulta em aperfeiçoamento na selectividade e assimno grau dos minerais recuperados de minérios óxidos e/ou sulfuretos ao mesmo tempo em que geralmente mantém ou aumenta os níveis globais de recuperação do mineral desejado. É surpreendente que o uso de ácidos monossulfónicos de óxidos difenílicos alquilados ou sais dos mesmos resulte em aperfeiçoamentos consistentes na selectividade ou recuperação de valores minerais.

O processo de flutuação desta invenção é útil na recuperação de valores minerais de uma variedade de minérios, inclusive minérios óxidos bem como minérios sulfuretos e minérios mistos.

Exemplos não limitativos de minérios óxidos que podem ser flutuados com o uso da prática desta invenção incluem de preferência óxidos de ferro, óxidos de níquel, óxidos de cobre, óxidos de fósforo, óxidos de alumínio e óxidos de titânio. Outros tipos de minério contendo oxigénio que podem ser flutuados com o uso da prática desta invenção incluem carbonatos tais como calcite e dolomite e hidróxidos tal como bauxite.

Exemplos não limitativos de minérios óxidos específicos que podem ser colectados por flutuação em espuma com o uso do processo desta invenção incluem aqueles contendo cassiterite, hematite, cuprite, valerite, calcite, talco, caulino, apatito, dolomite, bauxite, espinélio, corindo, laterite, azurite, rutilo, magnetite, columbite, ilmetite, smitsonite, anglesite, scheelite, cromite, cerusite, pirolusite, malaquite, crisócola, zincita, massicote, bisbiita, anatas, tungstite, uraninite, gumite, brucite, manganite, psilomelano, goetite, limonite, crisobérilio, microlite, tantalite,

topázio, e samarsquite. O processo de flutuação em espuma desta invenção será útil para o processamento de minérios adicionais inclusive minerais óxidos, onde a definição de óxido inclui carbonatos, hidróxidos, sulfatos e silicatos assim como óxidos.

O processo desta invenção também é útil na flutuação de minérios sulfuretados. Exemplos não limitativos de minérios sulfuretos que podem ser flutuados pelo processo desta invenção incluem aqueles contendo calcopirite, colcocite, galena, pirite, esfalerite, molibdenite e pentlandite.

Metais nobres tais como ouro e prata e os metais do grupo da platina, em que metais do grupo da platina compreendem platina, ruténio, ródio, paládio, ósmio e irídio, também podem ser recuperados pela prática desta invenção. Por exemplo, tais metais são às vezes encontrados associados com minérios óxidos e/ou sulfuretos. A platina, por exemplo, pode ser encontrada associada com troilite. Pela prática da presente invenção, estes metais podem ser recuperados com bom rendimento.

Os minerais nem sempre existem puramente como minérios óxidos ou como minérios sulfuretos. Os minérios naturais podem compreender tanto minerais contendo enxofre como minerais contendo oxigénio, bem como pequenas quantidades de metais nobres conforme anteriormente discutido.

Os minerais podem ser recuperados destes minérios mistos pela prática desta invenção. Isto pode ser feito em uma flutuação de dois estágios onde um estágio compreende a flutuação convencional de sulfuretos para recuperar principalmente os minerais sulfuretos e o outro estágio da flutuação utiliza o processo e a composição colectora da presente invenção para recuperar principalmente os minerais óxidos e quaisquer metais nobres que possam estar presentes.

Alternativamente, tanto os minerais contendo enxofre como os minerais contendo oxigénio podem ser recuperados simultaneamente pela prática desta invenção.

Um aspecto particular do processo desta invenção é a capacidade de flutuar vários minerais de forma diferente. Sem que se deseje estar ligado à teoria, ensina-se que a susceptibilidade de vários minerais à flutuação no processo desta invenção está relacionada à estrutura cristalina dos minerais. Mais especificamente, parece existir uma correlação entre a razão dos comprimentos das arestas dos cristais para a área superficial dos cristais com base na unidade de área. Os minerais tendo razões maiores parecem ter a preferência de flutuação quando comparados com os minerais tendo razões mais baixas. Assim, geralmente, é mais provável que minerais cuja estrutura cristalina tem 24 ou mais faces (Grupo I) flutuou mais do que minerais tendo 16 a 24 faces (Grupo II). Os minerais do Grupo III compreendendo minerais tendo 12 a 16 faces são os próximos na ordem de preferência de flutuação, seguidos pelos minerais do Grupo IV tendo 8 a 12 faces.

No processo desta invenção, geralmente os minerais do Grupo I flutuam antes dos minerais do Grupo II, os quais flutuarão antes dos minerais do Grupo III, que por sua vez flutuarão antes dos minerais do Grupo IV. Por flutuação antes ou preferência de flutuação entenda-se que a espécie preferida flutuará com menores dosagens (quantidade) do colector usado. Isto é, um mineral do Grupo I pode ser recolhido com uma dosagem muito baixa. Com o aumento da dosagem e/ou a remoção da maior parte do mineral do Grupo I, um mineral do Grupo II será recolhido e assim por diante.

Um especialista na técnica observará que estes agrupamentos não são absolutos. Vários minerais podem ter diferentes estruturas cristalinas possíveis. Ainda, o tamanho dos cristais naturais também varia, o que influenciará na facilidade com que diferentes minerais podem ser flutua-

dos. Um factor adicional que afecta a preferência de flutuação é o grau de libertação. Além disso, dentro de um grupo, isto, entre os minerais cujos cristais têm razões similares do comprimento de aresta para a área superficial, estes e outros factores terão influência sobre qual membro do grupo flutuara primeiro.

Um especialista na técnica pode prontamente determinar a qual grupo um mineral pertence examinando a caracterização de mineralogia padrão de diferentes minerais. Estes encontram-se disponíveis, por exemplo, em Manual of Mineralogy, 19ª Edição, Cornelius S. Hurlbut, Jr. e Cornelis Klein (John Wiley & Sons, New York, 1977). Exemplos não limitativos de minerais no Grupo I incluem grafite, nicolite, covelite, molibdenite e berilo.

Exemplos não limitativos de minerais no Grupo II incluem rútilo, pirolusite, cassiterite, anatase, calomelano, torbernite, autunite, marialite, meionite, apofilita, zirconite e xanotima.

Exemplos não limitativos de minerais no Grupo III incluem arsénio, greenockite, milerite, zincite, corindo, hematite, brucite, calcite, magnesite, siderite, rodocrosite, smitsonite, nitrato de sódio, apatite, piro-morfite, mimetite e vanadinite.

Exemplos não limitativos de minerais no Grupo IV incluem enxofre, calcocite, calcopirite, estibinite, bismutinite, loelingite, marcasite, massicote, bruite, boehmite, diáspero, goetite, samarsquita, atacamita, aragonite, viterite, estroncianite, cerusite, fosgenite, nitrato de potássio, tenardite, barite, celestite, anglesite, anidrite, epsomite, antlerite, caledonite, trifilita, litiofilita, heterosite, purpurite, variscite, estrengite, crisoberílio, escorodite, descloizite, motramite, brazilianite, olivenite, libetenite, adamite, fosfuranolite, childrenite, eos-

forite, scheelite, povelite, vulfenite, topázio, columbite e tantalite.

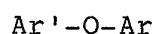
Conforme anteriormente discutido, teoriza-se que estes agrupamentos são úteis na identificação de quais minerais terão preferência de flutuação. Entretanto, o colector e o processo desta invenção são úteis na flutuação de vários minerais que não se encaixam nas categorias anteriores. Estes agrupamentos são úteis para a predição de quais minerais flutuarão na mais baixa dosagem relativa do colector, e não para determinar quais minerais podem ser recolhidos por flutuação no processo desta invenção.

A selectividade demonstrada pelos colectores desta invenção permite a separação de pequenas quantidades de minerais indesejados dos minerais desejados. Por exemplo, a presença de apatite frequentemente é um problema na flutuação do ferro assim como a presença de topázio na flutuação de cassiterite. Assim, os colectores da presente invenção são, em alguns casos, úteis na flutuação inversa onde se flutua o mineral indesejada tal como a flutuação de topázio para separá-lo da cassiterite ou a flutuação da apatite para separá-la do ferro.

Além da flutuação de minérios encontrados na natureza, o processo de flutuação e a composição colectora desta invenção são úteis na flutuação de minerais provenientes de outras fontes. Um exemplo deste tipo é os minerais de desperdícios provenientes de vários processos tais como separação por meios pesados, separação magnética, processamento de metais e processamento de petróleo. Estes materiais de desperdícios frequentemente contêm minerais que podem ser recuperados com o uso do processo de flutuação da presente invenção. Um outro exemplo é a recuperação de uma mistura de tinta de grafite e outras tintas à base de carbono na reciclagem de papel. Tipicamente, tais papéis reciclados têm sua tinta removida para separar tintas das fibras de papel por um

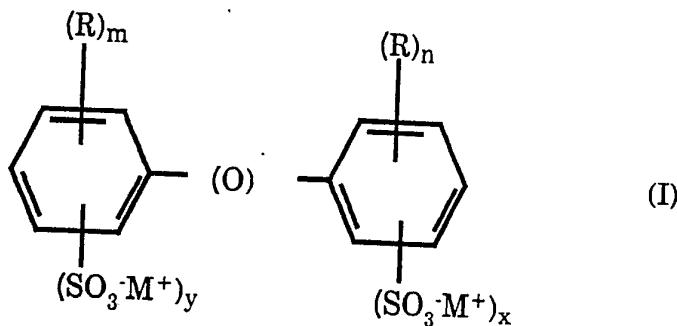
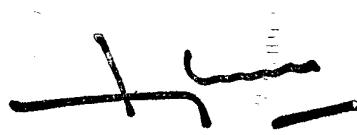
processo de flutuação. O processo de flutuação da presente invenção é particularmente eficaz em tais processos de flutuação para separação de tintas.

O colector de monossulfonato ou ácido monossulfônico de óxido de diarílo desta invenção corresponde à fórmula geral::



onde Ar' e Ar são independentemente em cada ocorrência componentes aromáticos substituídos ou não substituídos tal como, por exemplo, fenilo ou naftilo com a condição de que um e apenas um de Ar' e Ar contenha um componente de ácido sulfônico ou de sal de ácido sulfônico. De preferência, o colector de monossulfonato ou ácido monossulfônico de óxido de diarílio é um óxido de difenílo alquilado ou um monossulfonato ou ácido monossulfônico de óxido bifenilo e fenilo ou mistura dos mesmos. O monossulfonato ou ácido monossulfônico de óxido de diarílo é de preferência substituído com um ou mais substituintes hidrocarbilo. Os substituintes hidrocarbilo podem ser alquilo substituído ou não substituído ou alquilo insaturado substituído ou não substituído.

O colector de monossulfonato óxido de diarílo desta invenção é mais preferivelmente um colector de óxido de difenilo e corresponde à seguinte fórmula ou a uma mistura de compostos correspondentes à fórmula:



onde cada R é independentemente um radical alquilo saturado ou alquilo saturado substituído ou um radical alquilo insaturado ou alquilo insaturado substituído; cada m e n são independentemente 0, 1 ou 2; cada M é independentemente hidrogénio, um metal alcalino, um metal alcalino terroso, ou amónio ou amónio substituído e cada x e y é individualmente 0 ou 1 com a condição de que a soma de x e y seja um. De preferência o(s) grupo(s) R é (são) independentemente um grupo alquilo tendo de 1 a 24 mais preferivelmente de 6 a 24 átomos de carbono, ainda mais preferivalmente de 6 a 16 átomos de carbono e mais preferivelmente de 10 a 16 átomos de carbono. Os grupos alquilo podem ser lineares, ramificados ou cílicos, sendo preferidos os radicais lineares ou ramificados. Também prefere-se que cada m e n seja igual a um. Os radicais amónio M^+ são da fórmula $(R')_3^{\text{HN}} +$ onde cada R' é independentemente hidrogénio, uma alquilo C_1-C_4 ou um radical hidroxialquilo C_1-C_4 . Radicais alquilo e hidroxialquilo C_1-C_4 ilustrativos incluem metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, hidroximetilo e hidroxiethilo. Os radicais ião amónio típicos incluem amónio (N^+H_4) , metilamónio $(CH_3N^+H_3)$, etilamónio $(C_2H_5N^+H_3)$, dimetilamónio

$((\text{CH}_3)_2\text{N}^+\text{H}_2$), metiletamilamónio $(\text{CH}_3\text{N}^+\text{H}_2\text{C}_2\text{H}_5)$ trimetilmamónio $((\text{CH}_3)_3\text{N}^+\text{H}$), dimetilbutilmamónio $((\text{CH}_3)_2\text{N}^+\text{HC}_4\text{H}_9)$, hidroxietilmamónio $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{N}^+\text{H}_3)$ e metil-hidroxietilmamónio $(\text{CH}_3\text{N}^+\text{H}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})$. De preferência, cada M é hidrogénio, sódio, cálcio, potássio ou amónio.

Os sulfonatos de óxidos de difenilo, alquilizados e seus métodos de preparação são bastantes conhecidos e refere-se a eles para a finalidade desta invenção. Os colectores de monossulfonatos da presente invenção podem ser preparados por modificações por métodos conhecidos de preparação de sulfonatos. Métodos representativos da preparação de sulfonatos estão apresentados nas Patentes dos EUA 3.264.242, 3.634.272 e 3.945.437. Métodos comerciais de preparação dos sulfonatos de óxidos de difenilo, alquilados geralmente não produzem espécies que sejam exclusivamente monoalquiladas, monossulfonadas, dialquiladas ou dissulfonadas. As espécies comercialmente disponíveis são predominantemente (mais de 90 por cento) dissulfonadas e são uma mistura de mono- e di-alquiladas com a percentagem de dialquilação sendo de 15 a 25 e a percentagem de monoalquilação sendo de 75 a 85 por cento. Mais tipicamente, as espécies comercialmente disponíveis são cerca de 80 por cento monoalquiladas e 20 por cento dialquiladas.

Na prática desta invenção, o uso de espécies monossulfonadas mostrou-se crítico. Estas espécies monossulfonadas podem ser preparadas por uma modificação de etapa de sulfonação nos métodos descritos, por exemplo, nas Patentes dos EUA 3.264.242, 3.634.272 e 3.945.437. Especificamente, os métodos ensinados anteriormente são voltados para a preparação predominante de espécies dissulfonadas. Assim, na etapa de sulfonação, ensina-se usar agente de sulfonação suficiente para sulfonar ambos os anéis aromáticos. Entretanto, na preparação dos monossulfonatos úteis na prática da presente invenção, a quantidade de agente de sulfonação usada é de preferência aquela necessária para fornecer um grupo sulfonato

por molécula.

Os monossulfonatos preparados desta maneira incluirão tanto as moléculas que não forem sulfonadas como aquelas que contêm mais de um grupo sulfonato por molécula. Se desejado, os monossulfonatos podem ser separados e usados em forma relativamente pura. Contudo, a mistura resultante de uma etapa de sulfonação que utiliza apenas agente de sulfonação suficiente para fornecer aproximadamente um grupo sulfonato por molécula também é útilina prática desta invenção.

Conforme estabelecido anteriormente o uso de espécies monossulfonadas é crítico para a prática desta invenção. Contudo, a presença de espécies dissulfonadas não mostra ser prejudicial do ponto de vista teórico desde que se encontre presente pelo menos 20 por cento das espécies monosulfonadas. Prefere-se que esteja presente pelo menos 25 por cento de monossulfonação e mais preferida é a presença de pelo menos 40 por cento de monossulfonação e mais preferida ainda é a presença de 50 por cento de monossulfonação. Mais preferido é o uso de ácidos ou sais monossulfonados relativamente puros. Em aplicações comerciais, um especialista na técnica reconhecerá que por mais que custos mais elevados estejam associados com a produção das espécies monossulfonadas relativamente puras estes serão contrapostos às diminuições na eficácia associadas com o uso de misturas contendo espécies dissulfonadas.

Os sulfonatos de óxidos de difenilo alquilo dos comercialmente disponíveis frequentemente são misturas de espécies monoalquiladas e dialquiladas. Embora tais misturas de espécies monoalquiladas e dialquiladas sejam operáveis na prática desta invenção, em algumas circunstâncias é preferível o uso de espécies que sejam quer monoalquiladas, dialquiladas ou trialquiladas. Estas espécies são preparadas por modificações pelos métodos descritos, por exemplo,

nas Patentes dos EUA nº 3.264.242, 3.634.272 e 3.945.437. Quando não se deseja o uso de uma mistura, insere-se uma etapa de destilação depois da alquilação para remover as espécies monoalquiladas e ou usar as espécies monoalquiladas ou reciclar-las para sofrerem mais alquilação. Geralmente, prefer-se usar espécies dialquiladas embora as monoalquiladas e trialquiladas sejam operáveis.

Exemplos não limitativos de sulfonatos de óxidos de difenilo alquilados preferidos incluem óxido do difenílo monossulfonato de sódio, óxido de hexildifenílo monossulfonado de sódio, óxido de decildifenílo monossulfonado de sódio, óxido de dodecildifenílo monossulfonado de sódio, óxido de hexadecilcifenílo monossulfonado de sódio, óxido de eicosildifenílo monossulfonado de sódio e misturas dos mesmos. Em uma modalidade mais preferida, o colector é um óxido de difenílo dialquilado monossulfonado de sódio onde o grupo alquilo é um grupo alquilo C_{10-16} , mais preferivelmente um grupo alquilo $C_{10-C_{12}}$. Os grupos alquilo podem ser ramificados ou lineares.

O colector pode ser usado em qualquer concentração que forneça a selectividade e a recuperação desejadas dos valores minerais desejados. Em particular, a concentração usada depende do mineral específico a ser recuperado, do grau do minério a ser submetido ao processo de flutuação em espuma e da qualidade desejada do mineral a ser recuperado.

Factores adicionais a serem considerados na determinação dos níveis de dosagem incluem a dimensão da área da superfície do minério a ser tratado. Conforme será notado pelo especialista na técnica, quanto menor o tamanho de partícula, maior a área da superfície do minério e maior a quantidade de reagentes colectores necessários para obtenção das recuperações e dos graus adequados. Tipicamente, os minérios de minerais óxidos devem ser triturados mais finos

que os minérios sulfuretos e assim requerem dosagens muito altas do colector ou a remoção das partículas mais finas por desenlameamento. Os processos convencionais para a flutuação de minerais óxidos tipicamente requerem uma etapa de desenlameamento para remover os pós de minério presentes e assim permitir que o processo funcione com níveis aceitáveis de dosagem do colector. O colector da presente invenção funciona com níveis aceitáveis de dosagem com ou sem desenlameamento.

De preferência, a concentração do colector é de pelo menos 0,001 kg/ton métrica, mais preferivelmente de pelo menos 0,05 kg/ton métrica. Prefere-se também que a concentração total do colector não seja superior a 5,0 kg/ton métrica e melhor ainda que não seja superior a 2,5 kg/ton métrica. Em geral, para obter uma eficácia óptima do colector, é mais vantajoso começar com baixos níveis de dosagem e aumentar o nível de dosagem até que se obtenha o efeito desejado. Embora os aumentos na recuperação e no grau obtidos pela prática desta invenção aumentem com o aumento da dosagem, os especialistas na técnica notarão que em algum ponto o aumento na recuperação e no grau obtido por uma dosagem maior é contrabalançado pelo custo aumentado dos produtos químicos para flutuação. Os especialistas na técnica também observarão que são requeridas dosagens variadas do colector dependendo do tipo de minério e outras condições de flutuação. Adicionalmente, a dosagem requerida do colector mostrou-se estar relacionada com a quantidade do mineral a ser recolhido. Nas situações em que uma pequena quantidade de um mineral suscetível à flutuação com o uso do processo desta invenção, necessita-se de uma dosagem muito baixa do colector devido à selectividade do colector.

Verificou-se vantajosa na recuperação de certos minerais a adição do colector ao sistema de flutuação, em estágios. Por adição em estágios entenda-se que uma parte da dose do colector é adicionada; o concentrado de espuma é recolhido, uma porção adicional do colector é adicionada; e o concentrado de espuma é novamente recolhida. A quan-

tidade total do colector usado de preferência não é alterada quando este é adicionado em estágios. Esta adição em estágios pode ser repetida várias vezes para que se obtenha uma recuperação e um grau óptimos. O número de estágios em que o colector é adicionado está limitado apenas pelas restrições práticas e económicas. De preferência, não se usa mais do que cerca de seis estágios.

Uma vantagem adicional da adição em estágios está relacionada à capacidade do colector da presente invenção em fazer flutuar de forma diferente minerais diferentes com diferentes níveis de dosagem. Conforme anteriormente discutido, com baixos níveis de dosagem um mineral particularmente susceptível à flutuação pelo colector desta invenção é flotado enquanto outros minerais permanecem na lama. Com uma dosagem aumentada, um mineral diferente pode ser flutuado permitindo assim a separação de diferentes minerais contidos em um dado minério.

Além dos colectores desta invenção outros reagentes ou aditivos convencionais podem ser usados no processo de flutuação. Exemplos de tais aditivos incluem vários agentes de abaixamento e dispersantes bastante conhecidos pelos especialistas na técnica. Além disso, o uso de compostos contendo hidroxi, tais como alanol-aminas ou alquileno-glicóis, mostrou-se útil no aperfeiçoamento da selectividade para os valores minerais desejados em sistemas contendo sílica ou ganga silicosa. O colector desta invenção também pode ser usado em conjunto com outros colectores. Além disso, formadores de espuma podem ser e são tipicamente usados. Os formadores de espuma são bastante conhecidos pelos especialistas na técnica e refere-se aos mesmos para a finalidade desta invenção. Exemplos de formadores de espuma úteis incluem poliglicoléteres e álcoois formadores de espuma de peso molecular mais baixo.

Uma vantagem particular do colector da presente invenção é que aditivos adicionais não são requeridos para ajustar o pH da lama de flutuação. O processo de flutuação que utiliza o colector da presente invenção opera eficazmente com os pHs típicos dos minérios naturais que variam de 5 ou menos até 9. Isto é particularmente importante quando se leva em consideração o custo dos reagentes necessários para ajustar o pH da lama de um pH natural em torno de 7,0 ou menos para 9,0 ou 10,0 ou mais que é tipicamente necessário quando se usa colectores carboxílicos, sulfónicos, fosfónicos e xânticos convencionais.

A capacidade do colector da presente invenção para funcionar a um pH relativamente baixo significa que ele também pode ser usado naqueles casos em que se deseja diminuir o pH da lama. O limite mínimo de pH da lama no qual a presente invenção é operável é o pH no qual a carga superficial sobre a espécie é adequada para ser fixada pelo colector.

Visto que o colector da presente invenção funciona com diferentes níveis de pH, é possível tirar vantagem da tendência de minerais diferentes flutuarem a diferentes níveis de pH. Isto torna possível fazer uma corrida da flutuação com um pH para optimizar a flutuação de uma espécie particular. O pH pode ser então ajustado para uma corrida subsequente para optimizar a flutuação de uma espécie diferente facilitando assim a separação da vários minerais encontrados juntos.

O colector desta invenção também pode ser usado junto com colectores convencionais. Por exemplo, os colectores de óxidos de diariólo monossulfonados desta invenção podem ser usados em uma flutuação de dois estágios onde a flutuação com óxido de diariólo monossulfonado recupera principalmente minerais óxidos enquanto que o segundo estágio da flutuação usando colectores convencionais é usado para re-

cuperar principalmente minerais sulfuretos ou minerais óxidos adicionais. Quando usado em conjunto com colectores convencionais, pode-se usar uma flutuação de dois estágios onde o primeiro estágio comprehende o processo desta invenção e é realizado com o pH natural da lama. O segundo estágio envolve colectores convencionais e é conduzido com um pH elevado. Deve-se observar que em algumas circunstâncias, pode ser desejável inverter os estágios. Um processo de dois estágios deste tipo tem a vantagem de usar menos aditivos para ajustar o pH e também permite uma recuperação mais completa dos minerais desejados conduzindo-se a flutuação sob condições diferentes.

Os seguintes exemplos são fornecidos para ilustrar a invenção e não devem ser interpretados absolutamente como limitativos. A menos que de outra forma especificado, todas as partes e percentagens estão em peso.

Os seguintes exemplos incluem trabalhos que envolvem flutuação no tubo de hallimnd e flutuação feita em células de flutuação de escala laboratorial. Deve-se notar que a flutuação no tubo de Hallimond é um meio simples de penetrar colectores, mas não necessariamente prevê o sucesso dos colectores na flutuação real. A flutuação no tubo de Hallimond não envolve o cisalhamento ou a agitação presentes na flutuação real e não mede o efeito dos formadores de espuma. Assim, embora um colector deva ser eficaz em uma flutuação no tubo de Hallimong no caso de ele ser eficaz em flutuação real, um colector eficaz na flutuação no tubo de Hallimond não será necessariamente eficaz em flutuação real. Deve-se notar também que a experiência mostrou que as dosagens do colector requeridas para a obtenção de recuperações satisfatórias em um tubo de Hallimond são com frequência substancialmente maiores que aquelas requeridas em um teste com células de flutuação. Assim, o trabalho no tubo de Hallimond não pode prever com precisão as dosagens que seriam requeridas em uma célula de flutuação real.

EXEMPLO 1

Flutuação de Malaquite e Silica em um Tubo de Hallimond

Cerca de 1,1 g de (1) malaquite, um mineral de óxido de cobre tendo a fórmula aproximada $Cu_2CO_3(OH)_2$, ou (2) sílica fôlio dimensionado até cerca de -60 a +120 de molho dos EUA e colocado em uma pequena garrafa com cerca de 20 ml de água desionizada. A mistura foi sacudida (agitada) por 30 segundos e a fase aquosa contendo alguns sólidos ou lodos finos suspensos foi decantada. Esta etapa de desenlameamento foi repetida várias vezes.

Uma porção de 150 ml de água desionizada foi colocada em um béquer de vidro de 250 ml. Em seguida, adicionou-se 2,0 ml de uma solução 0,10 molar de nitrato de potássio como um electrólito tampão. O pH foi ajustado para cerca de 10,0 com a adição de HCl 0,10 N e/ou NaOH 0,10 N. Em seguida, adicionou-se uma porção de 1,0 g do mineral desenlameado junto com água desionizada para levar o volume total a cerca de 180 ml. O colector, um sulfonato de óxido de difenilo de sódio alquilo com C_{16} ramificado compreendendo cerca de 80 por cento de espécies monoalquiladas e cerca de 20 por cento de espécies dialquiladas, foi acrescentado e deixado que acondicionasse sob agitação por 15 minutos. O pH foi monitorado e ajustado conforme necessário usando-se HCl e NaOH. Deve-se notar que as Experiências 1-5 não são modalidades da invenção e usam um colector dissulfonado ao passo que as Experiências 6-10, que são modalidades da invenção, usam um colector monossulfonado. A única diferença entre os colectores usados nas Experiências 1-5 e aqueles usados nas Experiências 6-10 é a dissulfonação versus a monossulfonação.

A lama foi transferida para dentro de um tubo de Hallimond destinado a permitir que uma agulha

oca seja adaptada na base do tubo de 180 ml. Depois da adição da lama ao tubo de Hallimond, um vácuo de 12,7 cm (0,5 pol) de mercúrio foi aplicado na abertura do tubo por um período de 10 minutos. Este vácuo permitiu que bolhas de ar penetrassem no tubo através da agulha oca inserida na base do tubo. Durante a flutuação, a lama foi agitada com um agitador magnético instalado a 200 revoluções por minutos (rpm).

O material flutuado e não flutuado foi removido da lama por filtração e secado em um forno a 100°C. Cada porção foi pesada e as recuperações fraccionadas do cobre e da sílica representada na Tabela I abaixo. Depois de cada teste, todo o equipamento foi lavado com HCl concentrado e enxaguado com NaOH 0,10 N e água desionizada antes da corrida seguinte.

A recuperação de cobre e de sílica, respectivamente, representada é aquela porção fraccionada do mineral original colocado no tubo de Hallimond que é recuperada. Assim, a recuperação igual a 1,00 indica que todo o material foi recuperado. Deve-se notar que embora a recuperação do cobre e da sílica, respectivamente, esteja representada em conjunto, os dados são na realidade recolhidos em duas experiências feitas sob condições idênticas. Deve-se notar ainda que uma baixa recuperação de sílica sugere uma selectividade para o cobre. Os valores dados para a recuperação do cobre geralmente estão correctos até $\pm 0,05$ e aqueles para a recuperação da sílica estão geralmente correctos até $\pm 0,03$.

TABELA I

Experiênc- cia	Colector	Dosagem (kg/kg)	pH	Recuperação Fraccionada do Cu	Recuperação Fraccionada da Silica
1 ^①	L-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^②	0.060	5.5	0.760	0.153
2 ^①	L-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^②	0.060	7.0	0.809	0.082
3 ^①	L-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^②	0.060	8.5	0.800	0.062
4 ^①	L-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^②	0.060	10.0	0.546	0.104
5 ^①	L-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^②	0.060	11.5	0.541	0.130
6	L-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.060	5.5	0.954	0.135
7	L-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.060	7.0	0.968	0.097
8	L-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.060	8.5	0.913	0.084
9	L-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.060	10.0	0.837	0.070
10	L-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.060	11.5	0.798	0.065

① Sulfonato de óxido de difenilo de sódio alquilado com C₁₆ linear compreendendo cerca de 80 por cento de espécies monoalquiladas e 20 por cento de espécies dialquiladas, comercialmente disponível a partir de The Dow Chemical Company como tenso-activo de marca DOWFAX^R 8390.

② Não é uma modalidade da invenção

③ Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio alquilado com C₁₆ linear compreendendo cerca de 80 por cento de espécies monoalquiladas e 20 por cento de espécies dialquiladas.

Os dados na Tabela I anterior demonstram claramente a eficácia dos colectores da presente invenção. Uma comparação das experiências 1-5, não modalidades da invenção, com as experiências 6-10 mostrou que com vários níveis de pH o colector monossulfonado da presente invenção resultou consistentemente em recuperações de cobre substancialmente maiores e recuperações de sílica comparáveis ou menores.

EXEMPLO 2

Flutuação de Minério de óxido de Ferro

Preparou-se uma série de amostras de 600 g de minério de óxido de ferro proveniente de Michigan. O minério continha uma mistura das espécies minerais hematite, martite, goetite e magnetite. Cada amostra de 600 g foi triturada juntamente com 400 g de água desionizada em um moimho de varetas a cerca de 60 rpm por 10 minutos. A polpa resultante foi transferida para uma célula de flutuação de 3000 ml Agitair equipada com um sistema automático de remoção por espátulas. O colector foi adicionada e deixou-se que a lama acondiciona-se por um minuto. Em seguida, adicionou-se uma quantidade de formador de espuma de éter poliglicólico equivalente a 40 g por tonelada de minério seco, seguida de mais um minuto de acondicionamento.

A célula de flutuação foi agitada a 900 rpm e ar introduzido a uma taxa de 9,0 litros por minuto. Amostras do concentrado de espuma foram recolhidos 1,0 e 6,0 minutos depois de iniciado o fluxo de ar. As amostras do

concentrado de espuma e os resíduos foram secados, pesados e pulverizados para análise. Eles foram então dissolvidos em ácido, e o teor em ferro determinado pelo uso de um Espectrômetro de Plasma de C.C. Usando-se os dados dos ensaios, as recuperações fracionadas e os graus foram calculados usando-se as fórmulas padrões de equilíbrio de massas. Os resultados estão mostrados na Tabela II a seguir.

TABELA II

Experiência	Collector	Dosagem(kg/ ton métrica)	Recuperação e Grau do Ferro						Total	
			0-1 Minute		1-6 Minutes					
			Rec	Gr	Rec	Gr	Rec	Gr		
1①	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂	0.200	0.494	0.462	0.106	0.394	0.600	0.450		
2	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.200	0.677	0.487	0.240	0.401	0.907	0.464		

- ① Não é uma modalidade da invenção.
 ② Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado.
 ③ Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado

Uma comparação das experiências 1 e 2 demonstra que o uso do colector monossulfonato desta invenção resultou em um aumento de aproximadamente 50 por cento na recuperação de um ferro com grau ligeiramente maior do que aquele que é obtido com o uso de um colector dissulfonado.

EXEMPLO 3

Flutuação de Minérios de Rútilo

Preparou-se uma série de amostras de 30 g de uma mistura de Malha (E.U.A.) de 10 por cento de rútilo (TiO_2) e 90 por cento de sílica (SiO_2). Cada amostra de minério foi triturada com 15 mg de água desionizada em um moinho de varetas - 6,35 cm (2,5 pol) de diâmetro com varetas de 1,27 cm (0,5 pol) - para 240 revoluções. A polpa resultante foi transferida para uma célula de flutuação de 300 ml.

O pH da lama foi deixado no pH natural do minério igual a 8,0. Depois da adição do colector conforme mostrado na Tabela III, deixou-se que a lama acondiciona-se por um minuto. Em seguida, o formador de espuma, um éter poliglicólico, foi adicionado em uma quantidade equivalente a 0,050 kg por tonelada de minério seco e deixou-se que a lama acondiciona-se por mais um minuto.

A célula de flutuação foi agitada a 1800 rpm e ar introduzido a uma taxa de 2,7 litros por minuto. Amostras do concentrado de espuma foram recolhidos pelo método padrão de remoção manual com espátulas 1,0 e 6,0 minu-

tos depois de iniciada a introdução do ar na célula. As amostras do concentrado e os resíduos foram secos e analisados conforme descrito nos exemplos anteriores. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela III a seguir.

Quadro III

Mistura de Rútilo e Silica

Recuperação e Grau do Titânio

<u>Experiência</u>	<u>Colector</u>	<u>Dosagem (kg/ton métrica)</u>	<u>0-1 Minute</u>		<u>1-6 Minutes</u>		<u>Total</u>	
			<u>Rec</u>	<u>Gr</u>	<u>Rec</u>	<u>Gr</u>	<u>Rec</u>	<u>Gr</u>
1 ^①	L,D-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₂	0.200	0.677	0.086	0.061	0.064	0.738	0.084
2	L,D-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₁	0.100	0.763	0.110	0.151	0.074	0.914	0.104
3 ^①	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂	0.200	0.756	0.099	0.086	0.075	0.842	0.097
4	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁	0.200	0.809	0.077	0.134	0.066	0.943	0.075
5	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁	0.100	0.714	0.086	0.117	0.070	0.831	0.084
6	B,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁	0.100	0.674	0.095	0.099	0.071	0.773	0.092

- ① Não é uma modalidade da invenção
- ② Um dissulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₆ linear
- ③ Um monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₆ linear
- ④ Um dissulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado
- ⑤ Um monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado
- ⑥ Um monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₀ ramificado

Os dados na Tabela III anterior demonstram o efeito do coletor da presente invenção sobre o aumento da recuperação e do grau de titânio. A comparação da experiência 1 com a experiência 2 e das experiências 4 e 5 com a experiência 3 mais uma vez mostra os aperfeiçoamentos acen-tuados obtidos com o uso dos colectores de monossulfonatos desta invenção quando comparados com os colectores de dissul-fonatos.

EXEMPLO 4

Separação de Apatite e Sílica

Preparou-se uma série de amostras de 30 g de uma mistura de 10 de malha (E.U.A.) de 10 por cento de apatite (Ca₅(Cl₁F)₂PO₄)₃) e 90 por cento de sílica (SiO₂).

O resto do procedimento foi exactamente igual ao usado no Exemplo 3. O pH natural da lama de minério foi 7,1. Nas Experiências 8-13 usou-se uma mistura de colector monossulfonado e dissulfonado. Os dados da Tabela IV mostram a capacidade do processo desta invenção para separar apatite e sílica.

TABELA IV

Experiência	Coletor	Dosagem (kg/ton metrica)	Recuperação P	Grau P
1 ^①	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^②	0.050	0.115	0.081
2	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.050	0.962	0.068
3 ^①	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^④	0.050	0.235	0.078
4	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^⑤	0.050	0.989	0.067
5	Refined kerosene ^⑥ L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.050 0.050	0.925	0.103
6	Refined kerosene ^⑥ L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.010 0.050	0.862	0.112
7	Refined kerosene ^⑥ L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.020 0.050	0.818	0.125
8	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^② L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.040 0.010	0.336	0.077
9	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^② L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.030 0.020	0.529	0.075
10	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^② L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.020 0.030	0.699	0.074
11	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^② L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.010 0.040	0.866	0.069
12	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^② L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.080 0.020	0.539	0.067
13	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^② L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^③	0.160 0.040	0.877	0.053

- ① Não é uma modalidade da invenção.
- ② Um dissulfonato de óxido de difenílo de sódio dialquilado com C₁₀ linear.
- ③ Um monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₀ linear.
- ④ Um dissulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado.
- ⑤ Um monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado.
- ⑥ Um produto de querosene refinado comercialmente disponível em Phillips Petroleum como querosene de marca Soltrol^R. Ele é adicionado à célula de flutuação simultaneamente com o colector.

As informações apresentadas na Tabela IV demonstram a eficácia acentuada dos colectores monossulfonados na recuperação de fósforo de um minério de apatite e sílica. A comparação das experiências 2 e 4 com as experiências 1 e 2, que não foram exemplos da invenção, demonstra o efeito da monossulfonação. As corridas 5-6 demonstram que o colector desta invenção foi eficaz quando usado com um hidrocarboneto adicionado. Uma ligeira queda na recuperação foi acompanhada de um acentuado aumento no grau. Nas experiências 8-13, está demonstrado o efeito da misturação de colectores monossulfonados e colectores dissulfonados. Uma comparação das Experiências 2, 11 e 13, onde os níveis de colectores monossulfonados são comparáveis e a quantidade de espécies dissulfonadas varia de zero a 0,160 kg por ton métrica, mostra que a presença das espécies dissulfonadas em baixos níveis parece actuar como diluente. Em níveis maiores, as espécies dissulfonadas não interferem na recuperação, porém parecem diminuir o grau.

EXEMPLO 5

Preparou-se amostras (30 g de 10 de Malha (E.U.A.)) de minério proveniente da África Central. O teor do cobre metálico no minério foi de cerca de 90 por cento de malaquite com o restante sendo de outros minerais de cobre. Cada amostra de minério foi triturada junto com 15 gramas de água desionizada em um moinho de mini-varetas (diâmetro de 6,35 cm (2,5 pol) com varetas de 1,27 cm (0,5 pol) para 1200 revoluções. A polpa resultante foi transferida para uma célula de mini-flutuação de 300 ml. O pH da lama foi deixado no pH natural do minério de 6,2. O colector foi adicionado a uma dosagem de 0,250 kg por tonelada métrica de minério seco alimentado nas experiências 1-20. Nas experiências 20-26, o colector inclui quantidades variadas de um dissulfonato. Depois da adição do colector, deixou-se que a lama acondicionasse na célula por um minuto. Em seguida, adicionou-se um formador de espuma, um éter poliglicólico, a uma dosagem de 0,080 kg por tonelada métrica de minério seco. Esta adição foi seguida de mais um minuto de acondicionamento.

A célula de flutuação foi agitada a 1800 rpm e ar introduzido a uma taxa de 2,7 litros por minuto. O concentrado de espuma foi recolhida por 6,0 minutos. As amostras de concentrados e os resíduos foram então secos, pesados, pulverizados para análise e então dissolvidos com o uso de ácido. O teor em cobre foi determinado pelo uso de um espectrômetro de plasma de C.C.

TABELA V

Experiência	Colector	Dosagem (kg/ ton/metrica)	pH	Recuperação Cu	Grau Cu
1 ^①	Nephum	--	6.2	0.038	0.019
2	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^②	0.250	6.2	0.696	0.057
3 ^①	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^③	0.250	6.2	0.501	0.042
4	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^④	0.250	6.2	0.674	0.056
5 ^①	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^⑤	0.250	6.2	0.487	0.035
6	L,D-C ₁₀ BIPPE(SO ₃ Na) ₁ ^⑥	0.250	6.2	0.696	0.059
7 ^①	L,D-C ₁₀ BIPPE(SO ₃ Na) ₂ ^⑦	0.250	6.2	0.573	0.051
8	L,D-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^⑧	0.250	6.2	0.714	0.058
9 ^①	L,D-C ₁₆ DPO(SO ₃ Na) ₂ ^⑨	0.250	6.2	0.598	0.052
10	L,M-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ¹⁰	0.250	6.2	0.390	0.046
11 ^①	L,M-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₂ ¹¹	0.250	6.2	0.116	0.038
12	B,M-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ¹²	0.250	6.2	0.338	0.044
13 ^①	B,M-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ¹³	0.250	6.2	0.145	0.041
14	L,M-C ₂₄ DPO(SO ₃ Na) ₁ ¹⁴	0.250	6.2	0.474	0.037
15 ^①	L,M-C ₂₄ DPO(SO ₃ Na) ₂ ¹⁵	0.250	6.2	0.335	0.035
16	L,M-C ₆ DPO(SO ₃ Na) ₁ ¹⁶	0.250	6.2	0.111	0.037
17 ^①	L,M-C ₆ DPO(SO ₃ Na) ₂ ¹⁷	0.250	6.2	0.053	0.038
18	L,D-C ₆ DPO(SO ₃ Na) ₁ ¹⁸	0.250	6.2	0.317	0.041
19 ^①	L,D-C ₆ DPO(SO ₃ Na) ₂ ¹⁹	0.250	6.2	0.198	0.038

TABELA V (Continuação)

<u>Experiência</u>	<u>Colector</u>	<u>Dosagem (kg/ton/metrica)</u>	<u>Recuperação Cu / pH</u>	<u>Grau Cu</u>
20	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.400	6.2 0.839	0.055
21①	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ③	0.400	6.2 0.533	0.039
22	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ② B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ③	0.100 0.300	6.2 0.620	0.045
23	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ② B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ③	0.200 0.200	6.2 0.683	0.051
24	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ② B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ③	0.300 0.100	6.2 0.788	0.054
25	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ② B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ③	0.400 0.400	6.2 0.855	0.041
26	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ② B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ③	0.400 1.200	6.2 0.861	0.039

- ① Não é uma modalidade da invenção.
- ② Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado.
- ③ Dissulfonato de óxido de difenílo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado.
- ④ Monossulfonato de óxido de difenílo de sódio dialquilado com C₁₀ linear.
- ⑤ Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₀ linear.

- ⑥ Monossulfonato de éter bifenil-fenílico dialquilado com C₁₀ linear.
- ⑦ Dissulfonato de éter bifenil-fenílico dialquilado com C₁₀ linear.
- ⑧ Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₆ linear.
- ⑨ Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₆ linear.
- ⑩ Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C₁₆ linear.
- ⑪ Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C₁₆ linear.
- ⑫ Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C₁₂ ramificado.
- ⑬ Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C₁₂ ramificado.
- ⑭ Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C₂₄ linear.
- ⑮ Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C₂₄ linear.
- ⑯ Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C₆ linear.
- ⑰ Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C₆ linear.
- ⑱ Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₆ linear.
- ⑲ Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₆ linear.

As informações na tabela anterior demonstram a eficácia de vários monossulfonatos de óxido de diarílo alquilados na flutuação de minérios de óxido de cobre.

Uma comparação das Experiências 2-18 de números pares que são exemplos da invenção com as Experiências 1-19 de números ímpares que não são exemplos demonstra claramente os resultados substancialmente aperfeiçoados obtidos quando se usa um colector monossulfonado em comparação com um colector dissulfonado quando usado na mesma dosagem. A comparação da experiência 2 com a experiência 21 demonstra o efeito da dosagem. As experiências 20-26 mostram que, em misturas, a espécie dissulfonada parece actuar como um diluente quando misturada com os colectores monossulfonados desta invenção.

EXEMPLO 6

Flutuação de Minério de Óxido de Ferro

Preparou-se uma série de amostras de 600 g de minério de óxido de ferro proveniente de Michigan. O minério continha uma mistura das espécies minerais hematite, martite, goetite e magnetite. Cada amostra de 600 g foi tritada junto com 400 g de água desionizada em um moinho de varetas a cerca de 60 rpm por 15 minutos. A polpa resultante foi transferida para uma célula de flutuação de 3000 ml Agitair equipada com um sistema automático de remoção por espátulas. A flutuação foi conduzido no pH natural da lama que era igual a 7,0. Propileno-glicol foi adicionado na quantidade especificada na Tabela VI a seguir e deixou-se que a lama acondicionasse por um minuto. Em seguida, adicionou-se o colector e deixou-se que a lama acondicionasse por um minuto. Em seguida, adicionou-se uma quantidade de um formador de espuma de éter poliglicólico equivalente a 40 gramas por tonelada de minério seco, seguida de mais um minuto de acondicionamento. Depois de

iniciada a flutuação, colector adicional foi aplicada em estágios conforme mostrado na Tabela VI a seguir.

A célula de flutuação foi agitada a 900 rpm e ar introduzido a uma taxa de 9,0 litros por minuto. Amostras do concentrado de espuma foram recolher a intervalos de zero a 1,0; 1,0 a 3,0; 3,0 a 4,0; 4,0 a 6,0; 6,0 a 7,0; 7,0 a 9,0; 9,0 a 10,0 e 10,0 a 14,0 minutos depois do início do fluxo de ar conforme mostrado na tabela a seguir.

As amostras do concentrado de espuma e os resíduos foram secos, pesados e pulverizados para análise. Eles foram então dissolvidos em ácido, e o teor em ferro determinado pelo uso de um espectrómetro de plasma de C.C. Usando-se os dados dos ensaios, as recuperações fraccionadas e os graus foram calculados usando-se as fórmulas padrões de equilíbrio de massas. Os resultados estão mostrados na Tabela VI abaixo

Recuperação e Grau de Ferro

Tabela VI

Colector	Dosagem (kg/ton métrica)	Total cumulativo					
		<u>Rec</u>	<u>Gr</u>	<u>Rec</u>	<u>Gr</u>	<u>Rec</u>	<u>Gr</u>
	<u>0-1 Minute</u>	<u>1-3 Minutes</u>		<u>1-3 Minutes</u>		<u>1-3 Minutes</u>	<u>1-3 Minutes</u>
Polipropileno-glicol B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ③	0.100 0.042	0.112	0.514	0.028	0.461	0.140	0.503
		<u>3-4 Minutes</u>	<u>4-6 Minutes</u>				
B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ③	0.042	0.231	0.538	0.061	0.550	0.432	0.528
		<u>6-7 Minutes</u>	<u>7-9 Minutes</u>				
B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ③	0.042	0.178	0.488	0.045	0.493	0.655	0.515

Tabela VI (Cont.)

Recuperação e Grau de Ferro

Coletor	Dosagem (kg/ton métrica)	Total Cumulativo					
		<u>Rec</u>	<u>Gr</u>	<u>Rec</u>	<u>Gr</u>	<u>Rec</u>	<u>Gr</u>
		<u>9-10 Minutos</u>	<u>10-14 Minutos</u>	<u>10-14 Minutos</u>	<u>1-3 Minutos</u>	<u>1-3 Minutos</u>	<u>1-3 Minutos</u>
B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ②	0.042	0.094	0.366	0.096	0.284	0.845	0.472
B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ③	0.100 0.042	0.353	0.526	0.157	0.498	0.510	0.517
B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ④	0.042	0.219	0.508	0.099	0.487	0.828	0.510

(1) Não é uma modalidade da invenção

(2) Um dissulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado

(3) Um monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado

Os dados na Tabela VI acima demonstram que o coletor de monossulfonato da presente invenção resulta em uma recuperação muito grande de ferro de alto grau em substancialmente menos tempo que recuperações comparáveis usando o dissulfonato.

EXEMPLO 7

Flutuação de Vários Minerais Óxidos

Seguiu-se o procedimento geral do Exemplo 1 com a exceção de que usou-se vários minerais óxidos no lugar de minério de cobre. Todas as experiências foram conduzidas a um pH de 8,0. O coletor usado foi um monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C_{12} ramificado a uma dosagem de 0,024 kg de coletor por quilograma de mineral.

TABELA VII.

<u>Mineral</u>	<u>Recuperação Fraccionada do Mineral</u>
Sílica (SiO_2)	0,204
Cassiterite (SnO_2)	0,931

TABELA VII (CONTINUAÇÃO)

<u>Mineral</u>	<u>Recuperação Fraccionada do mineral</u>
Bauxite $[\text{Al}(\text{OH})_3]$	0,989
Calcite (CaCO_3)	0,957
Cromite $(\text{FeCr}_2\text{O}_4)$	1,000
Dolomite $[\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2]$	0,968
Malaquite $[\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2]$	0,989
Crissócola $\text{Cu}_2\text{H}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	0,616
Hematite (Fe_2O_3)	0,071
Coríndo (A_2O_3)	1,000
Rútilo (TiO_2)	0,970
Apatite $[\text{Ca}_5(\text{Cl}_1\text{F})_3\text{PO}_4]$	0,990
Óxido de Níquel (NiO)	0,778
Galena (PbS)	0,990
Calcopirite (CuFeS_2)	0,991
Calcocite (Cu_2S)	0,993
Pirite (FeS_2)	1,000
Esfalerite (Zns)	1,000
Pentlandite $[\text{Ni}(\text{FeS})]$ ^①	0,980
Cobre Elementar ^②	0,931
Ouro Elementar ^②	0,964
Prata Elementar ^②	0,873
Barite (BaSO_4)	0,968
Molibdenite (MoS_2)	0,968
Cesurite (PbCO_3)	0,939

TABELA VII (CONTINUAÇÃO)

<u>Mineral</u>	<u>Recuperação Fraccionada do Mineral</u>
Calcite (CaCO_3)	0,807
Berilo ($\text{Be}_3\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{18}$)	0,937
Covelite (CuS)	0,788
Zircónio (ZrSiO_4)	0,876
Grafite (C)	0,937
Topázio $\text{Al}_2\text{SiO}_4(\text{F}_1\text{OH})_2$	0,955
Scheelite (CaWO_4)	0,871
Anatase (TiO_2)	0,909
Boehmite (yAlO.OH)	0,886
Diásporo (AlO.OH)	0,905
Goetite (HFeO_2)	0,959

- ① A amostra inclui um pouco de pirrotite.
② A amostra compreende metal elementar em pó de tamanho similar ao de outras amostras do mineral.

Os dados na Tabela VII demonstram a ampla faixa de minerais que pode ser flutuada com o uso do colector e do processo desta invenção.

EXEMPLO 8

Flutuação de Minério de Sulfureto de Cobre Misto Contendo Molibdénio

Preparou-se uma série de amostras de 30 g de um minério de 10 de Malha (E.U.A.) proveniente do Arizona, contendo uma mistura de vários minerais de óxidos de cobre e minerais de sulfureto de cobre mais pequenas quantidades de minerais de molibdénio. O grau do cobre no minério era 0,013 e o grau do molibdénio era 0,000016.

Cada amostra de minério foi triturada em um moinho oscilatório de laboratório por 10 segundos e os pós de minério resultantes transferidos para uma célula de flutuação de 300 ml.

Cada experiência foi conduzida no pH natural de 5,6 da lama de minério. O colector foi adicionado a uma dosagem de 0,050 kg/ton de minério seco e deixou-se que a lama acondiciona-se por um minuto. Dois concentrados foram recolhidos pelo método padrão de remoção manual com espátulas entre zero e dois minutos e dois a seis minutos. Imediatamente antes de se iniciar a flutuação, um formador de espuma, um éter poliglicólico comercialmente disponível em The Dow Chemical Company como formador de espuma de marca DOWFROTH® 250, foi adicionado em uma quantidade equivalente a 0,030 kh/ton de minério seco.

A célula de flutuação em todas as corridas foi agitada a 1800 rpm e ar introduzido a uma taxa de 2,7 litros por minuto. As amostras dos concentrados e os resíduos foram secos e analisados conforme descrito nos exemplos anteriores. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela VIII a seguir.

Tabella VII

Collector	0-2 Minutes						2-6 Minutes					
	Dosagem (kg/ ton métrica	Cu Req	Cu Rec	Mo Req	Mo Grau	Cu Req	Cu Rec	Mo Req	Mo Grau	Cu Req	Cu Rec	
L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ①	0.050	0.820	0.169	0.875	0.000042	0.85	0.088	0.042	0.00011			
L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₂ ②	0.050	0.447	0.133	0.706	0.000025	0.151	0.116	0.539	0.00005			
L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ①	0.025	0.533	0.148	0.771	0.000026	0.232	0.130	0.041	0.00003			

TABELA VIII (CONTINUAÇÃO)Recuperação e Grau do Metal Cumulativo

Colector	Dosagem ton metrica)	<u>Cu</u> <u>Rec</u>	<u>Cu</u> <u>Grau</u>	<u>Mo</u> <u>Rec</u>	<u>Mo</u> <u>Grau</u>
L,D-C10DPO(SO ₃ Na) ₁ ^①	0.050	0.905	0.161	0.917	.000040
L,D-C10DPO(SO ₃ Na) ₂ ^②	0.050	0.598	0.129	0.745	.000024
L,D-C10DPO(SO ₃ Na) ₁ ^①	0.025	0.765	0.143	0.812	.000025

1 Monossulfato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado.

2 Dissulfonato de óxido difenilo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado.

Os dados na Tabela VIII anterior demonstram que o colector monossulfonato da presente invenção obtém recuperações significativamente aperfeiçoadas de cobre e molibdénio de grau mais alto do que um colector dissulfonado comparável.

EXEMPLO 9

Flutuação no Tubo de Hallimond

Seguiu-se o procedimento descrito no Exemplo 1 usando-se inúmeras espécies numerais diferentes e vários colectores. Os ensaios de metais são realizados em concentrados da flutuação e em resíduos da flutuação usando-se de solução ácida e espectrometria de plasma com C.C. Os resultados estão mostrados na Tabela IX a seguir. Embora os dados estejam apresentados em uma única tabela, é importante observar que os dados de cada numeral foram obtidos individualmente. Em cada exemplo as flutuações foram conduzidas no pH natural dos respectivos minérios em forma de lama, isto é, 5,8 para a rútilo; 6,7 para a apatite; 6,0 para a pirolusite; e 6,8 para o diáspero.

TABELA IX

<u>Experiência</u>	<u>Colector</u>	<u>Dosagem</u> <u>(kg/kg)</u>	<u>Rútilo</u> <u>Rec</u>	<u>Apatite</u> <u>Rec</u>	<u>Pirolusite</u> <u>Rec</u>	<u>Diásporo</u> <u>Rec</u>
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
5②	B,D- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2$ ②	0.0001	0.000	0.000	--	--
6②	B,D- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2$ ②	0.0005	0.015	0.007	--	--
7②	B,D- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2$ ②	0.0010	0.087	0.297	--	--
8②	B,D- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2$ ②	0.0100	0.175	0.518	0.314	0.280
9②	B,D- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2$ ②	0.0500	0.371	--	--	--
10②	B,D- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2$ ②	0.1000	0.815	0.849	--	--

TABELA IX (CONTINUAÇÃO)

<u>Experiência</u>	<u>Coletor</u>	<u>Dosagem</u> <u>(kg/kg)</u>	<u>Rútilo</u> <u>Rec</u>	<u>Apatite</u> <u>Rec</u>	<u>Pirolusite</u> <u>Rec</u>	<u>Diásporo</u> <u>Rec</u>
11	B,M- $C_{12}DPO(SO_3Na)_1^{\odot}$	0.0001	0.000	0.000	--	--
12	B,M- $C_{12}DPO(SO_3Na)_1^{\odot}$	0.0005	0.011	0.000	--	--
13	B,M- $C_{12}DPO(SO_3Na)_1^{\odot}$	0.0010	0.034	0.111	--	--
14	B,M- $C_{12}DPO(SO_3Na)_1^{\odot}$	0.0100	0.129	0.277	0.289	0.166
15	B,M- $C_{12}DPO(SO_3Na)_1^{\odot}$	0.0500	0.296	--	--	--
16	B,M- $C_{12}DPO(SO_3Na)_1^{\odot}$	0.1000	0.644	0.680	--	--
17 ^②	B,M- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2^{\odot}$	0.0001	0.000	0.000	--	--
18 ^②	B,M- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2^{\odot}$	0.0005	0.000	0.000	--	--
19 ^②	B,M- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2^{\odot}$	0.0010	0.000	0.000	--	--
20 ^②	B,M- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2^{\odot}$	0.0100	0.009	0.011	0.017	0.005
21 ^②	B,M- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2^{\odot}$	0.0500	0.027	--	--	--
22 ^②	B,M- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2^{\odot}$	0.1000	0.065	0.081	--	--

TABELA IX (CONTINUAÇÃO)

<u>Experiência</u>	<u>Coletor</u>	<u>Dosagem</u> <u>(kg/kg)</u>	<u>Rútilo</u> <u>rec</u>	<u>Apatite</u> <u>Rec</u>	<u>Pirolusite</u> <u>Rec</u>	<u>Diásporo</u> <u>rec</u>
23	L,D- $C_{10}DPO(SO_3Na)_1$ ®	0.0001	0.104	--	--	--
24	L,D- $C_{10}DPO(SO_3Na)_1$ ®	0.0003	0.310	--	--	--
25	L,D- $C_{10}DPO(SO_3Na)_1$ ®	0.0005	0.563	--	--	--
26	L,D- $C_{10}DPO(SO_3Na)_1$ ®	0.0010	0.869	--	--	--
27	L,D- $C_{10}DPO(SO_3Na)_1$ ®	0.0100	--	0.773	0.605	--
28	L,D- $C_{10}DPO(SO_3Na)_1$ ®	0.0200	--	0.956	--	--
29®	L,D- $C_{10}DPO(SO_3Na)_2$ ®	0.0001	0.030	--	--	--
30®	L,D- $C_{10}DPO(SO_3Na)_2$ ®	0.0003	0.041	--	--	--
31®	L,D- $C_{10}DPO(SO_3Na)_2$ ®	0.0005	0.095	--	--	--
32®	L,D- $C_{10}DPO(SO_3Na)_2$ ®	0.0010	0.164	--	--	--
33®	L,D- $C_{10}DPO(SO_3Na)_2$ ®	0.0100	--	0.444	0.248	--
34®	L,D- $C_{10}DPO(SO_3Na)_2$ ®	0.0200	--	0.581	--	--
35	L,M- $C_{10}DPO(SO_3Na)_1$ ®	0.0005	0.051	--	--	--
36	L,M- $C_{10}DPO(SO_3Na)_1$ ®	0.0010	0.120	--	--	--

TABELA IX (CONTINUAÇÃO)

Experiência	Coletor	Dosagem (kg/kg)	Rútilo Rec	Apatite Rec	Pirolusite Rec	Diásporo Rec
37	L,M- $C_{10}DPO(SO_3Na)_1$ [®]	0.0015	0.559	--	--	--
38	L,M- $C_{10}DPO(SO_3Na)_1$ [®]	0.0100	--	0.235	0.267	--
39 [®]	L,M- $C_{10}DPO(SO_3Na)_2$ [®]	0.0005	0.011	--	--	--
40 [®]	L,M- $C_{10}DPO(SO_3Na)_2$ [®]	0.0010	0.21	--	--	--
41 [®]	L,M- $C_{10}DPO(SO_3Na)_2$ [®]	0.0015	0.041	--	--	--
42 [®]	L,M- $C_{10}DPO(SO_3Na)_2$ [®]	0.0100	--	0.005	0.005	--
43	L,D- $C_{16}DPO(SO_3Na)_1$ ¹⁰	0.0100	0.744	--	0.889	--
44 [®]	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 [®]	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 [®]	L,D- $C_{12}DPO(SO_3Na)_2$ ¹⁵	0.0100	--	--	0.337	--

TABELA IX (CONTINUAÇÃO)

- 1 Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C_{12} ramificado.
- 2 Não é uma modalidade da invenção.
- 3 Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C_{12} ramificado.
- 4 Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C_{12} ramificado.
- 5 Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C_{12} ramificado.
- 6 Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C_{10} linear.
- 7 Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C_{10} linear.
- 8 Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C_{10} linear.
- 9 Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C_{10} linear.
- 10 Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C_{16} linear.
- 11 Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C_{16} linear.
- 12 Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C_{16} linear.
- 13 Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio monoalquilado com C_{16} linear.
- 14 Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C_{12} linear.
- 15 Dissulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C_{12} linear.

Os dados na Tabela IX anterior demonstram que o colector monossulfonado usado no processo da presente invenção obtém consistentemente recuperações maiores de uma variedade de minerais quando comparado a colectores similares que não sejam para a monossulfonação.

EXEMPLO 10

Flutuação Sequêncial

Este Exemplo usa o procedimento de flutuação no tubo de Hallimond descrito no Exemplo 1. Em cada caso o material de alimentação era uma mistura de 50/50 por cento em peso dos componentes listados na Tabela X a seguir. Os colectores específicos usados e as recuperações de minerais obtidas também estão listados na Tabela X a seguir.

Tabela X
Recuperação de Mineral — Recuperação de Mineral

<u>Collector</u>	<u>Dosagem</u> <u>(kg/kg)</u>	<u>Compo-</u> <u>nente #1</u>	<u>Compo-</u> <u>nente #2</u>	<u>Compo-</u> <u>nente #1</u>	<u>Compo-</u> <u>nente #2</u>
L, D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ①	0.025	Apatite	Hematite	0.614	0.068
L, D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ①	0.100	Apatite	Hematite	0.947	0.489
L, D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ①	0.025	Apatite	Dolomite	0.726	0.182
L, D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ①	0.100	Apatite	Dolomite	0.998	0.670
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.025	Apatite	Martite	0.873	0.097
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.100	Apatite	Martite	0.944	0.335
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.025	Apatite	Bauxite	0.604	0.367
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.100	Apatite	Bauxite	0.889	0.603
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.025	Rutile	Martite	0.893	0.223
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.100	Rutile	Martite	0.947	0.366
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.025	Rutile	Bauxite	0.801	0.229
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.100	Rutile	Bauxite	0.914	0.377
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.025	Gibbsite	Boehmite	0.881	0.137
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.100	Gibbsite	Boehmite	0.947	0.229

Tabela X (Cont.)

Collector	Dosagem (kg/kg)	Recuperação de Mineral		Recuperação de Mineral	
		Compo- nente #1	Compo- nente #2	Compo- nente #1	Compo- nente #2
L, D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ⁽¹⁾	0.025	Gibbsite	Boehmite	0.850	0.111
L, D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ⁽²⁾	0.100	Gibbsite	Boehmite	0.894	0.203
L, D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ⁽¹⁾	0.025	Pyrolusite	Hematite	0.717	0.188
L, D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ⁽²⁾	0.100	Pyrolusite	Hematite	0.915	0.404
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ⁽¹⁾	0.025	Topaz	Cassiterite	0.791	0.103
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ⁽²⁾	0.100	Topaz	Cassiterite	0.956	0.458
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ⁽¹⁾	0.025	Rutile	Kaolin	0.611	0.309
B, D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₁ ⁽²⁾	0.100	Rutile	Kaolin	0.804	0.518

(1) Monossulfonato de óxido de difenilico de sódio dialquilado com C₁₀ linear

(2) Monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₂ ramificado

Os dados na tabela anterior demonstram que vários minerais submetidos à flutuação no processo da presente invenção podem ser eficazmente separados por controlo da dosagem do colector. Por exemplo, embora a apatite e a dolomite possam ser ambas flutuadas pelo processo desta invenção, está claro que a apatite flutua mais facilmente com dosagens mais baixas de colector do que a dolomite. Assim, a apatite pode ser flutuada em um primeiro estágio, flutuação a baixa dosagem. Este pode ser seguido por subsequente flutuação com dosagens mais altas do colector para flutuar a dolomite. Conforme demonstra um exame feito nas outras corridas deste exemplo, são possíveis separações similares usando-se outros minerais.

EXEMPLO 11

Separação de Apatite da Sílica e da Dolomite

Seguiu-se o procedimento descrito no Exemplo 4 com a exceção de que as amostras incluiam 30 por cento de apatite, 60 por cento de sílica e 10 por cento de dolomite. Adicionalmente, um hidrocarboneto refinado foi adicionado nas Experiências 2 e 3. Os resultados obtidos estão mostrados na Tabela XI a seguir.

Quadro XI

Experiência	Colector	Doseagem (kg/ton Recuperação métrica)		Grau P	Grau Mg	Grau Mg
		P	Mg			
1	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	0.050	0.862	0.114	0.391	0.048
2	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ② Refined kerosene ③	0.050 0.050	0.827	0.125	0.320	0.042
3	B,D-C ₁₂ DPO(SO ₃ Na) ₂ ④	0.050	0.817	0.135	0.302	0.040
4④	ácido oleico querosene refinado ④	0.050 0.010	0.778	0.107	0.563	0.061

① Não é uma modalidade da invenção

② Um monossulfonato de óxido dedifenilo de sódio dialquilado com C₁₀ linear

③ Um produto de querosene refinado comercialmente disponível na Philippss Petroleum como querosene de marca SoltrolR. Ele é adicionado à célula de flutuação simultaneamente com o colector

Os dados na Tabela anterior demonstram a capacidade do colector da presente invenção para flutuar a apatite com preferência sobre a dolomite ou para separar apatite e dolomite. O padrão industrial mostrado na Experiência 4 não obtém separação comparável de apatite e dolomite, resultando assim em recuperação de fósforo significativamente contaminado com magnésio. A adição do hidrocarboneto no processo da presente invenção resulta em uma recuperação ligeiramente diminuída de fósforo de grau mais alto ao mesmo tempo em que diminui a quantidade de magnésio recolhido.

EXEMPLO 12

Flutuação de Apatite

Seguiu-se o procedimento descrito no Exemplo 11, com a exceção de que o minério flutuado foi uma mistura de 30 por cento de apatite, 10 por cento de calcite e 60 por cento de sílica. Os resultados obtidos estão mostrados na Tabela XII a seguir.

TABELA XII

Corrida	Colector	Dosagem (Kg/ ton métrica)	Recuperação P	Grau P
1	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^①	0,050	0,317	0,128
2	L,D-C ₁₉ DPO(SO ₃ Na) ₁ ^①	0,100	0,792	0,137
3 ^②	Ácido Oleico	0,100	0,551	0,064

^① Um monossulfato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₀ linear.

^② Não é uma modalidade da invenção.

Os dados na Tabela XII acima demonstram a eficácia da presente invenção na recuperação de apatite. Quando comparado com o Exemplo 11, ele também mostra que a dosagem necessária para obtenção de uma recuperação particular é afectada pelos minerais particulares sendo submetidos à flutuação.

EXEMPLO 13

Flutuação de Tintas à base de Carbono

Preparou-se cinco lamas formando-se uma polpa, em cada caso, 240 g de papel impresso (70 por cento em peso de papel de jornal e 30 por cento em peso de

papel de revista); 1,61 g de ácido dietilenotriaminapenta-acético, um agente de controlo de cor; 10,65 g de silicato de sódio; a quantidade do colector especificada na Tabela XIII; e 5,64 g de peróxido de hidrogénio com água suficiente para resultar em uma lama que tivesse dois por cento em peso de sólidos. O pH da lama foi de 10,5, excepto quando indicado, e a temperatura 45°C. A formação de polpa foi realizada por 30 minutos. Cada lama foi preparada a partir de cópias de exactamente as mesmas páginas para garantir que a quantidade de tinta fosse comparável em cada uma das cinco lamas preparadas.

A lama de polpa foi transferida para uma célula de flutuação de Voith com água de diluição suficiente para encher a célula. Cloreto de cálcio suficiente foi adicionado à polpa para dar uma dureza de água de 180 por cento de partes por milhão de CaCO_3 . A flutuação teve inicio com a introdução de bolhas de ar passando através da polpa altamente agitada e continuou por um período de 10 minutos. A espuma foi então removida pelo método padrão de remoção manual com espátulas para produzir o produto da flutuação.

O produto da flutuação foi então filtrado e seco. O conteúdo da célula de flutuação contendo as fibras de celulose também foi filtrado e seco. O produto da flutuação foi analisado por colorimetria usando-se uma escala de composição graduada de 0 a 10 com 0 sendo totalmente branco e 10 sendo totalmente preto. As esteiras de fibras de celulose foram examinadas usando-se um microscópio com grande poder de resolução para observação das partículas de tinta deixadas por unidade de área.

Os dados obtidos estão apresentados na Tabela XIII a seguir. As condições de cada corrida são idênticas a menos que de outra forma indicado.

Quadro XIII

Corrida	Collector	Dosagem (g)	pH de filtração	Conc. de Tinta Leitura Escala Visual	Corr. à tinta	Classificação da Es- teira de celulose
1①	Ácido oleico	5.5	10.5	4	Cinza claro	—
2	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	2.0	10.5	5	cinza	sem alteração
3	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	2.0	8.0③	6	cinza escuro	25% de queda
4④	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	2.0	10.5	8	cinza muito escuro	50% de queda
5⑤	L,D-C ₁₀ DPO(SO ₃ Na) ₁ ②	2.0	8.0④	9	preto suave	75% de queda

① Não é uma modalidade da invenção; padrão industrial actual.

② Um monossulfonato de óxido de difenilo de sódio dialquilado com C₁₀ linear.

③ O pH na célula de flutuação é reduzido com a adição de HCl 1N.

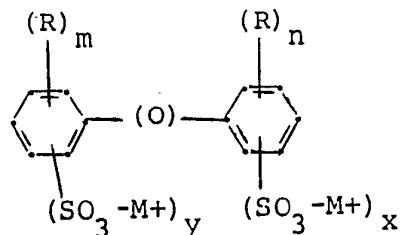
④ CaCl₂ não foi adicionado à célula de flutuação nesta experiência.

Os dados na tabela anterior demonstram que o processo da presente invenção é eficaz na separação de tinta de grafite e de outras tintas à base de carbono do papel no processo de remoção de tintas de papel reciclado por flutuação. As experiências 2-5, quando comparadas com a Experiência 1 que se aproxima do padrão industrial actual, mostram que o uso dos colectores da presente invenção resulta em uma maior recuperação de tinta com uma dosagem significativamente mais baixa do colector.

R E I V I N D I C A Ç Õ E S:

1a. - Processo para recuperação de minerais por flutuação em espuma, caracterizado por compreender submeter uma lama aquosa compreendendo minerais particulados à flutuação em espuma na presença de um colector compreendendo um ácido sulfónico de óxido de diariilo alquilado ou um seu sal do mesmo e misturas de tais ácidos ou sais onde pelo menos cerca de 20 por cento do ácido sulfónico ou dos sais do mesmo é monossulfonado sob condições tais que os minerais a serem recuperados são flutuados.

2a. - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o ácido monossulfónico ou o sal do mesmo corresponder à fórmula:



onde cada R é independentemente um radical alquilo saturado ou insaturado ou alquilo substituído; cada m e n são independentemente 0, 1 ou 2; cada M é independentemente hidrogénio, um metal alcalino, um metal alcalino-terroso, amónio ou amónio substituído e cada x e y são individualmente 0 ou 1 com a condição de que a soma de x e y seja 1.

3a. - Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por R ser um grupo alquilo tendo de 1 a 24 átomos de carbono.

4a. - Processo de acordo com a reivindicação 2 ou 3, caracterizado por R ser um grupo alquilo tendo de 6 a 24 átomos de carbono.

5a. - Processo de acordo com a reivindicação 2 ou 3, caracterizado por R ser um grupo alquilo tendo de 10 a cerca de 16 átomos de carbono.

6a. - Processo de acordo com a reivindicação 2 ou 3, caracterizado por R ser um grupo alquilo linear ou ramificado.

7a. - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 6, caracterizado por a soma de m e n ser dois.

8a. - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado por a concentração total do colector ser pelo menos igual a 0,001 kg/ton métrica e não maior que 5,0 kg/ton métrica.

9a. - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações presentes, caracterizado pelo facto de pelo menos 25 por cento do ácido ou sal sulfónico ser monossulfonado.

10a. - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo facto de pelo menos cerca de 40 por cento do ácido ou sal sulfónico ser monossulfonado.

11ª. - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado por pelo menos cerca de 50 por cento do ácido ou sal sulfônico ser monossulfonado.

12ª. - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado por o mineral recuperado compreender grafite e a lama aquosa compreender ainda papel transformado em pasta.

Lisboa, 10 de Maio de 1990

J. PEREIRA DA CRUZ
Agente Oficial da Propriedade Industrial
RUA VICTOR CORDON, 10-A, 1.º
1200 LISBOA