

23



170799

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I Ó N

170799

a favor de Don André BELTZER, de nacionalidad francesa,  
residente en Av. Jean - Jaurès, 143, PETIT QUEVILLY  
(S.I.) Francia, por "PROCEDIMIENTO DE EXTRACCIÓN DE  
COBALTO Y DE NIQUEL".-

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento de extracción de cobalto y de níquel, a partir de minerales o productos metalúrgicos arseníferos o sulfoarseníferos, con elevado contenido en arsénico. Este procedimiento permite particularmente eliminar integralmente el arsénico en una sola operación y obtener directamente productos arsenicales comerciales de elevado valor, por ejemplo arseniato de cal o arseniato sódico, o ambas sales a la vez, empleándose el primero de estos productos como insecticida, particularmente contra la dorifora, mientras que el segundo se utiliza como sucedáneo del sulfato cáprico para el tratamiento de la vid y para combatir la langosta. La eliminación completa del arsénico facilita y simplifica considerablemente las siguientes operaciones de separación del hierro, del cobalto y del níquel. Además, en el caso de minerales auríferos, la inven



170799

- ción permite, después de la extracción del cobalto y del níquel, obtener residuos que contienen todo el oro de los minerales y cuya completa extracción no presenta dificultad alguna. Finalmente, , en el caso de minerales arseníferos que
5. contengan además bismuto, la invención es particularmente interesante porque el bismuto que se utiliza en la preparación de productos farmacéuticos, debe estar rigurosamente exento de arsénico, siendo complicada y difícil la separación, del bismuto y del arsénico, por los procedimientos
10. conocidos. El procedimiento, objeto de la presente invención, es caracterizado por el hecho de que el mineral se calienta en mezcla íntima con nitratos y carbonatos alcalinos, preferentemente en un horno de reverbero y en llama oxidante. La temperatura de calefacción se elige de modo
15. que se produzca solamente un principio de fusión y un calcinado del mineral, por ejemplo 800° a 900°, con una duración de calefacción de unas dos horas aproximadamente.
- El arsénico, contenido en el mineral, se oxida y pasa al estado de arseniato alcalino, sin desprendimiento
20. alguno de arsénico o anhídrido arsenioso, mientras que el azufre de los sulfoarseniuros pasa al estado de sulfatos. Por otra parte, se obtiene peróxido de cobalto y un óxido de níquel, fácilmente solubles en los ácidos. Operando a
25. baja temperatura, se evita la fusión de la mezcla en el horno, lo que permite evacuarla, de este último, mediante un rascador, sin tener que temer proyecciones ni adherencias al fondo cuando el horno se enfría durante su evacuación, de suerte que la placa del horno no se deteriora rápidamente. El material calcinado es evacuado del horno directamente a una cuba que contenga agua caliente, calentada a
- 30.

170799



80° aproximadamente, y los óxidos metálicos se separan inmediatamente, en forma de lodos, del arseniato alcalino. Estos lodos se filtran y se lagan en agua caliente, para libertarlos de su arseniato sódico.

5. En el caso de minerales no auríferos, los óxidos brutos de cobalto y de níquel, así obtenidos, son sometidos a la acción del ácido clorhídrico, que los disuelve. Se lleva el ácido fresco a un mineral casi agotado, luego, a medida de que se carga, a capas de mineral cada vez más ricas en óxidos metálicos. El cloro que se desprende, es absorbido por sosa, bajo forma de hipoclorito sódico.

10. Los líquidos que contienen los óxidos en solución son decantados y diluidos con agua; a continuación se dejan en reposo y se filtran para separar, en el caso de minerales argentíferos, el cloruro de plata que ha podido ser arrastrado y que se reúne en los residuos no atacados por el ácido que contienen toda la plata del mineral.

Con ácido clorhídrico se hace imposible la plata, que se perdería en un ataque con ácido sulfúrico.

15. En el caso de minerales auríferos, los lodos, bien escurridos, que contienen los óxidos brutos, son sometidos a la acción de ácido sulfúrico concentrado, en una cuba, provista de un agitador raspador, y la cual se calienta moderadamente para obtener una pasta espesa que es calcinada seguidamente, a la temperatura de 600° a 700°, para completar el ataque, eliminar el exceso de ácido sulfúrico y para hacer insoluble el hierro que se encuentra mezclado al cobalto.

20. El producto calcinado se inmerge en agua caliente y, por delitescencia, se obtiene la disolución total de los

30.

23 AGO.

170799



5. sulfatos de cobalto y de níquel. Por filtrado y lavado se obtienen residuos que contienen, sin pérdida alguna, todo el oro, contenido primitivamente en el mineral. La extracción subsiguiente del oro la facilita el hecho de que los seleniuros y telururos de oro han sido destruidos por la fusión oxidante y que la fusión al carbonato de sosa ha desagregado el cuarzo y los silicatos que englobaban las partículas de metal precioso.

10. Por otra parte, se hace cristalizar el filtrado de los lodos que provienen de la inmersión del producto calcinado en el agua caliente, obteniéndose así un arseniato trisódico que puede ser purificado mediante cristalización.

15. Las aguas del primer lavado de los óxidos brutos son transformadas en arseniato de calcio por adición de lechada de cal, mientras que se recogen las aguas del segundo lavado, sirviendo para el primer lavado en una operación ulterior.

20. Las cantidades y proporciones de nitrato y de carbonato alcalino que se han de emplear, varían, bien entendido, de un mineral a otro. Estas cantidades se calcularán, primero, de acuerdo con el contenido en arsénico que tenga el mineral, y más tarde se determinarán definitivamente mediante un ensayo de fusión en el laboratorio, con el fin de obtener en el horno un calcinado conveniente.

25. Con el fin de explicar mejor la invención, a continuación se describirá un ejemplo de aplicación del procedimiento, representando esquemáticamente, en el dibujo adjunto, los aparatos que se necesitan para su realización práctica.

30. El procedimiento conforme a la invención, ha sido aplicado a minerales arseníferos de la siguiente composición:

23 AGO.



170799

	Humedad . . . . .	0,53 %
	Insoluble . . . . .	10,93 %
	Arsénico (As) . . . . .	54,40 %
	Cobre . . . . .	0,22 %
5.	Hierro. . . . .	3,09 %
	Cobalto . . . . .	13,93 %
	Níquel. . . . .	2,90 %
	CaO (óxido de cal). . . . .	2,18 %
	Azufre. . . . .	2,04 %
10.	Oro . . . . .	14 gr., por tonelada.

Se procede, primero, a un calentamiento, en un horno de reverbero corriente A, con placa plana, durante dos horas, a una temperatura de 850° a 900°, controlado por un pirómetro, de la mezcla íntima siguiente:

- 15. 100 Kgs., de mineral pulverizado, al tamiz 45
- 100 Kgs., de nitrato de sodio
- 200 Kgs., de carbonato de sodio anhidro (solvay ordinario).

A continuación, a través de unas aberturas B, (provistas de canales de hierro), dispuestos a este efecto, se provoca, mediante un rascador, el descenso de la masa calcinada, la cual llega a caer a una cuba de hierro C, emplazada exactamente bajo el horno, conteniendo dicha cuba 1000 (mil) litros de agua de una temperatura de 80°.

- 20.
- 25. Los lodos que así se obtienen, son enviados seguidamente, mediante una bomba D a un filtro a vacío, de gran superficie filtrante E, susceptible de ser calentado con vapor, y cuya placa filtrante está constituida por tableros de madera ranurados, con agujeros de 8 mm., y que están cubiertos con una fuerte tela de algodón cruzado. Los óxidos brutos son lavados sobre un filtro, con 500 litros de agua hirviente.
- 30.

Desde el aparato elevador de líquidos F que comunica con el filtro E, el producto filtrado (sin lavado) es enviado en una cuba de hierro G, dando, por cristalización, un

170799



- arseniato sódico bruto con la dosificación, en estado deshidratado, 88,81 % de arseniato trisódico y 11,19 % de carbonato de sodio. Este arseniato, recogido en el filtro H, y luego sometido a una nueva cristalización en una cuba K,
5. da sobre el filtrado L un arseniato trisódico comercial.
- Los óxidos en el filtro E son enviados a una cuba M de 2.700 litros de capacidad, provista de agitador, de un soplete de vapor, de un grifo grande de evacuación y de tres grifos de decantación que descargan en un filtro a vacío O, con tela, parecido al anterior.
10. Los óxidos brutos son sometidos a ebullición en dos lavados, el primer lavado con las aguas del segundo lavado de una operación precedente (recogidas en el elevador de líquidos A), y el segundo lavado con agua pura.
15. Se decanta cada vez en el filtro a vacío O, y luego del segundo lavado, se cuela el lodo de óxidos en el filtro. Después de un último lavado en filtro, con 500 litros de agua hirviente, los óxidos son enviados al ataque clorhídrico o sulfúrico. En este último caso son secados, previamente.
20. Para libertar los óxidos completamente de las últimas trazas de arsénico, éstos se pueden lavar a parte, en una cuba de madera, con agua, ligeramente acidulada con ácido clorhídrico, y manteniendo una ligera acidez durante el lavado. Después de filtrados los óxidos, las aguas serán utilizadas en el segundo lavado de la operación siguiente.
25. Las aguas del primer lavado, recogidas en P, y las aguas-madres de cristalización del arseniato de sodio, recogidas en I, son neutralizadas en una cuba de cemento R,
30. provista de agitador, por ácido clorhídrico ordinario a

170799

23 AG



20°B, que proviene de una vasija S, hasta reacción ligeramente ácida al metil-naranja, a continuación se les agrega una lechada de cal, preparada en el aparato T, hasta reacción alcalina persistente en el papel de fenolftaleína.

5. Mediante una bomba se envía el caldo de arseniato de cal a un filtro de tela, a vacío, U, provisto de su elevador de líquidos U', y se lava, después de escurrir, por dos veces con 500 litros de agua fría. De esta manera se obtiene un arseniato de cal, de título 27,12 % de As, que puede ser
10. utilizado directamente para combatir la dorifora.

Una operación de 100 Kgs., de mineral da 53 x 950 de óxidos brutos lavados, contados en seco, prácticamente exentos de arsénico (0,2 % As sobre el producto seco).

15. Estos óxidos se atacan con 74,500 Kgs., de ácido sulfúrico de 100 % en una caldera Y de fundición esmaltada, provista de un fuerte agitador igualmente esmaltado. Esta caldera está emplazada sobre un horno X. Se calienta moderadamente, agitando siempre, hasta que la masa se vuelva bien roja en todo su espesor. A continuación, con el fin de
20. completar el ataque y de eliminar el exceso de ácido sulfúrico, se calcinan los sulfatos en un horno de reverbero Y, a llama oxidante. Se regula el fuego de manera que se asegure una temperatura de 650° a 700°. En estas condiciones no se descompone el sulfato de cobalto; el sulfato férrico,
25. en cambio, con el cual está mezclado, da un sesquióxido de hierro más o menos hidratado, insoluble en los ácidos diluidos.

30. Cuando ya no se desprendan vapores sulfúricos, se inmerge el producto, empujándolo con un rascador en una cuba Z, revestida con plomo, provista de un soplete de vapor,

23 AG



170799

dispuesta por debajo del horno, y conteniendo 1.500 litros de agua de 80°.

5. Desde esta cuba el líquido es enviado, por una bomba, al filtro 1, que está forrado con plomo y provisto de una tela. Las aguas concentradas de sulfato de níquel y de cobalto pasan al elevador de líquidos 2 y, desde allí, al taller de reparación del hierro.

10. El producto insoluble, después de escurrido en el filtro 1, es enviado a la cuba 3, que está provista de un agitador y de un soplete de vapor, para disolver completamente todas las sales solubles. En 4, que es parecido a 1 se procede a filtrar. Las aguas de este primer lavado, se recogen en el elevador de líquidos 5. El producto insoluble es enviado a la cuba 6, que es parecida a la cuba 3,  
15. donde queda sometido a un segundo lavado, y, finalmente, se filtra en el filtro 7, que es parecido al filtro 4, luego se lava dos o tres veces en filtro, con agua hirviente. Estas aguas de segundo lavado son recogidas en el elevador de líquidos 8 para servir en el primer lavado en la cuba 3.  
20. Las aguas del primer lavado, recogidas en 5, son enviadas en la cuba 2.

25. De esta manera se obtienen (variando el volumen del líquido en la cuba 2) soluciones de cobalto de cualquier concentración deseada, lo que representa una condición esencial para la debida separación del cobalto y del níquel. Se llega a tener, en estas soluciones, al menos el 98 % del cobalto y del níquel, contenidos primitivamente en los minerales. Se separa el hierro por el método usual, sin que sea necesario oxidarlas, y a continuación son enviadas al taller  
30. de reparación del níquel y del cobalto.



170799

5. El residuo insoluble, que se recoge en el filtro 7 y que tiene un color ligeramente amarillento, está constituido, sobre todo, de sílice con impurezas de óxido de hierro. Contiene todo el oro, contenido primitivamente en los minerales.

Por este muy sencillo procedimiento se obtienen pues, separadamente y netamente definidos, los productos siguientes:

10. 1ª.- Una solución de sulfatos de cobre y de níquel, de cualquier concentración deseada, y que, conteniendo muy poco hierro en estado férrico contiene todo el cobalto y todo el níquel, contenidos primitivamente en el mineral.

2ª.- Arseniato de sosa, que se puede vender como insecticida, o como producto químico.

15. 3ª.- Arseniato de cal, que puede ser utilizado para combatir la dorifera. Así, todo el arsénico, contenido en el mineral, ha sido utilizado.

20. 4ª.- Un residuo que contiene todo el oro, primitivamente contenido en el mineral, y del cual es fácil extraer el oro.

N O T A

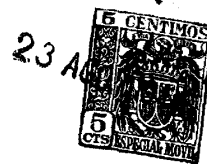
25. Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a la prioridad de la solicitud de patente francesa No. P.V.497.853, depositada en Francia el 4 de Abril de 1945, y se declaran como nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones;

1.- Procedimiento para la extracción del cobalto y

170799



5. del níquel, a partir de minerales o de productos metalúrgicos arseníferos o sulfoarseníferos que contengan una elevada proporción de arsénico, caracterizado por el hecho de que consiste en calentar el mineral, en mezcla íntima con nitratos y carbonatos alcalinos, preferentemente en un horno de reverbero y en llama oxidante.
- 2.- Formas de realización de un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizadas por uno o varios de los puntos siguientes:
10. a) La temperatura de calentamiento se escoge de manera que se obtenga tan solo un principio de fusión y un calcinado del mineral, por ejemplo de  $800^{\circ}$  a  $900^{\circ}$ , con una duración del calentamiento de dos horas aproximadamente;
15. b) La masa calcinada es inmersa en una cuba que contiene agua caliente de  $80^{\circ}$  aproximadamente;
- c) Los óxidos de cobalto y de níquel que se separan en el agua caliente en forma de lodos, son filtrados y a continuación lavados, con ebullición, para libertarlos del arseniato de sosa;
20. d) Las aguas del primer lavado de los óxidos brutos son neutralizadas por medio de ácido clorhídrico, y a continuación transformadas en arseniato de calcio por adición de lechada de cal, mientras que las aguas del segundo lavado son utilizadas para un primer lavado en la operación siguiente;
25. e) Se deja cristalizar el filtrado de los lodos que provienen de la inmersión de la masa calcinada en el agua caliente, produciendo, esta cristalización, un arseniato trisódico;
30. f) En el caso de que los minerales no sean auríferos,



170799

los óxidos brutos se someten, en contra-corriente, a la acción de ácido clorhídrico, por ejemplo en cubas de grés o de "volvic", haciendo llegar el ácido fresco al mineral casi agotado, a continuación, a medida de que se cargue, a mineral más fresco, absorbiéndose mediante sosa el cloro que se desprende;

5. g).- Los líquidos se decantan, a continuación se diluyen con agua, y, de depositar se separa, por filtración, el cloruro de plata;

10. h) En el caso de minerales auríferos, los óxidos brutos se someten a la acción de ácido sulfúrico, con calentamiento moderado, para obtener una pasta espesa, que, seguidamente, es calcinada a una temperatura de 600° a 700°, y, a continuación, inmersa en agua caliente;

15. i) El residuo insoluble que queda en el filtro, una vez filtrada la solución de los sulfatos, y después de los lavados subsiguientes, se utiliza para la extracción del oro del mineral, que está contenido enteramente en este residuo.

20. 3.- Procedimiento de extracción de cobalto y de níquel.

Según queda representado en los dibujos adjunto y descrito en la presente memoria descriptiva que consta de once hojas debidamente foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

25.

Madrid, a 23 de Agosto de 1945.

André BELTZER,

P. a.

JAIWE ISERN NEVALLES  
P. P.

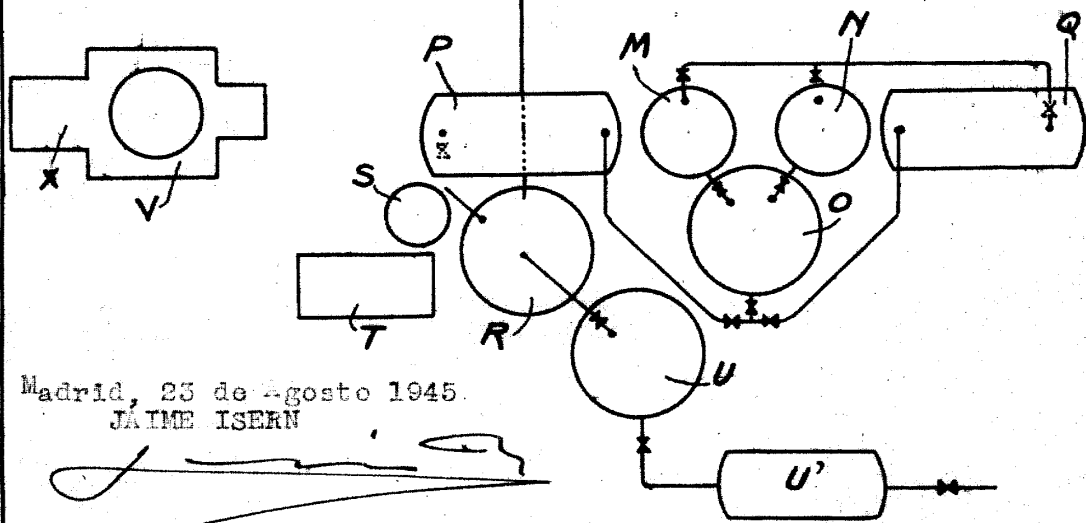
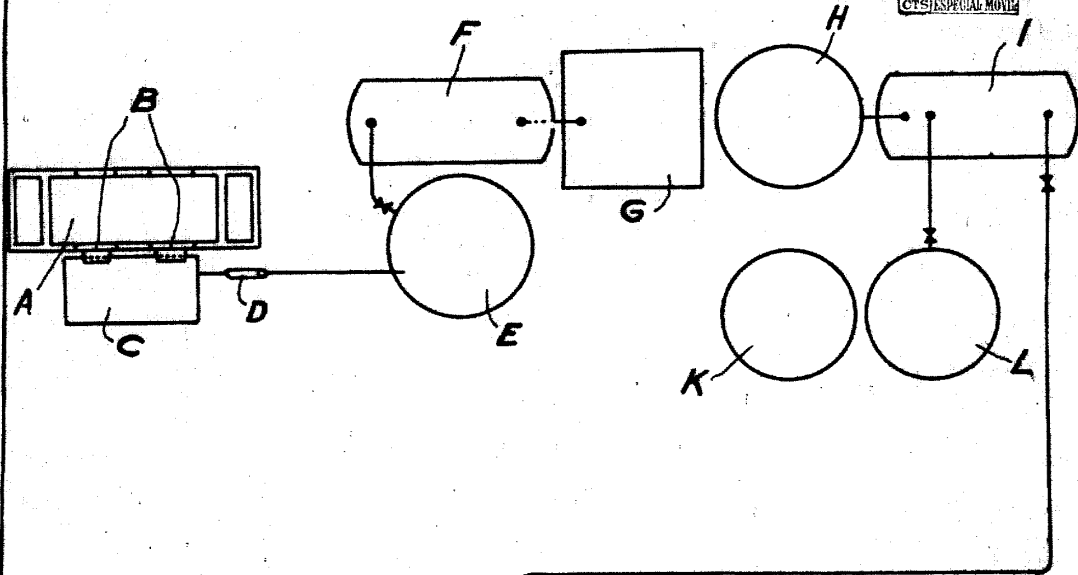
170799

André BELTZER

HOJA ÚNICA

ESCALA VARIABLE

23 AGO



Madrid, 23 de Agosto 1945.  
JAIME ISEBÁN

