

01050

22 MAR 1972

F.- 50.236

F 4439.54

- 7 DIC. 1974

CONCEDIDA

Memoria descriptiva

Int. Cl.: C21B, C22B

para solicitar **PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA** por 20 años

a nombre de **PATRICK JOHN McGAULEY** y **ABRAHAM ALBERT DOR**

~~ciudadanos~~ de nacionalidad **norteamericana**

~~residencia~~ residentes en 7 Plymouth Road, Fort Washington, Estado de Nueva York, y 12700 Lake Avenue, Lakewood, Estado de Ohio, respectivamente ambos en Estados Unidos de América.

por: "PROCEDIMIENTO DE LIXIVIACION SELECTIVA EN ETAPAS MÚLTIPLES PARA EXTRAER HIERRO REACTIVO CON ACIDO, A PARTIR DE ALIMENTACION DE MINERAL DE SULFURO DE HIERRO"

(Clase Internacional C01b, C21b)

=====

10.3.72.

BAD ORIGINAL

Fundamentos de la invención

La presente invención se refiere a la producción de un sulfato de hierro monohidratado, de gran pureza, y un residuo de sulfuro concentrado independiente, que contiene metales valiosos, a partir de menas complejas de sulfuro y concentrados que contienen minerales de sulfuro de hierro y metales no férreos de valor notable.

Es particularmente adecuada para el tratamiento de menas de sulfuro de hierro que contienen sulfuros de metal base que debido a su complicada mineralogía o relativamente fina distribución de tamaños de grano no se prestan a ser tratadas económicamente por métodos usuales de separación y beneficio para la recuperación selectiva de los metales valiosos que contienen.

Además tiene la importante ventaja de recuperar una parte sustancial del azufre de los sulfuros de hierro, en forma de sulfuro de hidrógeno. Por tanto, se presta a la adopción de diagramas de flujo exentos de contaminación, para la total separación y recuperación de todos los constituyentes valiosos de las menas o concentrados de azufre, incluyendo hierro y metales base, al tiempo que todo el azufre puede ser recuperado como azufre elemental, que es la forma en que puede ser vendido más fácilmente.

Los procedimientos de la técnica anterior para la producción de sulfato de hierro han usado generalmente como materiales de alimentación suministros disponibles de desechos industriales, tales como el efluente líquido de la producción de carbón, acero y pigmentos, y por lo general han funcionado primordialmente como procedi-

mientos de eliminación de desechos. La mayoría de estos procedimientos no son capaces de extraer hierro de minerales tipo sulfuro que llevan hierro.

5 Esencialmente, en todos ellos quedan impurezas no férricas en los productos de hierro recuperados, lo que afecta adversamente a su calidad y reduce su valor para el uso en la producción de acero. Además, estos procedimientos tienden a consumir cantidades excesivas de combustible para deshidratar el sulfato de hierro. Ello
10 produce unos costos prohibitivos para los productos obtenidos, que no pueden ser vendidos con beneficios. Bajo las condiciones actuales, el uso de estos procedimientos produciría pérdidas comerciales, y solo estaría justificado sobre la base de consideraciones de eliminación de desechos.
15

El procedimiento de la técnica anterior de la patente EE.UU. n.º 3.053.691, de McGauley, de fecha 11 de septiembre de 1962, es capaz de extraer y recuperar
20 hierro de tanto minerales de sulfuro que llevan hierro como líquidos de desecho que contengan sulfato de hierro y ácido sulfúrico. Este procedimiento proporciona también la purificación de la solución, y del sulfato de hierro producido. Sin embargo, en los materiales de alimentación disponibles están presentes frecuentemente sulfuros par-
25 cialmente solubles de metales como cinc y/o níquel, y esa patente no expone procedimiento alguno para eliminar tales metales de la solución de sulfato de hierro. Cuando están presentes, estas impurezas de metal base se acumularían en los cristales de sulfato de hierro, si no son
30 eliminadas, y generalmente harían a los productos de sul-
10.3.72.

fato de hierro inaceptables como fuente de óxido de hierro para uso en la producción de acero.

5 El procedimiento anterior, en común con otros procedimientos anteriores para producir sulfato de hierro, expone el uso de combustible comercial como fuente de calor para separar el agua del sulfato de hierro. Ello requeriría cantidades excesivas de combustible, debido a las grandes cantidades de agua a eliminar, lo que tendría como resultado unos costos de funcionamiento excesivos.

10

El procedimiento de la presente invención proporciona un método nuevo combinado de lixiviación y cristalización que tiene muchas ventajas, incluyendo:

15 a) La posibilidad de usar una cantidad mínima de agua a lo largo de los procedimientos de lixiviación y cristalización;

b) la posibilidad de usar calor residual del procedimiento, para evaporar agua de la solución de lixiviación;

20 c) la eliminación o reducción sustancial del consumo de combustible en el procedimiento para separar agua del sulfato de hierro;

d) ahorros notables en el costo de combustible; y mejoras notables en la economía de funcionamiento y en la viabilidad comercial de la recuperación por separado de sulfato de hierro monohidratado y un residuo que contiene valiosos metales no férreos recuperables; y

25

e) la producción de sustanciales cantidades de sulfuro de hidrógeno que puede ser usado subsiguientemente para la separación selectiva de los metales

30

base presentes en el material de alimentación, y el excedente del cual puede prestarse a la recuperación ocasional de azufre elemental.

5 La invención comprende además un procedimiento de lixiviación selectiva mejorado, para la producción de sulfato de hierro monohidratado de gran pureza, a partir de materiales de alimentación que contienen sulfuros parcialmente solubles de metales como cinc y/o níquel, y un procedimiento mejorado para concentrar los valiosos
10 componentes de metal no férreo de la alimentación, y para recuperar estos componentes en un residuo de sulfuro de gran valor comercial.

La presente invención comprende nuevos métodos de cristalización y deshidratación para separar
15 hierro de la solución, en forma de sulfato de hierro monohidratado, y también comprende una nueva combinación de tales métodos de lixiviación y cristalización, para permitir el uso del calor residual del procedimiento, procedente del sistema de lixiviación, para la cristalización y
20 deshidratación del sulfato de hierro producido, y la recirculación de las aguas madres procedentes del cristallizador, al sistema de lixiviación, con fines de enfriamiento y para disolver cristales de sulfato de hierro.

25 Los métodos auxiliares de la invención proporcionan un procedimiento combinado para recuperar los componentes valiosos de menas de sulfuro complejas que contienen minerales de sulfuro de hierro como componentes principales, y valioso metal no férreo, tal como cinc, níquel, plomo, estaño, cobre, oro, plata, etc, y mezclas de
30 ellos, de valor notable, como otros componentes de las menas.
10.3.72.

nas. El más importante de estos métodos implica etapas de procedimiento tales como las siguientes:

5 (a) Tratamiento de las menas crudas por los nuevos métodos combinados de lixiviación y cristalización selectivas de la invención, para extraer selectivamente el hierro de los demás componentes del mineral, para separar y concentrar los minerales residuales, y para recuperar el hierro como cristales de gran pureza de sulfato de hierro monohidratado;

10 (b) tratamiento del residuo concentrado procedente de la anterior lixiviación, en vez de la mena cruda, por métodos mecánicos usuales tales como flotación por espuma, etc, para separar los materiales de ganga para despreciarlos, y los minerales valiosos para recuperación individual, con notables mejoras en la recuperación de los metales valiosos, y notables ahorros en el costo global del equipo necesario.

En los dibujos adjuntos:

20 La figura 1 es un diagrama de procesos de un procedimiento selectivo de lixiviación de hierro en corrientes paralelas, según la invención;

La figura 2 es un diagrama de procesos de un procedimiento selectivo de lixiviación de hierro en contracorriente, según la invención;

25 La figura 3 es un diagrama de procesos de un procedimiento combinado de lixiviación y cristalización, según la presente invención;

La figura 3a es una vista esquemática de un cristallizador que puede ser usado según la invención;

y

La figura 4 es un gráfico que muestra la temperatura y las concentraciones a que existen diversas formas de hidratos de sulfato de hierro en equilibrio con sus soluciones saturadas.

5

Descripción detallada

Los nuevos métodos de lixiviación selectiva de la invención, en combinación con los métodos de tostación "con activación" de la patente EE.UU. n.º 3.053.651, de McCauley, de fecha 11 de septiembre de 1962, son capaces de extraer de 70 a 100% del contenido de hierro en mezclas minerales de sulfuro que contienen hierro. Además, los métodos de lixiviación selectiva de la invención son capaces de producir una solución de lixiviación de sulfato de hierro que está esencialmente exenta de sulfatos de metales como cinc y/o níquel, a partir de materiales de alimentación que llevan hierro y que contienen compuestos de estos metales parcialmente solubles.

10

15

20

25

30

Los métodos de lixiviación selectiva de la invención son también capaces de extraer de 70 a 100% del hierro, sin esencialmente nada de extracción simultánea del cinc y/o níquel, a partir de ciertas mezclas no tostadas o no "activadas" de minerales de sulfuro que contienen sulfuros de hierro reactivos con ácido sulfúrico, tales como pirrotita o troilita, como principales componentes. El grado o la medida de extracción de hierro a partir de cualquier muestra específica de la alimentación de mineral de sulfuro, por los métodos de lixiviación selectiva de la invención, resultó depender, sin embargo, de las propiedades naturales de los minerales de la alimentación y/o de los métodos concretos adoptados para los méto

10.3.72.

dos de tratamiento previo del procedimiento de tostación con activación según está descrito en la patente EE.UU. nº. 3.053.651, de McCauloy, de fecha 11 de septiembre de 1962. En todos los casos debe estar presente una cantidad suficiente de sulfuro de hierro reactivo con ácido, para hacer que el procedimiento sea económicamente atractivo. Puede haber hierro metálico presente en el material de alimentación, sin efectos perjudiciales.

Así, por el procedimiento de la invención se puede tratar una variedad de mezclas de mineral de sulfuro de hierro, para recuperar ciertas cantidades de sulfato de hierro monohidratado, azufre y metal no férreo, siempre que sea soluble en ácido una proporción suficiente del contenido de sulfuro de hierro, ya sea naturalmente o por activación adecuada, para llevar eventualmente a solución una cantidad económica del sulfuro de hierro. Entre las mezclas de mineral de sulfuro de hierro que se pueden tratar se incluyen menas de sulfuro crudas, así como menas de sulfuro parcialmente tratadas, tales como calcinados y concentrados que contengan natural o inherentemente cantidades económicas de sulfuro de hierro reactivo con ácido, o menas, calcinados o concentrados que hayan sido "activados" para hacer reactiva con ácido a una cantidad económica del contenido de sulfuro de hierro, según el procedimiento de la patente EE.UU. 3.053.651, de McCauloy, de fecha 11 de septiembre de 1962, o por cualquier otro procedimiento. Así, las mezclas de mineral de sulfuro tratadas según la invención pueden ser las disponibles en depósitos minerales existentes, y comprenderán menas crudas que contienen pirrotita como principal compo

nente del mineral, y minerales tales como esfalerita, calcopirita, galena, pentlandita, etc, como otros componentes. Entre los materiales de alimentación disponibles adicionales se incluyen los concentrados de plomo, cinc, 5 cobre y/o níquel que tienen alto contenido de minerales de sulfuro de hierro y/o alto contenido de impurezas valiosas que no pueden ser recuperados por procedimientos usuales. Aquellas alimentaciones de mineral de sulfuro que contienen pirrotita como componente principal contie 10 nen a veces sulfuro de hierro reactivo con ácido, y pueden ser usadas directamente como alimentación, según la invención, sin la tostación "con activación" antes mencionada.

El procedimiento de lixiviación selectiva en múltiples etapas de la invención implica en términos 15 generales poner en contacto una alimentación de mineral de sulfuro de hierro que contiene hierro soluble en ácido, y que generalmente también contiene metales no férricos, en equipo de lixiviación de recipiente cerrado, con ácido sulfúrico en concentraciones y temperaturas su 20 ficientes para iniciar y producir una reacción intensa y de gran velocidad entre el ácido y el hierro soluble en ácido presente en los sólidos del mineral, para producir sulfato de hierro, calor de procedimiento y H_2S gaseoso.

Para iniciar y producir esta reacción de gran velocidad entre el ácido y el hierro de los sólidos del mineral, se prefieren altas concentraciones de ácido sulfúrico, preferiblemente por encima de 40%, y una temperatura mayor que 80°C, preferiblemente mayor que 95°C. 25

Simultáneamente con el contacto entre la

30
10.3.72.

alimentación de mineral de sulfuro de hierro y el ácido sulfúrico concentrado, la suspensión es diluida con agua y/o soluciones acuosas que contengan sulfato de hierro y/o ácido sulfúrico en cantidad suficiente para producir y mantener una suspensión de alta densidad. La viscosidad de esta suspensión es ventajosamente tal que sea justamente capaz de ser circulada en el equipo, y se ha de evitar la indebida dilución de la suspensión.

10 Luego se permite que continúe la reacción para producir en esta primera etapa de lixiviación una suspensión de alta densidad que contenga sólidos residuales y una alimentación mineral en solución que esté esencialmente saturada de sulfato de hierro, y preferiblemente que contenga cristales de sulfato de hierro, y un gas que contenga H_2S y vapor de agua.

15 Después se mezcla la suspensión con soluciones que sean capaces de disolver todos los cristales de sulfato de hierro, para disolver los cristales de sulfato de hierro y dar lugar a la reacción del ácido restante y las impurezas en solución con el hierro soluble en ácido procedente de la alimentación mineral y con H_2S en exceso, respectivamente, para completar la lixiviación en esta segunda etapa de lixiviación.

25 El producto producido en esta segunda etapa de lixiviación es una suspensión producto de baja densidad que contiene un residuo en el que el contenido de hierro soluble en ácido, procedente de la alimentación mineral, excede al contenido de ácido de la solución, según base estequiométrica, y una solución purificada que está esencialmente saturada de sulfato de hierro a tempera-

aturas de 50 a 80°C, y preferiblemente a o cerca de 65°C, y un gas que contiene H_2S y vapor de agua.

5 En el caso del procedimiento de lixiviación en corrientes paralelas descrito más adelante, el ácido sulfúrico será igual o aproximadamente igual al contenido de hierro soluble en ácido de la alimentación mineral, según base estequiométrica, y aunque generalmente no será necesario añadir hierro soluble en ácido procedente de la alimentación mineral, u otro hierro soluble en ácido, tal como hierro metálico, para efectuar la operación de segunda etapa de lixiviación, a veces puede ser ventajoso hacerlo, para favorecer la precipitación de impurezas indeseables que puedan haberse disuelto.

15 En el caso del procedimiento de lixiviación en contracorriente descrito más adelante, el contenido de hierro soluble en ácido, en la alimentación mineral a la primera etapa del circuito de lixiviación neutra, será generalmente mayor que el contenido de ácido sulfúrico en la suspensión de lixiviación, en base estequiométrica, y generalmente no se cargará a la suspensión de baja densidad, en la última etapa de la lixiviación neutra, alimentación mineral adicional que contenga hierro soluble en ácido, sea o junto con otros tipos de hierro soluble en ácido, tal como hierro metálico.

25 El residuo del anterior circuito de lixiviación neutra es cargado a un circuito de lixiviación ácida y puesto en contacto con solución de ácido sulfúrico en la que el contenido de ácido excede al contenido de hierro soluble en ácido en el residuo, en base estequiométrica, y se hace reaccionar la suspensión resultante has-

30
10.3.72.

ta que el hierro soluble en ácido es extraído de los sólidos. Después, los sólidos son separados y recuperados como producto del procedimiento de lixiviación, y la solución ácida es recirculada a la etapa de alta densidad del circuito de lixiviación neutra.

5

El procedimiento de lixiviación en corrientes paralelas, de la presente invención, se muestra en la figura 1. Incorpora dos o más etapas en cada una de las cuales se mantienen condiciones óptimas por control de varios factores importantes. El fin de estos controles es asegurar la máxima disolución del hierro de la alimentación, conseguir la mínima disolución de metales no férricos, tales como cinc y níquel, y obtener una solución de sulfato ferroso esencialmente saturada, cerca de su temperatura de máxima solubilidad.

10

15

La primera etapa es una etapa de lixiviación a alta densidad, alta concentración de ácido y alta temperatura, donde se asegura una reacción intensa y rápida entre ácido sulfúrico y los sulfuros de hierro solubles en ácido de la alimentación.

20

La segunda etapa es una etapa de lixiviación a menor densidad, y con menor concentración de ácido, donde se continúa la disolución de hierro al tiempo que se establecen condiciones tales que inhiben la disolución simultánea de metales no férricos, tales como cinc y/o níquel.

25

La tercera etapa es una etapa de dilución y purificación final en la que se precipitan los metales, tales como cinc y/o níquel, que pudieran haber pasado a solución, y en la que la temperatura y la concentración

30

10.3.72.

de sulfato ferroso se llevan a su valor óptimo para el fin de recuperar cristales de sulfato ferroso monohidratado, en operaciones subsiguientes.

5 En algunos casos puede ser ventajoso combinar las etapas segunda y tercera en una sola etapa.

Las principales características de estas tres etapas son:

10 (a) Las necesidades totales de ácido sulfúrico para el procedimiento de lixiviación están distribuidas entre las tres etapas en proporciones adecuadas. En algunos casos pueden ser añadidas enteramente en la primera etapa. Preferiblemente, de 70 a 100% de las necesidades totales de ácido es añadido a alta concentración a la primera etapa, para asegurar en esta etapa una reacción lo más intensa y con la mayor velocidad posibles.

15 Preferiblemente, se añade a la segunda etapa menos del 30% de las necesidades totales de ácido sulfúrico, donde también pueden ser obtenidas parcial o totalmente, cuando se dispone de ello, del contenido de ácido libre en líquidos subproducto o de decapado. Preferiblemente no se debe añadir ácido sulfúrico nuevo a la tercera etapa, donde es esencial, para el buen control del procedimiento, mantener el pH final preferiblemente entre aproximadamente 1,5 y 2, a presión aproximadamente atmosférica.

20

25 (b) La alimentación de sulfuro de hierro está distribuida entre las tres etapas en proporciones adecuadas, o en algunos casos puede ser añadida enteramente en la primera etapa. La mayoría de la alimentación, preferiblemente de 70 a 100%, es añadida a la primera etapa con tan poca agua de dilución como sea posible, para

30

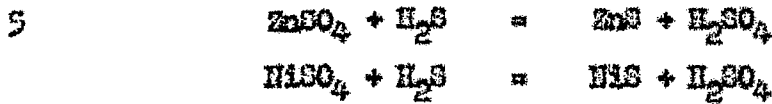
10.3.72.

mantener en esta etapa una densidad de pasta lo mayor posible, asegurando así una reacción tan intensa y de tan gran velocidad como sea posible. Una pequeña fracción de la alimentación, preferiblemente menos del 20%, puede ser añadida ventajosamente a la segunda etapa, para elevar el pH al final de esta etapa, preferiblemente entre aproximadamente 1,5 y 2, a presión aproximadamente atmosférica, con el fin de inhibir la disolución de sulfuros de metales como cinc y/o níquel. Análogamente, y con el mismo fin, el resto de la pequeña fracción de la alimentación, preferiblemente menos del 10%, puede ser añadido a la tercera etapa para mantener su pH preferiblemente entre aproximadamente 1,5 y 2. En algunos casos, el nivel de ácido libre al final de la tercera etapa puede ser denso bajo para que reaccione con el sulfuro de hierro soluble de la alimentación, y con el fin de mantener un control apropiado del pH se pueden añadir ventajosamente óxidos de hierro o hierro metálico solubles en ácido, para neutralizar el exceso de ácido de la tercera etapa, para asegurar la purificación satisfactoria de la solución final de sulfato ferroso.

(c) Se inyecta vapor de agua en los recipientes de lixiviación cuando sea requerido, para circular la pasta en los recipientes y para aumentar la velocidad de extracción de hierro por dilución del H_2S gaseoso y control de su presión parcial en los recipientes de lixiviación.

(d) El H_2S gaseoso que se produce en las reacciones de lixiviación es recirculado a través de los recipientes de segunda y tercera etapa, para aumentar su

presión parcial en estos recipientes y favorecer así la precipitación de sulfuros de metales no férricos, tales como cinc y níquel, por reacciones tales como las siguientes:



Los niveles residuales de sulfatos de cinc y níquel que quedan en solución son reducidos hasta valores aceptables por control simultáneo del pH y de la presión parcial de H_2S , según se ha descrito en los párrafos precedentes.

10

(e) Las necesidades de agua de formación de pasta para la primera etapa, y las necesidades de agua de dilución para la segunda etapa, se obtienen principalmente a partir de soluciones de recirculación diluidas, y pueden estar complementadas con agua de nueva aportación y/o soluciones disponibles de subproducto o de sulfato ferroso de desecho, que pueden ser incorporadas entonces en el sistema y ser tratadas de manera que se utilice totalmente su contenido de ácido libre y se recupere completamente su contenido de metal tanto férrico como no férrico. Su contenido de hierro será recuperado en el sulfato de hierro producido, y su contenido de metal no férrico en el residuo de sulfuro insoluble producido.

15

20

(f) La tercera etapa es una operación de dilución y purificación en la que la suspensión descargada de la segunda etapa, que contiene sulfatos disueltos así como cristales de sulfato sin disolver, sulfuros de metal base y ganga en suspensión, es mezclada con una corriente de líquido de retorno enfriado (15-35°C) procedente del cristalizador. En la mezcla resultante, los crist

25

30

10.3.72.

5 tales de sulfato ferroso son totalmente disueltos, mien-
tras que los sulfuros y la ganga permanecen en suspensión,
y cualesquiera metales no férricos disueltos, tal como
cinc y níquel, son precipitados por los procedimientos
10 descritos en los párrafos precedentes (control de pH y
recirculación de H_2S). Para optimizar las operaciones
subsiguientes para la recuperación de cristales de sulfato
ferroso deshidratado, la solución repleta de sulfato
15 ferroso obtenida en la tercera etapa debe estar casi en
la saturación, y preferiblemente a una temperatura lige-
ramente mayor que la temperatura de solubilidad máxima,
de aproximadamente 63°C, del sulfato ferroso.

 La primera etapa del sistema de lixiviación
15 en corrientes paralelas que se muestra en la figura
1 es una primera etapa a alta temperatura, alta concen-
tración de ácido y gran densidad de sólidos, a la que se
alimenta una porción principal, preferiblemente de 70 a
20 100%, de la alimentación de sulfuro de hierro, a la ma-
yor densidad de pasta que sea compatible con unas condi-
ciones satisfactorias de bombeo y circulación. En esta
etapa, la mayoría del ácido estequiométricamente necesari-
o para las reacciones de lixiviación (preferiblemente
25 de 70 a 100% de esta cantidad) es añadida como ácido sul-
fúrico concentrado, para permitir que se mantenga una al-
ta densidad de pasta. El agua de dilución requerida para
llevar la densidad de pasta a su nivel deseado es sumi-
nistrada ventajosamente, cuando se dispone de ella, en
30 forma de soluciones ácidas de subproducto o de sulfato
de hierro de desecho, que así pueden ser tratadas satis-
factoriamente para reducir la contaminación, con total

recuperación de su contenido de ácido y de metales fé-
rreos y no férricos.

5 Es ventajoso mantener la suspensión en los
recipientes de lixiviación de la primera etapa a una tem-
peratura próxima o ligeramente superior a su temperatura
de ebullición a presión atmosférica.

10 La alta temperatura, alta densidad de pas-
ta y altas concentraciones de ácido promueven una lixivig
ción intensa y rápida de los sulfuros de hierro solubles
de la alimentación, según la reacción principal siguien-
te:

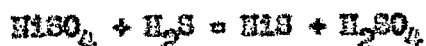
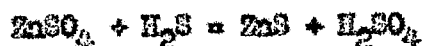


15 El vapor de agua generado por el calor de
reacción ayuda a eliminar el sulfuro de hidrógeno gaseoso
desprendido durante estas reacciones, acelerando así la
velocidad de reacción del ácido con el hierro de la ali-
mentación mineral. El vapor de agua y el H_2S gaseoso gen-
rados son recogidos y retirados para su uso subsiguiente
en el procedimiento. El agua evaporada ha de ser reempla-
20 zada por inyección de soluciones disponibles, o de agua y
vapor de agua de aportación, para evitar la solidifica-
ción de la pasta caliente que contiene tanto cristales
suspendidos de sulfato de hierro como sólidos sin disol-
ver de la alimentación mineral. Esta pasta es descargada
25 a los recipientes de lixiviación de segunda etapa.

Mientras que el objeto principal en la pri-
mera etapa de lixiviación es asegurar una alta extracción
de hierro, la finalidad de la segunda etapa de lixiviación
es iniciar la purificación del sulfato de hierro promo-
viendo la disolución de los cristales y estableciendo con
30
10.3.72.

diciones favorables para la precipitación de metales tales como cinc y níquel, que pudieran estar presentes en la solución. En esta etapa se añade preferiblemente el resto de la alimentación y de las necesidades de ácido. También se pueden introducir en esta etapa cantidades adicionales de subproducto disponible de soluciones ácidas de sulfato de hierro de desecho, para llevar a los niveles deseados la densidad de pasta y la temperatura.

A medida que las reacciones de lixiviación avanzan en la segunda etapa de lixiviación, el pH se eleva gradualmente, y las condiciones favorables para la precipitación de sulfatos de metales como cinc y/o níquel son favorecidas adicionalmente por recirculación de H_2S gaseoso de seplado en los recipientes de esta etapa, con el objetivo de aumentar su presión parcial en los recipientes de lixiviación de segunda etapa. Esto inicia la precipitación de sulfatos de cinc y/o níquel, según las reacciones siguientes:



Es ventajoso hacer funcionar la segunda etapa de lixiviación a temperaturas de aproximadamente 75 a 85°C. Para asegurar una precipitación lo más completa posible de los metales no férricos por el H_2S , es importante controlar el pH y mantenerlo preferiblemente entre aproximadamente 1,5 y 2, a presión aproximadamente atmosférica. Este requisito determina las cantidades respectivas de alimentación mineral y de ácido sulfúrico que pueden ser introducidas en los recipientes de lixiviación de segunda etapa. En algunos casos ha resultado ventajoso

5
complementar la alimentación de sulfuros de hierro solu-
bles en ácido con cantidades adecuadas de óxidos de hie-
rro solubles o hierro metálico, que se combinarán más fá-
cilmente con el ácido libre residual de la suspensión de
lixiviación y asegurarán la elevación del pH de la solu-
ción hasta los niveles requeridos.

10
El intervalo de pH de aproximadamente 1,5
a 2 para asegurar la óptima precipitación de cinc y/o ní-
quel por H_2S gaseoso, aquí mencionado, es el intervalo
de pH preferido cuando se hacen funcionar los recipientes
de lixiviación a presión aproximadamente atmosférica. Es-
te intervalo de pH usado será en general de aproximadamen-
te 1,7 a 2. Aunque es ventajoso trabajar a presión atmos-
férica, también se puede obtener una precipitación óptima
15 del cinc y/o níquel a niveles de pH inferiores, tales co-
mo 1 o menos, si la presión parcial de H_2S gaseoso en el
recipiente y/o el contenido de sólidos en la suspensión
son aumentados hasta un nivel adecuado.

20
Según resulta de esta discusión, las con-
diciones óptimas para la precipitación de sulfuros par-
cialmente solubles de los metales de impureza no férricos,
mediante H_2S , se consiguen por una combinación satisfacto-
ria de altas presiones parciales de H_2S y pH adecuado, aso-
ciados con una temperatura adecuada de la suspensión. Pue-
den ser determinadas fácilmente en operaciones de la prác-
tica, por los versados en la técnica, y ser adaptadas a
25 las propiedades particulares que pueden caracterizar a
diferentes menas o concentrados de sulfuro de hierro.

El producto transferido de la segunda eta-
pa a la tercera es una pasta con relativamente muchos sól-

30
10.3.72.

lidos, mantenida a una temperatura mayor que la temperatura de máxima solubilidad de sulfato ferroso, que es igual a 63°C aproximadamente, y que contiene en suspensión tanto cristales de sulfato sin disolver como sulfuros de metal base y ganga insolubles. En la tercera etapa, esta suspensión es mezclada con aguas madres de retag no enfriadas, procedentes del cristalizador, para formar una solución cuya temperatura es mantenida preferiblemente a o cerca de 63°C, correspondiente a la máxima solubilidad del sulfato de hierro. A esta temperatura, los cristales de sulfato de hierro producidos en la etapa primera o segunda son disueltos completamente, y en consecuencia la suspensión consiste esencialmente en una solución de sulfato ferroso casi saturada, que mantiene en suspensión a sulfuros de metal base y a la ganga insoluble.

Esta solución puede contener aún niveles residuales indeseables de metales no férricos parcialmente solubles, tales como cinc y níquel. Para completar su precipitación, se insufla H_2S adicional a través de la solución, y si es necesario se puede neutralizar parcialmente el ácido sulfúrico libre residual, para elevar el pH de la solución, preferiblemente entre aproximadamente 1,5 y 2, por adición de pequeñas cantidades adecuadas de alimentación de sulfuro de hierro soluble en ácido o, si es necesario, de óxidos de hierro solubles en ácido o hierro metálico.

Así, las operaciones de tercera etapa se establecen para conseguir dos finalidades muy importantes:

(a) conseguir una solución de sulfato fe-

roso oxento de impurezas de metal base indecables;

(b) asegurar la integración de los sistemas de lixiviación y cristalización en una combinación óptima, consiguiendo así condiciones muy satisfactorias en ambos de estos sistemas, con total ventilación de las soluciones de cristalizador de retorno disponibles, y total utilización de todo el calor residual disponible del sistema de lixiviación.

En algunos casos puede ser ventajoso combinar las etapas segunda y tercera en una sola operación de dilución y purificación.

Las soluciones de recirculación de sulfato de hierro saturado procedentes del cristalizador de primera o tercera etapa están disponibles, y la temperatura y cantidad de estas soluciones de recirculación pueden ser ajustadas de manera que sean suficientes para disolver sustancialmente todos los cristales de sulfato de hierro contenidos en la suspensión de segunda etapa. Es ventajoso disponer de la solución de sulfato de hierro, en esta tercera etapa, a ligeramente más que 63°C, a la cual temperatura el sulfato de hierro se encuentra en su máxima solubilidad. Sin embargo, la temperatura de la solución de sulfato de hierro en la tercera etapa puede variar, aunque esto afectará a la economía del procedimiento. Por ejemplo, la temperatura de la solución de sulfato de hierro puede variar entre 50 y 70°C, como lo muestra el área triangular del gráfico de la figura 4, designada A. Cuando la temperatura cae fuera de 50 a 75°C, aún puede funcionar el procedimiento, pero la economía del procedimiento se ve significativamente perjudicada.

30
10.3.72.

El residuo sólido contiene:

(a) Los elementos de ganga insoluble de la alimentación mineral;

5 (b) los compuestos de sulfuro parcialmente soluble de metales no férricos, tales como cinc y níquel, de los minerales de alimentación;

(c) una pequeña cantidad de azufre elemental, que puede ser producida durante las reacciones de lixiviación; y

10 (d) sulfuros de hierro sin disolver.

Este residuo está disponible para seguir siendo tratado para la separación y recuperación de sus componentes valiosos. En los casos en que el contenido de ganga en el residuo es relativamente alto, puede ser beneficiado en un circuito de flotación normal, donde los sulfuros y el azufre son separados ventajosamente de los minerales de ganga, que son rechazados como restos. En algunos casos, estos restos pueden contener metales valiosos, tales como estaño, y pueden ser tratados para la recuperación de estos últimos. Los concentrados de sulfuro también pueden ser tratados para la separación y recuperación de sus constituyentes valiosos, que pueden comprender cobre, plomo, cinc, níquel, cobalto, plata, oro, etc.

25 La solución saturada de sulfato de hierro recuperada del separador líquido-sólido es un líquido de lixiviación purificado casi saturado de sulfato de hierro a una temperatura que es, para mayor ventaja, ligeramente superior a 65°C, y es adecuada ventajosamente como líquido de alimentación al sistema de cristalización.

30
10.3.72.

La figura 2 es un diagrama de procesos que ilustra el circuito de lixiviación en contracorriente de la presente invención. Este circuito comprende, en principio, una lixiviación neutra en dos etapas combinada con una lixiviación ácida en dos etapas. En los circuitos de lixiviación tanto neutra como ácida, las primeras etapas son etapas de mayor concentración de ácido, mayor densidad de sólidos y mayor temperatura, con el fin de asegurar unas reacciones de lixiviación intensas y rápidas. La finalidad de las segundas etapas es llevar a condiciones que correspondan a la máxima solubilidad de la solución de sulfato ferroso, y en consecuencia se efectúan a temperaturas menores y diluciones mayores que las primeras etapas.

Bajo algunas condiciones, dependiendo de la reactividad natural o inducida de las pirrotitas de la alimentación mineral, puede ser posible y ventajoso combinar las dos etapas de lixiviación neutra y las dos etapas de lixiviación ácida en etapas únicas, respectivamente.

Mientras que en el circuito en corrientes paralelas descrito en el texto precedente tanto la solución de sulfato ferroso purificada final como el residuo concentrado de sulfuro de metal no férreo se obtienen en la tercera etapa de lixiviación, en el circuito de lixiviación en contracorriente descrito en el texto siguiente se obtienen en dos etapas diferentes. La solución de sulfato ferroso purificada es obtenida en la segunda etapa de lixiviación neutra, mientras que el residuo de sulfuro se obtiene en la segunda etapa de lixiviación ácida. El resi

30
10.3.72.

5 due de la segunda etapa de lixiviación neutra es tratado adicionalmente en el circuito de lixiviación ácida, mientras que la solución de sulfato ferroso obtenida en la segunda etapa de lixiviación ácida es recirculada al circuito de lixiviación neutra.

 Las principales características del circuito de lixiviación en contracorriente son:

10 (a) Las adiciones de ácido sulfúrico están distribuidas entre las primeras etapas de los circuitos de lixiviación neutra y ácida, en proporciones adecuadas. Aunque la cantidad total de ácido añadido ha de corresponder estequiomóricamente con las necesidades totales de la parte soluble en ácido de la pirrotita y ganga de la alimentación mineral, el total de ácido disponible en la primera etapa de la lixiviación neutra (igual a la suma de ácido de nueva aportación añadido y ácido recirculado desde el circuito de lixiviación ácida) será siempre menor que estas necesidades, lo que por tanto da como resultado a un bajo nivel de ácido residual libre y un pH relativamente alto, preferiblemente mayor que 1,5 - 2,0, al final de la lixiviación neutra. Por otra parte, el ácido añadido a la primera etapa de la lixiviación ácida estará en exceso respecto a las necesidades de la pirrotita soluble que queda en el residuo de lixiviación neutra, asegurándose así su solubilización. Esto produce un alto nivel de ácido libre en la solución de lixiviación ácida que es recirculada a la primera etapa de lixiviación neutra. En general, sería ventajoso aumentar la fracción del ácido total que es añadida a la primera etapa del circuito de lixiviación neutra, para favorecer y acelerar la di-

solución de pirrotita en la alimentación a esta etapa. Por otra parte, sería ventajoso aumentar la fracción del ácido total añadida a la primera etapa del circuito de lixivación ácida, para asegurar que se disuelva lo más posible de la pirrotita residual del residuo de lixivación neutra. Sin embargo, se ha de observar que demasiado ácido añadido a la primera etapa de lixivación ácida puede causar dificultades en la sedimentación y filtración final del residuo insoluble de lixivación ácida. La distribución óptima de las adiciones de ácido a las primeras etapas de la lixivación neutra y ácida variará para diferentes menas, concentrados o calcinados activados, y puede ser determinada por los expertos en la técnica, sobre la base de simples ensayos de laboratorio o a escala piloto.

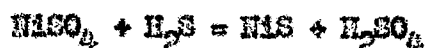
(b) La alimentación mineral es añadida preponderantemente a la primera etapa de lixivación neutra, preferiblemente de 90 a 100%. Dado que el pH de la segunda etapa de lixivación neutra debe ser mantenido preferiblemente entre aproximadamente 1,5 y 2, a presión atmosférica, para obtener una solución de sulfato ferroso de pureza adecuada, puede ser ventajoso en algunos casos añadir una pequeña fracción de alimentación mineral a esta segunda etapa de lixivación neutra, para la neutralización final del ácido. En algunos casos puede ser necesario usar para tal fin, en vez de ella, óxidos de hierro solubles en ácido, o hierro metálico, según se ha descrito anteriormente para el circuito de lixivación en corrientes paralelas.

(c) La presión parcial de H_2S en la prim

30
10.3.72.

ra etapa del circuito de lixiviación ácida es controlada, y la eliminación de fase gaseosa es favorecida, por vapor de agua formado durante las reacciones de lixiviación o inyectado directamente en forma de vapor de agua, para
5 mantener una agitación apropiada.

(d) El H_2S gaseoso producido en las reacciones de lixiviación es recirculado a través de los recipientes del circuito de lixiviación neutra, para aumentar su presión parcial en estos recipientes y favorecer la precipitación de metales como cinc y/o níquel, que pudie-
10 ran estar presentes en la solución, por reacciones tales como:



15 Los niveles residuales de cinc y níquel que quedan en solución son reducidos hasta valores aceptables por control simultáneo del pH, de preferencia entre aproximadamente 1,5 y 2, a presión atmosférica. En algunos casos puede ser ventajoso añadir pequeñas cantidades
20 de óxido de hierro soluble en ácido, o de hierro metálico, para neutralizar el ácido residual en la etapa final de la lixiviación neutra.

(e) La segunda etapa de lixiviación neutra es la operación de dilución y purificación en que la sus-
25 pensión descargada de la primera etapa de lixiviación neutra es mezclada con una corriente de líquido de retorno frío (15 a 35°C) procedente del cristalizador. En la mezcla resultante, los cristales de sulfato ferroso están totalmente disueltos, mientras que los sulfuros y la ganga, sin lixiviar, permanecen en suspensión. Cualesquiera meta-
30

40.5.72.

les no férricos parcialmente solubles, tales como cinc y níquel, son precipitados por los procedimientos descritos en los párrafos precedentes (control de pH y recirculación de H_2S). Para optimizar las operaciones subsiguientes para la recuperación de cristales de sulfato ferroso monohidratado, la solución repleta obtenida en la segunda etapa de lixiviación neutra debe estar casi en la saturación, y preferiblemente a una temperatura ligeramente mayor que aproximadamente 63°C, la máxima solubilidad de sulfato ferroso en la solución de lixiviación.

Como se muestra en la figura 2, en el sistema de lixiviación en contracorriente de la invención toda o la mayor parte de la alimentación mineral es cargada a la primera etapa del circuito de lixiviación neutra, donde es puesta en contacto con ácido sulfúrico en cantidades en defecto respecto al contenido de hierro soluble de los sólidos, en base estequiométrica, de manera que se efectúa una lixiviación llamada "neutra". Se forma pasta con los sólidos, con una solución disponible o con agua, para formar una suspensión de alta densidad de pasta y de una viscosidad que permita la circulación de la pasta en los recipientes de lixiviación, de la misma manera descrita respecto al sistema de lixiviación en corrientes paralelas de la figura 1.

La pasta anterior es puesta en contacto con H_2S gaseoso, cuya presión parcial es controlada para precipitar ventajosamente todo el cinc y/o níquel de la solución. La pasta, que ahora contiene tanto sólidos sin disolver procedentes de la alimentación mineral, como cristales de sulfato de hierro, en una solución purifica-

30
10.3.72.

da que está esencialmente saturada de sulfato de hierro, es descargada a la segunda etapa del sistema de lixiviación neutra.

5 A la pasta procedente de la primera etapa neutra se añaden soluciones de recirculación de sulfato de hierro, procedentes del cristalizador primero y/o teg-
10 core del sistema cristalizador, en cantidades suficientes y a temperaturas adecuadas para disolver sustancialmente todos los cristales de sulfato de hierro de los sólidos, y producir en los recipientes de segunda etapa neu-
15 tra una suspensión de baja densidad que contiene sólidos sin disolver, de la alimentación mineral, en una solución purificada que está esencialmente saturada de sulfato de hierro a una temperatura de 50 a 75°C, y ventajosamente
20 algo mayor que 65°C. Se inyecta H_2S gaseoso en la segunda etapa de lixiviación neutra, para precipitar cualquier cinc y/o níquel que pudiera haber presente en la solución, en una etapa similar a la descrita en páginas precedentes respecto a la tercera etapa del procedimiento de lixiviación en corrientes paralelas.

La pasta procedente de la segunda etapa de lixiviación neutra es tratada por medios adecuados, tal como una separación líquido-sólido usual, y la solución clarificada es recuperada como producto principal del
25 nuevo procedimiento de lixiviación selectiva de la invención. Los sólidos son recuperados en forma de suspensión o torta de filtración de alta densidad que pueden ser bombeadas, y son enviados a la primera etapa de lixiviación ácida del presente procedimiento en contracorriente.

En la primera etapa de lixiviación ácida,

los anteriores sólidos, recuperados de la segunda etapa de lixiviación neutra, son puestos en contacto con ácido sulfúrico concentrado, en cantidades que están sustancialmente en exceso respecto a las necesidades estequiométricas del hierro soluble contenido en ellos. La suspensión de alta densidad es mezclada con agua y/o con soluciones diluidas disponibles, según aquí se define, para producir una pasta de alta densidad y de viscosidad adecuada para permitir la circulación de la suspensión en los recipientes de lixiviación. La pasta también es puesta ventajosamente en contacto con vapor de agua, y el suministro de vapor de agua es modulado para diluir el H_2S gaseoso generado por las reacciones de lixiviación, con el fin de favorecer la máxima extracción de hierro de los sólidos, por eliminación de los productos de H_2S con gases procedentes de los recipientes de lixiviación, y para proporcionar agitación de la suspensión para perfeccionar la eficacia.

La pasta de densidad relativamente alta de la primera etapa de lixiviación ácida es introducida en los recipientes de segunda etapa de lixiviación ácida, donde es diluida con agua o soluciones de recirculación diluidas disponibles, tanto para disolver cristales de sulfato de hierro como para facilitar la separación entre los sólidos y el líquido. La dilución puede efectuarse con soluciones de lavado disponibles, o con líquido de desecho disponible. Los sólidos, cuyo contenido de hierro y azufre ha disminuido ahora, y que está concentrado en cuanto al contenido de metales no férricos y/o preciosos, son recuperados como producto valioso del procedi-

10.3.72.

niento. Los componentes valiosos de este producto pueden ser concentrados más por flotación, como se ha descrito en páginas precedentes conjuntamente con el sistema de lixivación en corrientes paralelas.

5 La solución ácida de la anterior separación, de contenido relativamente alto de ácido y sulfato de hierro, es recirculada a la primera etapa del circuito de lixivación neutra, como se indica en el diagrama de flujo de la figura 2.

10 Todas las condiciones, ajustes y objetivos de las diversas etapas del circuito de lixivación, tales como la introducción de vapor de agua, adición de soluciones disponibles, recirculación de H_2S gaseoso, recirculación de soluciones de sulfato de hierro, etc, son
15 iguales que los ya descritos para el sistema de lixivación en corrientes paralelas. La solución de sulfato de hierro recuperada de la segunda etapa de lixivación neutra tiene esencialmente las mismas propiedades y características (tales como saturación, temperatura, pureza, etc)
20 que la solución recuperada de la tercera etapa de lixivación del sistema de lixivación en corrientes paralelas.

25 Las principales analogías y diferencias entre los métodos de lixivación en corrientes paralelas y en contracorriente, de la invención, pueden ser esquematizadas como sigue:

(a) Tanto el método de corrientes paralelas como el de contracorriente proporcionan una intensa primera etapa de lixivación de la alimentación sólida, a alta temperatura y con gran concentración de ácido, para iniciar la reacción y generar una pasta de alta densi-

30
10.3.72.

dad que contiene cristales de sulfato de hierro.

5 (b) Ambos proporcionan la neutralización del ácido (a pH de 1,5 a 2,0) con una cantidad en exceso de hierro soluble en ácido, y la disolución de los cristales en una o más etapas de lixiviación neutra a baja temperatura (a de 60 a 300C), que se caracteriza por la presencia esencial de tanto hierro soluble en ácido, en los sólidos, como H_2S gaseoso en contacto con la suspensión, hasta que se separen los sólidos de la solución.

10 (c) Ambos métodos proporcionan también la separación del líquido y los sólidos del anterior párrafo (b), y la acumulación de la solución purificada, como producto principal, en cualquiera de los métodos.

15 (d) El procedimiento de lixiviación en corrientes paralelas proporciona la acumulación del residuo del anterior párrafo (c), como concentrado de los valores metálicos no férreos y preciosos procedentes de la alimentación mineral, y un producto principal del procedimiento.

20 (e) El procedimiento en contracorriente proporciona un tratamiento de lixiviación adicional del residuo del anterior párrafo (c), con ácido sulfúrico concentrado, en un método de lixiviación ácida en el que el contenido de ácido en la solución de lixiviación excede del contenido restante de hierro soluble en ácido en el residuo. Este tratamiento requiere la separación entre la solución que lleva ácido y los sólidos residuales, y proporciona tanto la recirculación de solución al método de lixiviación neutra del procedimiento, como la acumulación del residuo final, como concentrado de los valores meta-

30
10.3.72.

los no férricos y preciosos procedentes de la alimenta-
ción mineral, y un producto principal del procedimiento.

El procedimiento de lixiviación en contra-
corriente de la presente invención, tal como ha sido es-
5 queumatizado antes, conseguirá frecuentemente una extrac-
ción del hierro de los sólidos más completa que la que se
puede obtener por el procedimiento en corrientes parale-
las. Sin embargo, la separación líquido-sólido adicional
requerida por estos métodos puede ser difícil o costosa,
10 y frecuentemente se elegirá el procedimiento en corrien-
tes paralelas para evitar problemas de este tipo. Por tan-
to, la elección de los métodos de lixiviación se hará ge-
neralmente sobre la base de las propiedades de la alimen-
tación mineral.

15 El término "soluciones disponibles", tal
como se usa aquí y en las reivindicaciones, incluye cua-
lesquiera soluciones que puedan estar disponibles en la
instalación, o que puedan ser obtenidas económicamente
de una fuente exterior, que puedan ser introducidas en el
20 sistema de lixiviación para aumentar el contenido de sulfa-
to de hierro en los materiales de alimentación y/o agua
de suministro a la pasta de lixiviación, para los fines
antes expuestos. En general, pero no necesariamente, las
"soluciones disponibles" pueden ser una solución de sulfa-
25 to de hierro que generalmente sea considerada como mate-
rial de desecho, tal como agua de mina o líquidos de decan-
tado. Así, el procedimiento de la invención tiene la ven-
taja adicional de no solo ser capaz de consumir y utili-
zar materiales o soluciones de desecho, sino de ser capaz
de utilizar estas soluciones ventajosamente, efectuando

el procedimiento de la invención. Tal control de la contaminación causada por el líquido de decapado y las aguas de mina es una clara ventaja de esta invención, frente a los procedimientos existentes.

5 La solución de sulfato de hierro purificada, casi saturada, recuperada de los procedimientos de lixivación, ya sea en corrientes paralelas o en contracorriente, es cargada luego a una sección de primera etapa (enfriamiento) del sistema cristizador, como se muestra en la figura 3.

10 En la sección de primera etapa (enfriamiento) del sistema cristizador, la solución de alimentación, ahora esencialmente saturada de sulfato de hierro a de 60 a 70°C, es sometida a enfriamiento súbito hasta una temperatura menor que aproximadamente 50°C, y preferiblemente comprendida entre 25 y 35°C, para precipitar cristales de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Es ventajoso enfriar la solución a de 15 10 a 30°C, para obtener una precipitación eficaz. Como resultado del enfriamiento, una fracción del sulfato de hierro es precipitada en forma de cristales de gran pureza de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, o caparrosa comercial. Los cristales son 20 separados de las aguas madres sobre tamices u otro equipo usual, como producto principal de esta etapa del sistema de cristalización. Las aguas madres, ahora frías y parcialmente agotadas en cuanto a contenido de hierro, son 25 recirculadas al sistema de limpieza de gas y/o a las últimas etapas del sistema de lixivación en corrientes paralelas, o a las últimas etapas de los circuitos de lixivación neutra y/o ácida del sistema de lixivación en contracorriente, como disolvente de cristales de sulfato de 30

10.3.72.

hierro, absorbente de calor residual, o refrigerante de pastas o suspensiones de lixiviación, como se ha descrito anteriormente.

5 Los grandes cristales fríos de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ producidos sobre los tamices de la primera etapa de cristalización, como se ha discutido antes, son cargados a una solución saturada de sulfato de hierro en los recipientes de segunda etapa del sistema de cristalización. La solución es calentada con calor residual procedente de los gases generados en el sistema de lixiviación, como se ha descrito antes. La temperatura en esta etapa de cristalización es mantenida entre aproximadamente 56,5 y 64,2°C, intervalo de temperaturas en el que el hidrato estable de sulfato de hierro es el $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, como se indica en la figura 4. El sulfato de hierro es convertido de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en la alimentación en $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en el producto de este sistema de cristalización.

La existencia de sulfato de hierro como $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ como hidrato exacto ha sido puesta en duda por algunos científicos. Este sulfato de hierro hidratado origina probablemente como composición indefinida de una mezcla de diversos sulfatos de hierro hidratados, cuyo valor medio es aproximadamente $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. La fórmula $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ es usada aquí en este sentido.

25 La figura 3a muestra un ejemplo de equipo y un procedimiento para recuperar cristales de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y para convertirlo en $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Los cristales de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ son separados del líquido sobre tamices como los que se muestran en la figura 3a, haciendo que los cristales sean depositados por gravedad en el recipiente

7, que contiene una solución saturada de sulfato de hierro mantenida ventajosamente a una temperatura entre 56,5 y 64,8°C. Son convertidos gradualmente en la forma estable hidratada $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, y dado que estos cristales son más pesados que los cristales heptahidratados, caen al fondo del recipiente y pueden ser retirados por la tubería 2 y descargados al cristalizador de tercera etapa, que puede utilizar procedimiento y equipo similares a los antes descritos para el cristalizador de segunda etapa, con excepción del calentador de solución.

La solución saturada de sulfato de hierro es retirada de la parte superior del recipiente 1 por la tubería 3, al calentador 4, que puede ser un calentador de contacto directo pero que ventajosamente es un calentador de superficie, y es cargada al fondo del recipiente 1 por la tubería 5, como se muestra en el dibujo, mediante una bomba adecuada, para mantener la temperatura en el recipiente aproximadamente a de 65,5 a 64,8°C.

El agua generada en la anterior conversión de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ se acumula en forma de suministro en aumento de solución saturada, en la segunda etapa de este procedimiento de cristalización. Este exceso de solución puede ser recirculado al cristalizador de primera etapa (enfriamiento), o el exceso de agua puede ser evaporado en la segunda etapa del cristalizador, no produciendo exceso de solución.

En el procedimiento combinado de lixiviación y cristalización de la invención, el calor residual disponible del sistema de lixiviación será generalmente suficiente para tanto deshidratar el $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a

30
10.3.72.

$\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ como evaporar el exceso de agua del sistema. En consecuencia, la evaporación, antes que la recirculación, será el método preferido para eliminar del sistema el exceso de agua. Sin embargo, el método de recirculación será usado cuando hay defecto de calor residual.

Los cristales producto de la segunda etapa del sistema de cristalización ($\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) son separados de la solución, en equipo usual tal como tambores, y se vuelvo a formar pasta con ellos, en una solución saturada de sulfato de hierro a temperaturas mayores que 65°C , de la manera antes descrita para la conversión de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. La suspensión resultante es calentada a temperaturas superiores a 65°C , y ventajosamente en el intervalo de 75 a 90°C , en contacto directo con gases calientes que contienen vapor de agua. A temperaturas mayores que 65°C el sulfato de hierro hidratado estable es el $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, y el $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ de la suspensión de alimentación a esta sección del cristalizador es convertido en $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ en el cristalizador de tercera etapa. El $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, por ser más pesado, sedimenta al fondo y puede ser recuperado fácilmente como producto principal de la invención, de la misma manera que se recupera el $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. El calentador 5 de solución es un calentador de contacto directo en el que la solución es calentada en contacto directo con gases calientes. Cuando se calienta la solución de sulfato de hierro a una temperatura por encima de 65°C , se ha de usar un calentador de contacto directo, desde los puntos de vista práctico y económico. Los cristales nohidratados pueden ser escurridos luego en una centrífuga, por ejemplo, y ser recuperados.

30
10.3.72.

En el procedimiento combinado de la invención, la anterior suspensión de $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en una solución saturada de FeSO_4 es puesta en contacto con gases calientes generados en el procedimiento, y es calentada hasta temperaturas por encima de 65°C , con calor residual generado en la sección de lixiviación y/o en otras secciones del procedimiento. Además, el procedimiento combinado de la invención proporcionará generalmente el calor residual suficiente para evaporar toda el agua que es producida en la conversión de $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ para producir monohidrato ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) como producto principal del procedimiento combinado.

Ejemplo 1.- Lixiviación en corrientes paralelas

Este ejemplo utiliza un método de lixiviación en corrientes paralelas que puede ser efectuado incluyendo tanto la extracción selectiva de hierro como la concentración de metales no férricos, a partir de un calcinado mineral de sulfuro que contiene pirita como componente principal y minerales de sulfuro de cinc, plomo y cobre como componentes secundarios.

El concentrado original de minerales de sulfuro es tostado para eliminar una fracción del contenido de azufre, y para hacer al sulfuro de hierro residual reactivo con ácido sulfúrico, para generar H_2S gaseoso y sulfato de hierro. La riqueza y composición de la alimentación de calcinado a esta lixiviación es aproximadamente como sigue:

10.3.72.

	<u>Componente</u>	<u>\$ en peso</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles-atomo</u>
	Po	49,40	494,0	3,850
	S	27,70	277,0	3,650
	Cu	0,68	6,8	0,107
5	Pb	1,74	17,4	0,057
	Zn	3,10	31,0	0,474
	Otros	<u>17,58</u>	<u>175,8</u>	—
	Total	<u>100,00</u>	<u>1000,0</u>	

10 Se mezclan aproximadamente 850 g del calcinado anterior con aproximadamente 500 g de solución de lavado, para producir una pasta de alta densidad en equipo de lixiviación en recipiente cerrado que simula la primera etapa del procedimiento de lixiviación selectiva en corrientes paralelas de la invención. Se mezcla toda

15 la carga, aproximadamente 760 g, de ácido sulfúrico concentrado, y se deja reaccionar con la anterior suspensión durante un período de 1 hora. Durante la totalidad del período de las reacciones de lixiviación, se inyectan corrientes de soluciones de lavado adicionales y de H_2S gaseoso,

20 para controlar tanto la densidad como la circulación de la pasta dentro del recipiente de lixiviación.

La temperatura de la pasta durante la primera etapa de lixiviación a alta densidad, antes descrita, puede hacerse variar entre 95 y 105°C, y la composición

25 de la suspensión de producto a 95°C es aproximadamente como sigue:

Componente	<u>\$ en peso</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles-gramo</u>
Sólidos sin reaccionar		285	--
Cristales ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)		<u>935</u>	5,5
Total sólidos	35,0	1120	
5 FeSO_4 soluble		520	3,4
H_2SO_4		110	1,1
H_2O		<u>1620</u>	90,0
Total líquidos	<u>65,0</u>	<u>2250</u>	
Total suspensión	<u>100,0</u>	<u>3370</u>	

- 10 La anterior suspensión es diluida y enfriada hasta aproximadamente 80°C con solución de lavado adicional, y se mezcla con la suspensión diluida una fracción adicional de 100 g de la alimentación de mineral calcinado, en la segunda etapa del procedimiento de lixiviación en corrientes paralelas de la invención.
- 15

La nueva suspensión es agitada por una corriente de H_2S gaseoso inyectada en el fondo del recipiente de lixiviación, y se la deja reaccionar durante aproximadamente 1 hora a una temperatura de 80 a 85°C. La composición de la suspensión que ha reaccionado, procedente de la segunda etapa de la lixiviación, es aproximadamente como sigue:

10.3.72.

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles-atomo</u>
Sólidos sin reaccionar		305	—
Cristales ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)		750	4,4
Total sólidos	27,2	1055	
5 FeSO_4 soluble		340	5,5
H_2SO_4		10,0	0,1
H_2S		1980	110,0
Total líquido	72,8	2330	
Total suspensión	100,0	3385	

10 La anterior suspensión producto de la segunda etapa es diluida y enfriada hasta aproximadamente 65°C con una solución de FeSO_4 procedente de la recirculación de la etapa de enfriamiento del procedimiento de cristalización de la invención. La fracción restante, de

15 50 g, de la alimentación mineral calcinada es mezclada con esta suspensión diluida, en la tercera etapa del procedimiento de lixiviación en corrientes paralelas de la invención. Esta nueva suspensión es agitada por una corriente de H_2S gaseoso inyectada por el fondo del recipiente de

20 lixiviación, y se la deja reaccionar durante aproximadamente 1 hora a una temperatura de 60 a 65°C. Al final de esta lixiviación, el pH de la solución es de aproximadamente 1,8, y la composición de la suspensión es aproximadamente como sigue:

	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles-gramo</u>
	Sólidos sin reaccionar		320	
	Cristales		<u>traza</u>	
	Total sólidos	3,7	320	
5	FeSO ₄ del calcinado		1180	7,78
	FeSO ₄ de recirculaciones		<u>1560</u>	<u>10,22</u>
	Total FeSO ₄		2740	19,00
	Zn en solución	trazas ^o	trazas ^o	trazas ^o
	H ₂ O		<u>5660</u>	314,0
10	Total solución	<u>96,3</u>	<u>8400</u>	
	Total suspensión	<u>100,0</u>	<u>8720</u>	
	<u>Peso de Fe soluble</u>	<u>+ 3600</u>		
	<u>Peso de Zn soluble</u>	<u>—</u>		

15 La suspensión anterior es filtrada a aproximadamente 60°C, el residuo es lavado con agua, y tanto el residuo como el filtrado son acumulados como productos del procedimiento de lixiviación en corrientes paralelas de la invención. La composición del residuo lavado es aproximadamente como sigue:

	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles-gramo</u>
20	Fe	18,7	60,0	1,070
	S	17,2	55,0	1,703
	Cu	2,1	6,8	0,107
	Pb	5,4	17,4	0,084
25	Zn	9,7	31,0	0,474
	Resto	<u>46,9</u>	<u>149,8</u>	—
	Total	<u>100,0</u>	<u>320,0</u>	
	<u>Composición mineral muestra</u>			
	FeS	29,4	94,2	1,070
30	CuS	3,2	10,2	0,107

10.3.72.

PbS	6,3	20,2	0,00%
ZnS	44,5	46,3	0,47%
Insolubles	<u>46,6</u>	<u>149,1</u>	
Total	<u>100,0</u>	<u>320,0</u>	

5

Ejemplo 2 - Concentración de componentes de sulfuro de residuo

Con el residuo de sulfuro del ejemplo 1 se vuelve a formar una pasta con agua, y la suspensión resultante es tratada por flotación de espuma para separar los componentes silíceos, para despreciarlos como desecho, y recuperar los componentes valiosos en un concentrado de flotación de sulfuro. La composición de los productos del procedimiento es aproximadamente la siguiente:
Composición de concentrado:

10

15

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles-gramo</u>
Pb	33,0	56,0	1,00
S	30,6	52,0	1,62
Cu	3,7	6,3	0,10
Pb	8,5	14,5	0,07
Zn	17,3	29,4	0,45
Insolubles	<u>6,9</u>	<u>11,8</u>	—
Total	<u>100,0</u>	<u>170,0</u>	

20

Composición aproximada de los residuos:

25

<u>Composición</u>	<u>% en peso</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles-gramo</u>
Pb	2,5	3,4	0,06
S	1,9	2,6	0,08
Cu	0,4	0,6	0,01
Pb	1,4	2,0	0,01
Zn	1,0	1,3	0,02
Insolubles	<u>92,8</u>	<u>127,1</u>	

30

10.3.72.

Total 100.0 137.0
 Cubierto el $\frac{307.0}{320.0} = 96\%$ en peso

5 Ejemplo 3 - Cristalización y deshidratación de FeSO₄

La solución de lixiviación purificada del ejemplo 1, de la que se dispone a aproximadamente 60°C, es enfriada hasta aproximadamente 30°C por evaporación (cúbica) de agua a presión reducida, en la etapa de enfriamiento del procedimiento de cristalización y deshidratación de la invención. Como resultado de tanto la eva-
 10 poración de agua de la solución como la solubilidad reducida del FeSO₄ a la menor temperatura, precipitan cristales de FeSO₄·7H₂O (caparrosa) y se obtiene una suspensión de la siguiente composición aproximada, a 30°C:

Componente	% en peso	Gramos	Holes-cromo
Cristales (FeSO ₄ ·7H ₂ O)	31,2	2500	9,0
FeSO ₄ soluble	—	1360	9,0
H ₂ O	—	<u>4170</u>	226,0
20 Total solución	<u>68,8</u>	<u>5530</u>	
Total suspensión	<u>100,0</u>	<u>8030</u>	
Cristales del calcinado	77,2	1930	7,8
Cristales de soluciones aportadas	<u>22,8</u>	<u>570</u>	<u>1,22</u>
25 Total cristales (anterior)	<u>100,0</u>	<u>2500</u>	<u>9,00</u>

La suspensión anterior es tratada sobre tamices a 30°C, para separar los cristales, y la solución es acumulada para recircularla a la tercera etapa del procedimiento de lixiviación de la invención, como se describe en el ejemplo 1. Con los cristales fríos de FeSO₄·7H₂O

30
10.3.72.

5 se vuelve a formar una pasta, en una solución que está esencialmente saturada de FeSO_4 a $\pm 60^\circ\text{C}$, y esta solución es calentada hasta aproximadamente 60°C por transferencia de calor a través de las paredes del equipo en la segunda etapa del procedimiento de cristalización. Como resultado de la mayor temperatura, los cristales de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ son convertidos en cristales de $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, en una suspensión de la siguiente composición aproximada, a de 60 a 65°C :

	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>	<u>Gramos</u>	<u>Holes-cromo</u>
10	Cristales ($\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)	25,8	2080	9,0
	Soluble (FeSO_4)		2050	13,5
	H_2O		<u>3950</u>	
	Total solución*	<u>74,2</u>	<u>6000</u>	
	Total suspensión	<u>100,0</u>	<u>8000</u>	

15 *Esta solución es mantenida a volumen constante por evaporación (a presión reducida) de agua en cantidades equivalentes a la producción de agua en la conversión de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ por los métodos preferidos del procedimiento de la invención.

20 La anterior suspensión producto de la segunda etapa del presente procedimiento de cristalización es sometida a un método usual de separación líquido-sólido, a 60°C , y la solución es recirculada al método de nueva formación de pasta de la segunda etapa del procedimiento.

25 Los cristales de $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, a aproximadamente 60°C , son llevados de nuevo a pasta en una solución recirculada de la tercera etapa del procedimiento y saturada de FeSO_4 a aproximadamente 80°C , y la suspensión resultante es puesta en contacto con gases calientes que contienen vapor de agua en la tercera etapa del procedimiento de cris

talización de la invención. Como resultado de la anterior
 puesta en contacto, la suspensión es calentada hasta aprox-
 imadamente 30°C, los cristales de $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ son conver-
 tidos en cristales de $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, y se evapora agua de la
 5 suspensión, en cantidad equivalente a la producción de
 agua en la conversión de $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ a $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. La com-
 posición de la suspensión producto de la tercera etapa de
 este procedimiento de cristalización, a la temperatura de
 aproximadamente 30°C, es aproximadamente como sigue:

Componente	% en peso	Gramos	Moles-gramo
Cristales ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	24,2	1570	9,0
FeSO_4 soluble		1550	10,2
H_2O		<u>3250</u>	
Total solución	<u>25,8</u>	<u>4370</u>	
15 Total suspensión	<u>100,0</u>	<u>6370</u>	

La anterior suspensión producto de la ter-
 cera etapa de este procedimiento de cristalización es so-
 metida a un método usual de separación líquido-sólido, y
 la solución es recirculada al método de nueva formación
 20 de pasta de esta etapa del procedimiento.

Los cristales monohidratados ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)
 producto de esta etapa del procedimiento son acumulados
 como producto principal del procedimiento de cristaliza-
 ción y deshidratación de la invención.

25 Ejemplo 4 - Lixiviación en contracorriente

Este ejemplo utiliza los métodos de lixi-
 viación en contracorriente de la invención que pueden ser
 efectuados para ilustrar tanto la extracción selectiva de
 hierro como la concentración de metales no férricos, a par-
 tir de un concentrado de mineral de sulfuro que contiene

30
 10.3.72.

pirrotita natural como componente principal, y minerales
 de sulfuro de níquel, cobalto y cobre como componentes se-
 cundarios del peso. El contenido de sulfuro de hierro de
 esta alimentación era reactivo con ácido sulfúrico, gene-
 5 rando H_2S gaseoso y sulfato de hierro. La composición y
 el contenido de esta alimentación eran aproximadamente
 como sigue:

	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles-gramo</u>
	Fe	48,16	481,6	8,600
10	S	28,61	286,1	8,950
	Cu	0,64	6,4	0,100
	Ni	1,38	13,8	0,235
	Co	0,14	1,4	0,025
	Otros	<u>21,02</u>	<u>210,7</u>	--
15	Total	100,00	1000,0	

La totalidad de la carga (1000 g) del ante-
 rior mineral fue mezclada con una solución de recircula-
 ción (procedente de la etapa de lixiviación ácida del
 procedimiento), para producir una pasta de alta densidad
 20 en el equipo de lixiviación de recipiente cerrado de la
 primera etapa del procedimiento de lixiviación selectiva
 en contracorriente de la presente invención. Aproximada-
 mente 370 g, o aproximadamente la mitad de la carga total
 de ácido sulfúrico concentrado, son mezclados con la sus-
 25 pensión anterior, y se dejan reaccionar durante un perio-
 do de aproximadamente 1 hora. Durante todo el período de
 las reacciones de lixiviación se inyectan unas corrientes
 de solución de lavado diluida y de H_2S gaseoso, para con-
 trolar la densidad de la pasta y el grado de agitación
 30 dentro del recipiente, respectivamente.

10.3.72.

La temperatura de la pasta durante la primera etapa (alta densidad) de lixiviación neutra antes descrita es de 80 a 95°C, y la composición de la suspensión producida, a aproximadamente 80°C, es como sigue:

5	<u>Composición</u>	<u>% en peso</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles-cromo</u>
	Sólidos sin reaccionar		500	—
	Cristales ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)		<u>940</u>	5,5
	Total sólidos	37,0	1440	
	FeSO_4 soluble		610	4,0
10	H_2SO_4		50	0,5
	H_2O		1800	100,0
	Total solución	<u>63,0</u>	<u>2460</u>	
	Total suspensión	<u>100,0</u>	<u>3900</u>	

La suspensión anterior es diluida y enfriada hasta aproximadamente de 60 a 65°C, por mezcla con una solución fría procedente de la etapa primera (enfriamiento) del sistema de cristalización, en la etapa segunda (baja densidad, neutra) de lixiviación del procedimiento de lixiviación en contracorriente de la presente invención. La pasta sin diluir es puesta en contacto y circulada en el recipiente de lixiviación durante aproximadamente 1 hora, por inyección de H_2S gaseoso por el fondo del recipiente. Al final de este período de lixiviación, el pH de la solución es aproximadamente 1,9, y la composición de la suspensión a aproximadamente 60°C es aproximadamente como sigue:

10.3.72.

	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>	<u>Gramos</u>	<u>Holes-cromo</u>
	Sólidos sin reaccionar		460	—
	Cristales ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)		nada	
	Total sólidos	4,1	460	
5	FeSO_4 soluble		3500	25
	NI soluble		nada	—
	H_2SO_4		nada	—
	H_2O		<u>7200</u>	400
	Total solución	<u>95,9</u>	<u>10.700</u>	
10	Total suspensión	100,0	11.160	

La suspensión anterior es sometida a una separación líquido-sólido usual, y la solución purificada es acumulada como líquido de alimentación a la etapa primera (enfriamiento) del cristalizador, y como producto principal del procedimiento de lixiviación en contracorriente de la presente invención.

Con los sólidos de la anterior suspensión se vuelve a formar una pasta en una solución diluida (lavado), se mezcla con la fracción restante del ácido sulfúrico (aproximadamente 360 g) y se deja reaccionar durante aproximadamente 1 hora. Durante todo el período de esta lixiviación, se inyectan corrientes de solución diluida (lavado) y de vapor de agua de procedimiento, en el recipiente de lixiviación, y son moduladas para controlar la densidad y la circulación de la bomba dentro del recipiente, respectivamente.

La temperatura de la pasta durante la lixiviación ácida antes descrita es de 95 a 105°C, y la composición de la suspensión producida, a 95°C, es aproximadamente como sigue:

30
10.3.72.

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>	<u>Gramos</u>	<u>Moles-gramo</u>
Sólidos sin reaccionar		365	---
Cristales ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)		<u>nada</u>	---
Total sólidos	48,4	365	
5 FeSO_4 soluble		340	2,2
H_2SO_4		195	2,0
H_2O		<u>1030</u>	60,0
Total líquido	<u>91,6</u>	<u>1615</u>	
Total suspensión	<u>100,0</u>	<u>1980</u>	

10 La suspensión anterior es enfriada y sometida a una separación líquido-sólido usual, y la solución es recirculada a la primera etapa (neutra) de lixiviación del procedimiento. Los sólidos, ahora concentrados en cuanto al contenido de níquel, cobre y cobalto, son lavados con agua y acumulados como producto principal del procedimiento de lixiviación en contracorriente de la invención.

15

20 La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 13 de Abril de 1971, bajo el Nº 133.553, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Pa

24
10.3.72.

tente de Invención en España, por VEINTIS años, son los siguientes:

1.- Procedimiento de lixiviación selectiva en etapas múltiples para extraer hierro reactivo con ácido, a partir de alimentación de mineral de sulfuro de hierro, y para producir una solución de sulfato de hierro de gran pureza, que comprende: (a) poner en contacto la alimentación de mineral de sulfuro de hierro, en un equipo de lixiviación de recipiente cerrado, con ácido sulfúrico en el que el contenido de ácido está en defecto respecto al hierro soluble en ácido de la alimentación mineral en base estequiométrica, a concentraciones y temperatura suficientes para iniciar y producir una gran velocidad de reacción entre el ácido y el hierro soluble en ácido de los sólidos minerales, y para generar sulfato de hierro, calor de procedimiento y H_2S gaseoso; (b) diluir simultáneamente la anterior suspensión con agua y/o soluciones acuosas que contengan sulfato de hierro y/o ácido sulfúrico, en cantidades suficientes para mantener en la primera etapa de la lixiviación una suspensión de alta densidad, a una viscosidad tal que permita la circulación de la suspensión en el equipo mediante una corriente de gas inyectado; (c) continuar la reacción de los sólidos con ácido de la solución, para producir en la primera etapa de la lixiviación una suspensión de alta densidad que contenga sólidos residuales de la alimentación mineral, en una solución que está esencialmente saturada de sulfato de hierro y que contiene cristales de sulfato de hierro, y un gas que contiene H_2S y vapor de agua; (d) mezclar la suspensión anterior con soluciones que sean capa-

30
10.3.72.

ces de disolver todos los cristales de sulfato de hierro, para disolver los cristales de sulfato de hierro y provocar la reacción del ácido y de las impurezas que quedan en la solución, con hierro soluble en ácido, procedente de la alimentación mineral, y con H_2S procedente del gas, respectivamente, para completar la lixiviación en una segunda etapa de lixiviación y para producir una suspensión de producto, de baja densidad, que contiene un residuo en el que el contenido de hierro soluble en ácido, de la alimentación mineral, excede al contenido de ácido de la solución, en base estequiométrica, y una solución purificada que está esencialmente saturada de sulfato de hierro, a temperaturas de 30 a 50°C y preferiblemente a o cerca de 65°C, y un gas que contiene H_2S y vapor de agua; (e) separar la solución de los sólidos, a temperaturas de 30 a 50°C, y preferiblemente a o cerca de 65°C; y (f) recoger el H_2S gaseoso procedente de los recipientes de lixiviación, el residuo, y la solución purificada, como productos del procedimiento de lixiviación.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, donde la alimentación mineral a la primera etapa, de alta densidad, de la lixiviación contiene hierro soluble en ácido, en cantidades en defecto respecto al contenido de ácido de la solución, en base estequiométrica, y se carga alimentación mineral adicional a la última etapa, de baja densidad, de la lixiviación, en cantidades que son capaces de neutralizar el exceso de ácido, precipitar de la solución las impurezas indeseables y proporcionar hierro soluble en ácido en el residuo de la última etapa de la lixiviación.

30
10.3.72.

3.- Procedimiento según la reivindicación

1, donde el residuo del procedimiento es puesto en contacto con una solución de ácido en la que el contenido de ácido excede al contenido de hierro soluble en ácido de los sólidos, en base estequiométrica, se hace reaccionar la pasta resultante hasta que se extrae de los sólidos el hierro soluble en ácido, la solución ácida es separada de los sólidos y recirculada a la primera etapa de la lixiviación, y los sólidos son acumulados como producto del procedimiento de lixiviación.

4.- Procedimiento según la reivindicación

1, donde la suspensión de alta densidad de la primera etapa de lixiviación es puesta en contacto con vapor de agua del procedimiento, el vapor de agua es modulado en cantidad, para reducir la presión parcial de H_2S en los recipientes de lixiviación, y el gas combinado es separado de la suspensión y es recogido como producto del procedimiento de lixiviación.

5.- Procedimiento según la reivindicación

1, donde la suspensión de baja densidad de la última etapa de lixiviación es puesta en contacto con H_2S gaseoso, el gas es modulado en cantidad para aumentar la presión parcial de H_2S en los recipientes de lixiviación y para asegurar la precipitación de todas las impurezas indeseables de la solución de lixiviación, y el gas combinado es separado de la suspensión y es recogido como producto del procedimiento de lixiviación.

6.- Procedimiento según la reivindicación

1, donde se añade a la primera etapa de lixiviación agua o vapor de agua en cantidades suficientes para mantener

la suspensión a una viscosidad justamente suficiente para permitir la circulación de la suspensión en el equipo.

5 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, donde la concentración de ácido es mayor que 40% de H_2CO_4 , y la temperatura es mayor que 80°C.

10 8.- Procedimiento de lixiviación selectiva en etapas múltiples para extraer hierro reactivo con ácido, a partir de alimentación de mineral de sulfuro de hierro.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

15 Esta Memoria consta de cincuenta y tres hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

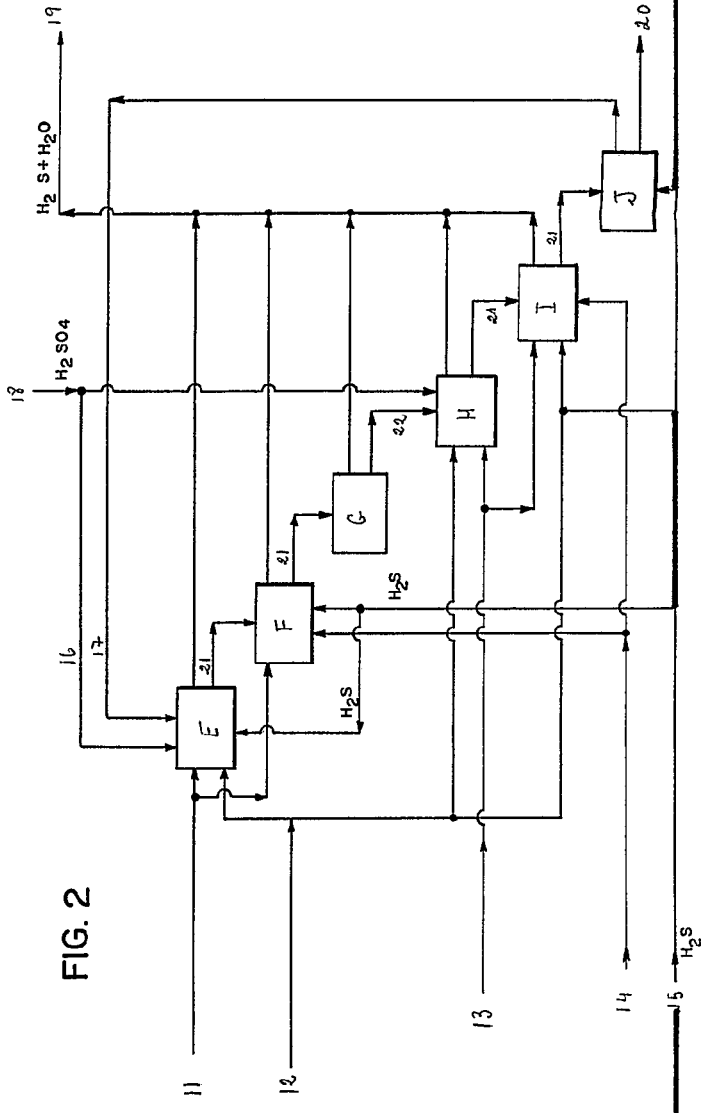
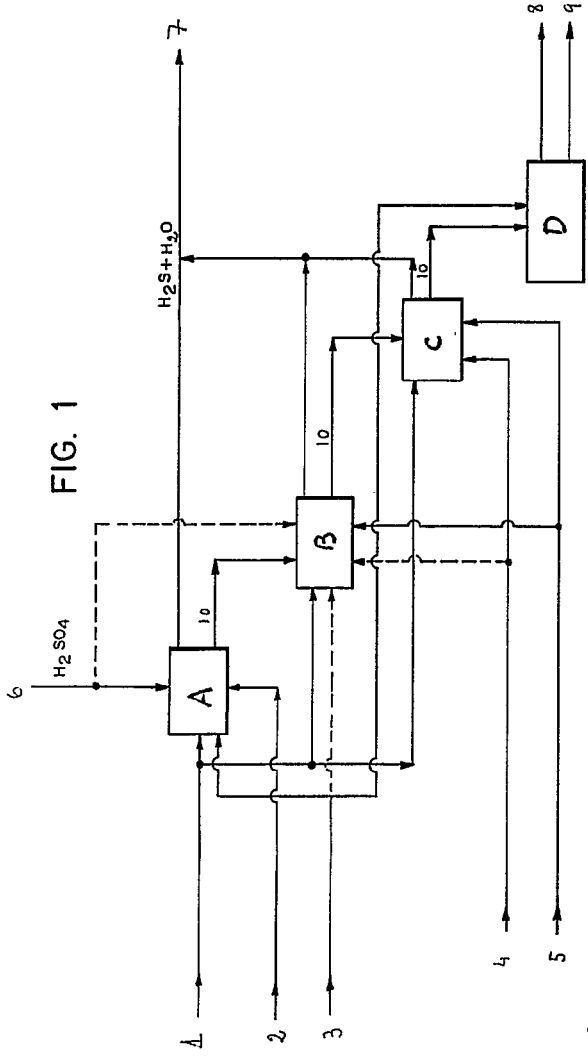
P.A.

31 JUL. 1974

Alberto de Elizaburu
Per Fournier

26-7-74
jui

50238



Albert J. H. ...
Res. Rocks, ...

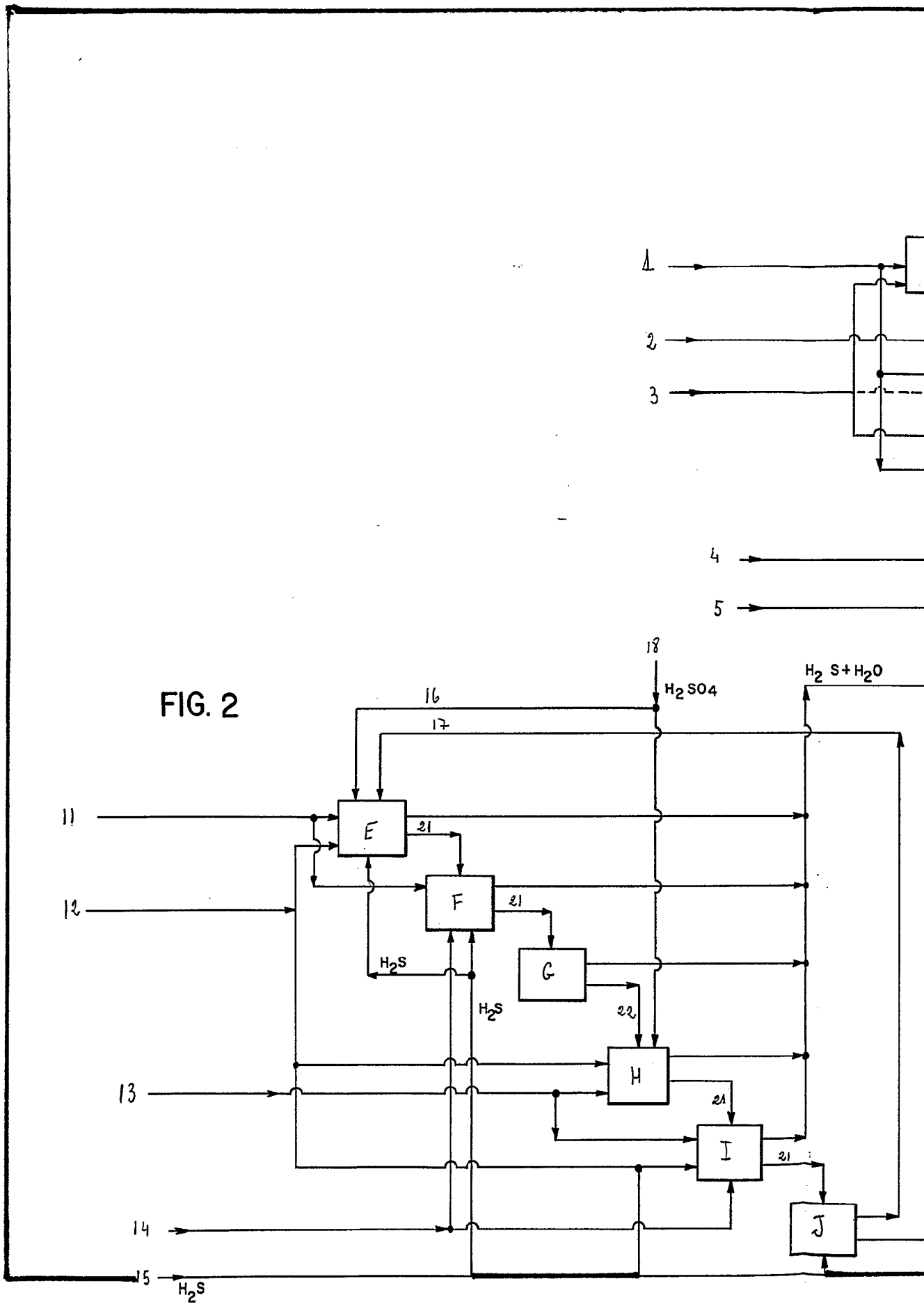
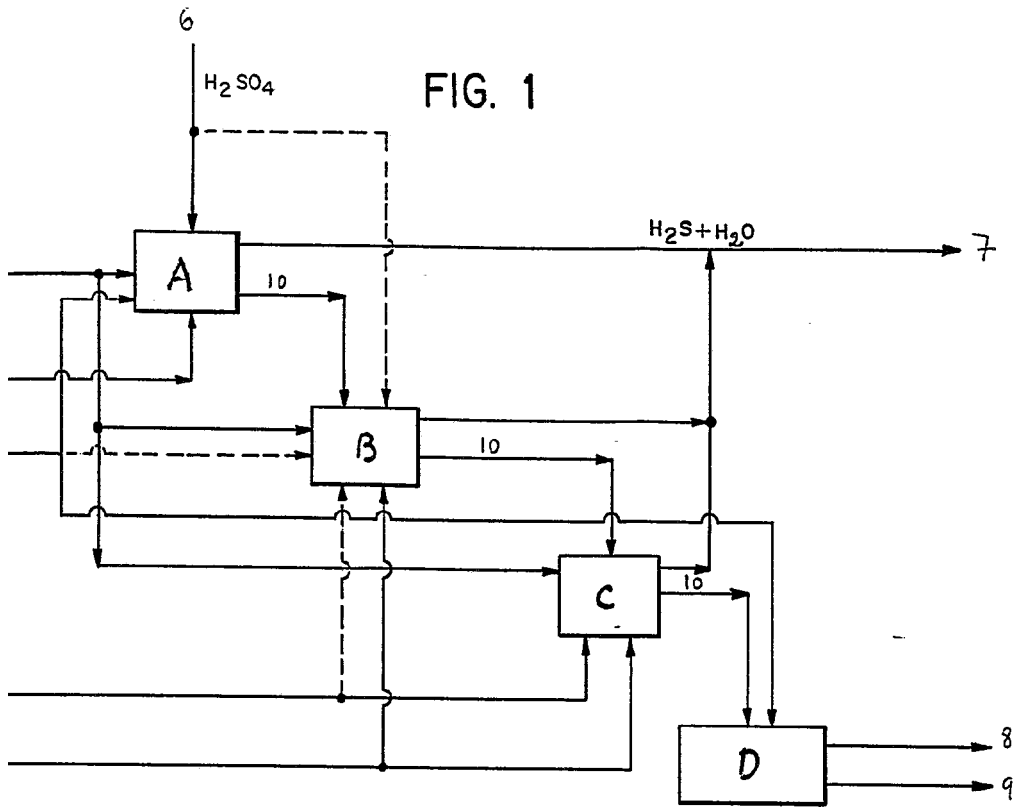
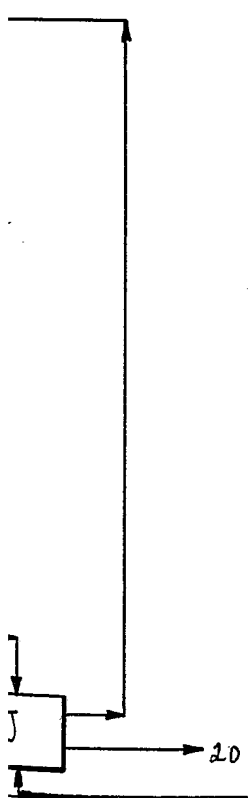


FIG. 1



$S+H_2O$ → 19



Alberto de Izaburu
For Podar

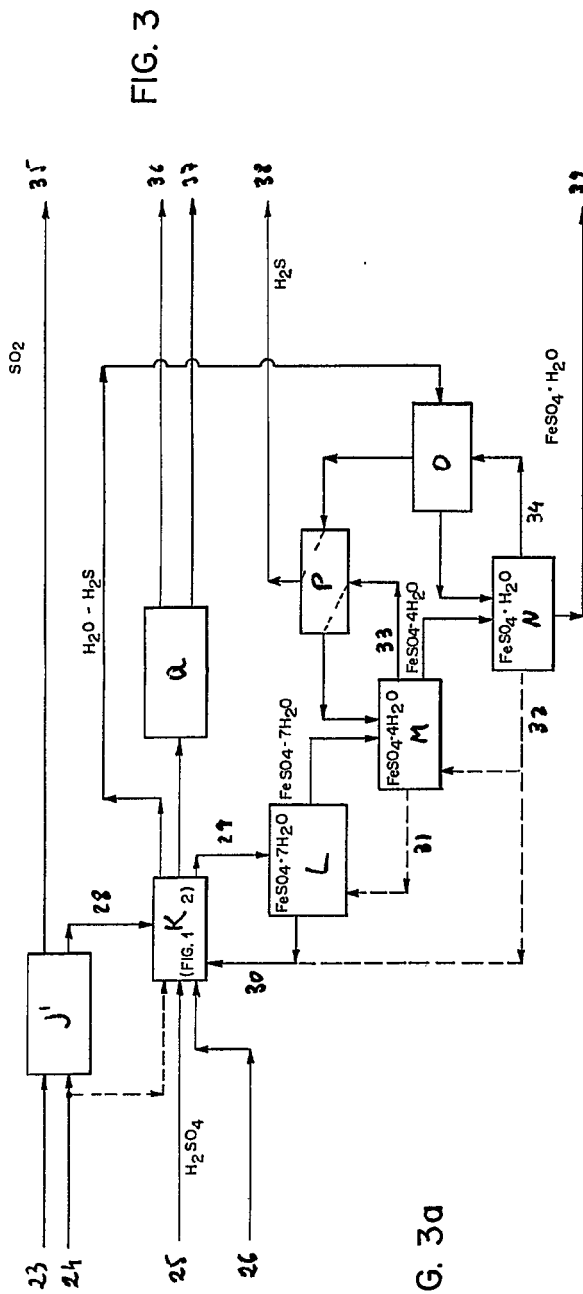


FIG. 3a

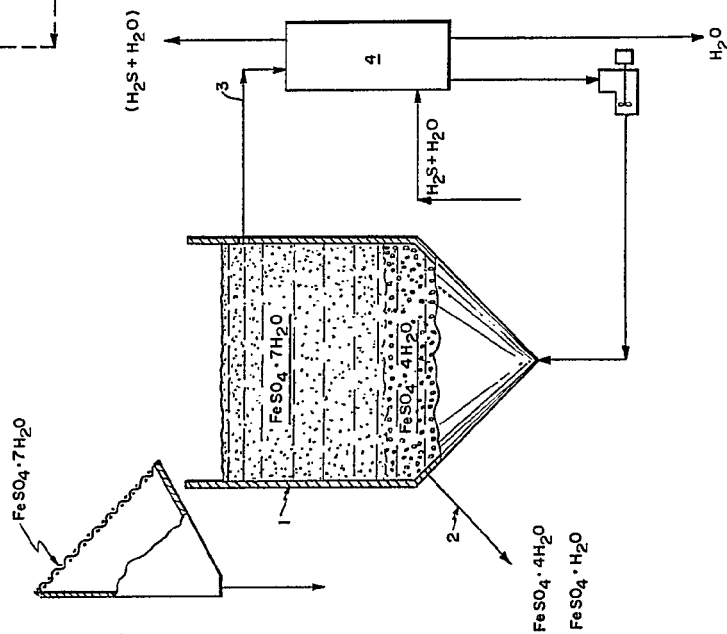


FIG. 4

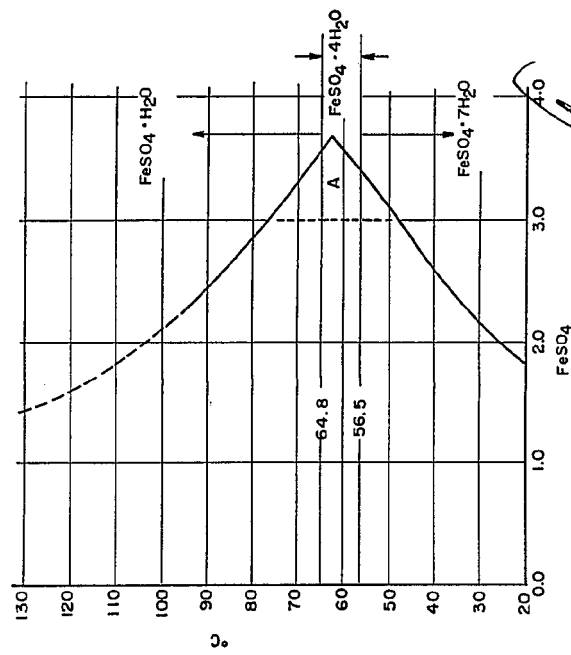
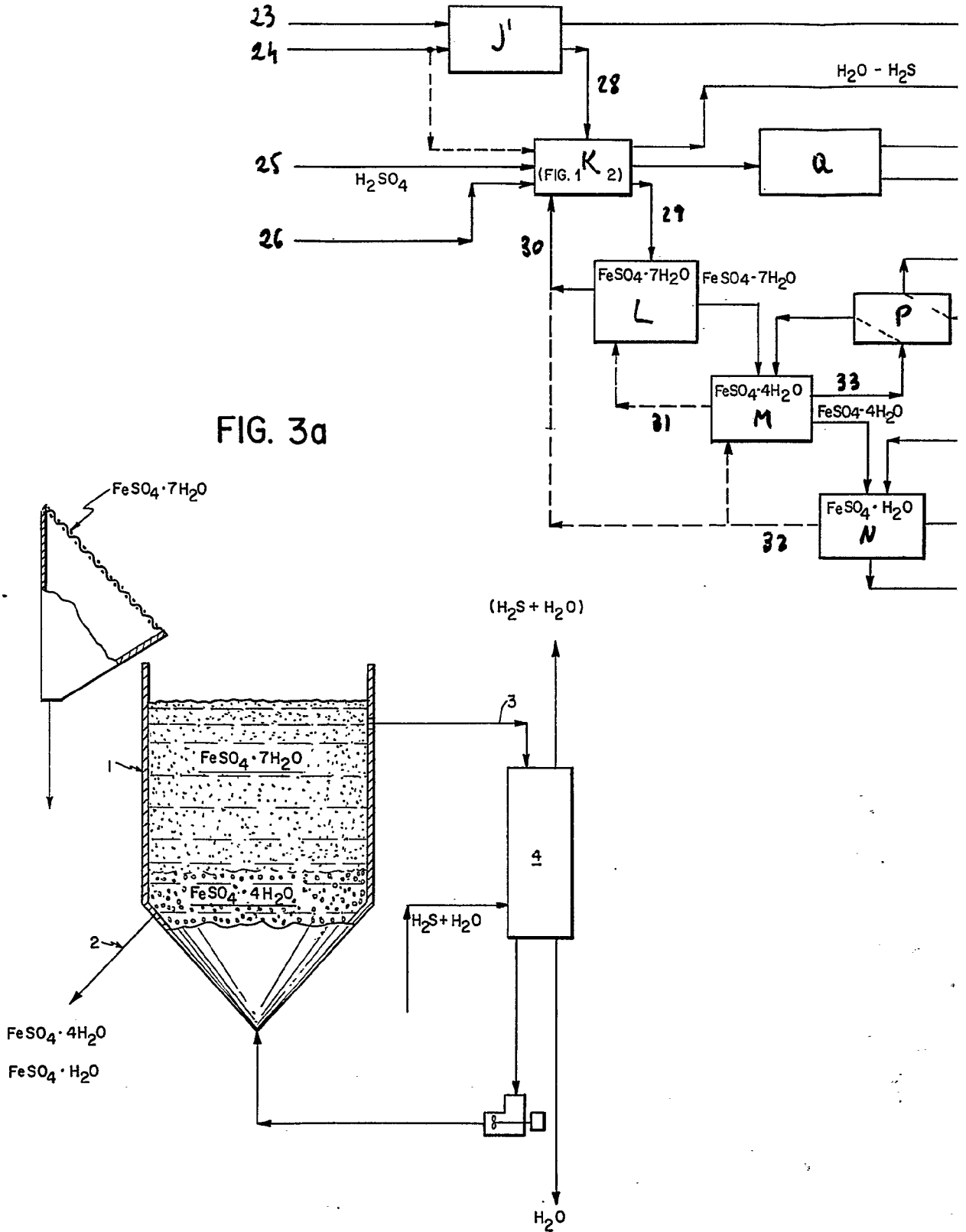


FIG. 3a



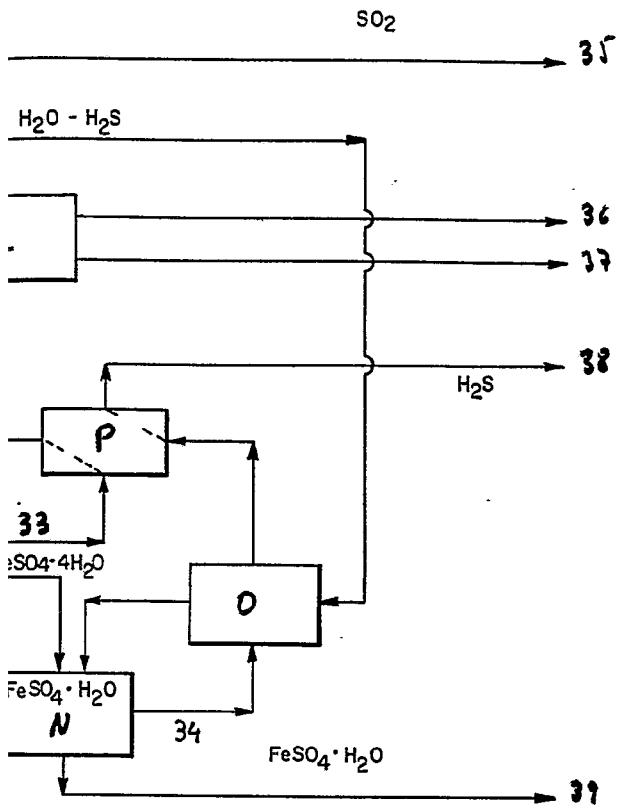


FIG. 3

FIG. 4

