

410667

16 JUN 1975



P.- 52.917

410667

FC-22-9-75

Cl. CL: C22B

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de MINERALS PROCESSING COMPANY, INC.

entidad norteamericana

establecida en Bldg. 327 South Complex, Snohomish
County Airport, Everett, Washington
98204, Estados Unidos de América.

por: "UN METODO DE RECUPERAR UNA O MAS MENAS METALICAS
DE UN MINERAL DEL METAL O METALES QUE CONTIENE
HIERRO Y SULFURO"

(Clase Internacional C22b)

14.6.75

410667

16 ENE 1973



OBJETOS DEL INVENTO

5 El invento concierne a la recuperación hidrometalúrgica de una o más menas metálicas del grupo que consiste en cobre, plata y níquel, a partir de un mineral de polisulfuro del metal o metales; y, en particular, a la recuperación de la mena o menas metálicas mediante un proceso de lixiviación con ácido nítrico efectuado dentro de ciertos plazos y en ciertas condiciones tal como se describirá en lo que sigue.

10 Un objeto del invento es el de crear un procedimiento de esta naturaleza en que el ácido sea utilizado en concentraciones y cantidades tales que tenga una capacidad de lixiviación no preferente total, pero todavía el líquido de lixiviación o la solución que se produzca pueda ser con facilidad expurgado de azufre. Otro objeto es el de crear un procedimiento de esta naturaleza en que se deje al ácido efectuar una lixiviación no preferente total de la mena o menas metálicas en el mineral, incluyendo otras diferentes de las arriba mencionadas, y además el azufre presente en la solución adopte un estado en el cual pueda ser separado con relativa facilidad de las fases soluble en ácido e insoluble en ácido y de la fase gaseosa de la solución. Otro objeto más es el de crear un procedimiento de esta naturaleza en el que la reacción de lixiviación se

9.1.73

410667

16 ENE 1973



efectúe dentro de plazos y en condiciones en las cuales se
forme azufre elemental como una tercera fase líquida distin-
ta que pueda ser separada con facilidad de las fases solu-
ble en ácido e insoluble en ácido. Todavía otro objeto más
5 es el de crear un procedimiento de esta naturaleza en el
que se efectúe una lixiviación total y la fase de azufre
líquida sea separable con facilidad de las dos fases áci-
das, y además al mismo tiempo la fase gaseosa contenga óxi-
dos de nitrógeno que sean oxidables con facilidad para for-
10 mar los óxidos superiores de nitrógeno, de modo exterior
con relación a la operación de lixiviación, con fines de
regenerar el ácido, sustancialmente en una proporción de
uno a uno, por técnicas convencionales. Todavía otro obje-
to es el de crear un procedimiento de esta naturaleza en
15 el que la operación de lixiviación se pueda llevar a cabo
por cargas repetidas de la solución, cada una de las cuales
produzca una fase soluble en ácido que contenga las menas
metálicas en concentración suficiente para hacer a la fase
susceptible de ser sometida a técnicas de precipitación
20 preferente convencionales, tales como el proceso de preci-
pitación preferente con hidrógeno en autoclave. Todavía otro
objeto más es el de crear un procedimiento de esta natura-
leza en que la reacción de lixiviación total se efectúe den-
tro de un breve tiempo, tan corto como alrededor de 30 mi-
25 nutos; se efectúe en condiciones libres de contaminación,

9.1.73

410667



5 dado que no haya exceso de ácido que evacuar; se efectúe en un sistema esencialmente cerrado; y en un sistema, cuyos subproductos puedan ser vendidos con facilidad en el comercio como productos químicos agrícolas e industriales, como materiales para carreteras, o como cualquier otro producto comercialmente aprovechable. Todavía otro objeto es el de crear un procedimiento de esta naturaleza en el cual, si se desea, pueda recuperarse sin ninguna dificultad la totalidad de las menas existentes en el mineral y la pureza del producto se aproxime a 99,95%, todo ello a pesar del hecho de que el costo global por unidad sea en el momento presente tan bajo como de 8 centavos de dólar (aproximadamente 5,20 ptas.) por kg o menor. Otros objetos incluyen la creación de un procedimiento de esta naturaleza en que todos los reaccionantes sean fácilmente asequibles y/o regenerables; el mineral no necesite ser concentrado de ante mano; el proceso de lixiviación se pueda realizar en presencia de una atmósfera gaseosa tan barata como el propio aire; no haya necesidad de una costosa separación de mineral; ni tampoco ninguna necesidad de subsiguientes procesos pirometalúrgicos, electrometalúrgicos, o electroquímicos, mediante los cuales se hayan de recuperar la mena o menas desde el líquido de lixiviación; ni haya tampoco ninguna necesidad de costosos equipos de almacenamiento y de evacuación; ni tampoco de materiales estructurales costosos

10

15

20

25

9.1.73

410667



en los componentes del sistema; ni tampoco la necesidad de parámetros de funcionamiento excesivamente elevados o severos, tales como presiones y temperaturas; y en que, además, el sistema sea susceptible de ser sujeto a normas y sea adaptable a la agrupación de varias unidades del sistema dentro de un pequeño espacio o de una pequeña superficie.

El invento.

Estos objetos y ventajas se logran mediante un procedimiento del presente invento en que una o más menas metálicas del grupo que consiste en cobre, plata y níquel, son recuperadas a partir de un mineral de polisulfuro del metal o metales, formando una solución ácida acuosa de lixiviación del mineral y al menos una cantidad estequiométrica de ácido nítrico con una concentración de alrededor de 30 a 50% en volumen, en un recipiente presionizado por encima de la presión atmosférica con un gas relativamente inerte; y calentando la solución a una temperatura a la cual el azufre de la solución funde pero no reacciona con el ácido. Después de que la solución ha experimentado el requerido grado de lixiviación, sobre una base no preferente, el azufre es cristalizado, y el azufre y la fase insoluble en ácido son separadas relativamente de la fase soluble en ácido de la solución, dejando la última fase en una concentración que es susceptible con facilidad, si así se desea, de

410667



10 ENE. 1973

precipitación preferente de la mena o menas metálicas des
de la misma.

5 El azufre puede ser cristalizado y separado, por
ejemplo, mediante enfriamiento y disminución de la presión
de la solución en un depósito de evaporación súbita, para
precipitar el azufre, y luego mediante filtración de la so
lución para eliminar el azufre desde ella. Similarmente,
las fases insoluble en ácido y soluble en ácido pueden ser
separadas entre sí mediante centrifugación o filtración de
10 la solución libre de azufre, con el fin de eliminar la fase
insoluble desde la fase soluble.

Mientras tanto que la solución de lixiviación es
mantenida a la temperatura antes mencionada en el recipien-
te, por ejemplo a una temperatura de alrededor de 115 a
15 125°C, el azufre que se desprende de las menas adoptará
un estado fundido, y flotará a la superficie de la solu-
ción de lixiviación como un líquido sobrenadante. Enton-
ces, cuando la solución es evaporada súbitamente a la tempe-
ratura de cristalización del azufre, tal como alrededor de
20 100°C o menos, el azufre fundido se aglomerará o solidifi-
cará, y formará glóbulos esféricos de azufre elemental que
precipitan con facilidad en el depósito de evaporación sú-
bita, y son retirados en forma de azufre elemental esencial
mente al 97% o en mayor concentración. Por otro lado, si
25 la temperatura de la solución desciende por debajo de alre-

16 ENE 1973

dedor de 115°C, el azufre adoptará un estado gomoso, y el material gomoso se aglomerará alrededor de las menas metálicas y tenderá a aislarlas de la reacción, de modo que como resultado se forman escorias que incluyen una gran cantidad de las menas que se buscan. Ahora bien, si en el extremo opuesto se deja que la temperatura de la solución de lixiviación exceda de alrededor de 125°C, el azufre fundido reaccionará luego con el ácido de lixiviación, y de este modo interferirá con el proceso de lixiviación.

10 En el depósito de evaporación súbita, la temperatura es crítica sólo en el grado en que no se debe permitir al azufre fundido volver a adoptar el estado gomoso, en el cual puede absorber entonces productos insolubles en ácido tales como silicatos, que por su parte adulterarían el subproducto de azufre. Desde luego, también es deseable 15 perder la menor cantidad posible de energía térmica en la etapa de evaporación súbita y, por lo tanto, la temperatura del depósito de evaporación súbita es mantenida normalmente en alrededor de 80 a 100°C.

20 La solución de lixiviación es preferiblemente formada, calentada y evaporada súbitamente en cargas repetidas, cada una de las cuales se forma a una temperatura menor de alrededor de 100°C antes de que la carga sea calentada al margen de temperaturas precedentemente indicados con el 25 fin de fundir el azufre según progresa la reacción de lixi-

410667



18 ENE 1973

viación, siendo además lo más rápida que sea posible la transición de calor con el fin de hacer mínima la formación de azufre "gomoso", según se ha indicado. No obstante, es posible realizar un proceso continuo cuando los diversos parámetros son controlados para lograr los resultados precedentes.

La sobrepresión de gas en el recipiente de lixiviación hace posible mantener las temperaturas prescritas al tiempo que se efectúa la operación de lixiviación total dentro de un periodo de tiempo tan corto como de alrededor de 30 minutos. Sin embargo, a causa de la capacidad de lixiviación total del ácido, el gas no necesita proporcionar un efecto oxidante suplementario, y de hecho el gas puede ser inerte con respecto a la reacción de lixiviación. Por lo tanto, el término "relativamente inerte" se utiliza para describir el gas, dado que el gas puede ser un gas oxidante, tal como oxígeno o un gas que contenga oxígeno tal como aire, pero un gas oxidante no es necesario para el proceso, y de hecho, tal como se ha indicado, puede utilizarse con resultados igualmente buenos un gas que sea inerte con respecto a la reacción de lixiviación en lugar de un gas oxidante. Dicho de modo breve, el gas sólo necesita ser compatible con la reacción y, a causa de su baratura, se emplea comúnmente aire como gas de sobrepresión. Otros ejemplos de gases apropiados son nitrógeno

410667



no, argón, neón, criptón, y los otros gases inertes del grupo cero de la Tabla Periódica.

Las temperaturas prescritas requieren normalmente una sobrepresión de al menos $3,5 \text{ kg/cm}^2$ manométricos.

50 Por otro lado, por razones de economía, raramente se aumenta la presión por encima de alrededor de $8,4 \text{ kg/cm}^2$ manométricos.

10 Para obtener los mejores resultados, la solución de lixiviación es sometida a agitación al tiempo que se le aplica calor. El efecto de agitación es generado preferiblemente por medios mecánicos; y además el gas es introducido en el recipiente a través del cuerpo del agitador, por ejemplo a través de orificios en un rotor impulsor que sirve para esta función.

15 Otra ventaja más puede obtenerse formando una suspensión acuosa del mineral, y añadiendo luego la suspensión al ácido, preferiblemente inyectando la suspensión en el ácido dentro del recipiente, mientras que el ácido se encuentra bajo agitación y presión dentro de éste.

20 Ya que después de un tiempo de alrededor de 60 minutos la cantidad adicional de menas que se retiran por el ácido es tan insignificante que no justifican el trabajar durante más tiempo, el tiempo óptimo de lixiviación es de alrededor de 30 a 60 minutos.

25 Con el fin de acelerar la operación de recupera-

410667

16 ENE 1973

ción final, se prefiere eliminar relativamente el hierro desde la fase soluble en ácido y libre de azufre antes de que se recuperen desde ella la mena o menas metálicas. Esto se efectúa normalmente precipitando dicho hierro en forma de hidróxido ferroso, y separando después de esto el hidróxido ferroso desde la fase soluble en ácido, también por técnicas convencionales tales como centrifugación, filtración o similares.

5
10 Tanto el hidróxido ferroso como los materiales silíceos de la fase insoluble son subproductos fácilmente vendibles, adoptando estos últimos la forma de unos residuos neutros de consistencia arenosa que son bastante apropiados para la construcción de carreteras. La fase insoluble puede también producir oro y platino.

15 En la etapa de recuperación final, la mena o menas metálicas son cristalizadas, precipitadas y separadas una de otra en un separador por la fuerza de la gravedad, y/o son precipitadas de modo preferente en un autoclave de reducción. En cualquier caso, la operación de precipitación se efectúa haciendo reaccionar la fase soluble en ácido y libre de azufre y de hierro previamente neutralizada (es decir a un pH de alrededor de 4,2 a 7), con un agente reductor puesto a presión en un autoclave calentado y presionizado, con el fin de precipitar desde el mismo la mena o menas metálicas.

20
25



Alternativamente, se pueden utilizar para el proceso de recuperación técnicas de chapado electrolítico y otras técnicas convencionales.

5 Con el fin de regenerar el ácido, la fase gaseosa en el recipiente de lixiviación es recogida en el exterior del recipiente, y los gases de nitrógeno son oxidados para formar los óxidos superiores de nitrógeno y son mezclados con agua en una torre de absorción. El ácido regenerado es devuelto luego al recipiente para volver a ser utilizado. El ácido nítrico débil o poco concentrado que se genera en el autoclave puede también ser devuelto al recipiente; o puede ser neutralizado con hidróxido de amonio y retirado como otro subproducto fácilmente vendible, a saber nitrato de amonio, siendo respuesta la diferencia de nivel de ácido, de tiempo en tiempo, mediante la adición de una pequeña cantidad de ácido de nueva aportación al recipiente de lixiviación.

15 El mineral puede estar en forma bruta o puede ser enriquecido hasta una concentración típica del orden de alrededor de 25 a 30% en peso o mayor.

DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

25 Estas características serán comprendidas mejor haciendo referencia a los dibujos anejos que son un esque-

410667

16 ENE 1973



ma de flujo de una realización preferida del procedimiento.
to.

DESCRIPCION DE LA REALIZACION PREFERIDA

5

Refiriéndose al esquema de flujo, se verá que una porción de mineral o de concentrado es alimentada desde un lugar de almacenamiento 2 a un depósito de mezclado 4 en donde se añade agua a la misma y la mezcla es agitada para formar una suspensión del mineral. Entretanto, una cantidad estequiométrica del ácido es transferida a un autoclave 6 a partir de un depósito de almacenamiento 8 para él, y se prepara una solución acuosa del ácido bajo una sobrepresión de aire comprimido de alrededor de 7 kg/cm^2 manométricos, siendo introducido el aire en el autoclave o depósito de lixiviación 6 a través de un sistema de orificios de un rotor impulsor de un agitador alojado dentro del autoclave. A continuación la suspensión es añadida a la solución ácida acuosa agitada y puesta a presión bajo calor reducido con el fin de alcanzar una temperatura de mezclado de aproximadamente $50-60^\circ\text{C}$, no siendo particularmente importante la densidad de pasta de la solución resultante de lixiviación siempre que la solución sea susceptible de ser trabajada y transferida con facilidad mediante una bomba a un conducto. Tan pronto como el ácido y la suspensión han

9.1.73

410667



sido mezclados a fondo, la temperatura de la solución es elevada a aproximadamente 115-125°C, y la temperatura y la presión son mantenidas en alrededor de 115-125°C y 7 kg/cm² manométricos, respectivamente, con el fin de fundir y hacer flotar el azufre liberado sobre la superficie de la solución mientras que la solución experimenta lixiviación durante alrededor de 30 a 60 minutos, siendo extraídas las menas metálicas en un grado de alrededor de 99,95% dentro de este periodo de tiempo.

10 Cuando está completa la extracción, la solución es bombeada dentro de un depósito de evaporación súbita 10 a una temperatura de alrededor de 80-100°C y a cero kg/cm² manométricos, en donde el azufre fundido se aglomera en forma de glóbulos esféricos con un diámetro de alrededor de 2 a 4 milímetros, los cuales precipitan en la solución formando una mata de azufre elemental en el fondo del depósito. Después de esto la solución es bombeada a través de un tamiz 12 de malla 30-50 según la norma Tyler que elimina partículas de 1/2 milímetros de diámetro o mayores, y la mata de azufre elemental situada sobre el tamiz es retirada y descargada subsiguientemente del sistema en forma de un producto con un grado de pureza de 97%, fácilmente vendible.

25 La solución, ahora libre de azufre, es enviada luego a un separador de líquido-sólido 14, tal como una

410667

16 ENE 1974

centrífuga para tamaños menores de malla 600, en donde la solución es centrifugada a través de las paredes de la misma con el fin de eliminar los silicatos insolubles en ácido y otros productos insolubles tales como platino y oro.

5 Luego los productos insolubles son transferidos a un separador 16 por la fuerza de la gravedad en donde el platino y el oro son separados de los silicatos, y estos últimos son almacenados en 18 para ser descargados del sistema en forma de un producto vendible, particularmente para la construcción de carreteras.

10 Alternativamente, los productos insolubles pueden ser retirados por filtración o sedimentación.

15 El medio líquido procedente del separador es transferido luego a un depósito de almacenamiento 20 provisto de mecanismo de agitación en donde el pH del mismo es ajustado mediante la adición de un exceso de hidróxido de amonio, con el fin de precipitar el hierro, ahora libre de azufre, en forma de hidróxido ferroso, siendo suficiente la cantidad de hidróxido de amonio para estabilizar el hidróxido ferroso, así como también para neutralizar la solución a un pH de alrededor de 4,2-7. Una vez más, la solución es llevada a través de un separador de sólido-líquido 22, tal como una centrífuga para tamaños más finos de 1 micra, y el hidróxido ferroso es recogido y descargado del sistema

20

25 como otro producto muy fácilmente vendible.



El medio, ahora libre de azufre y de hierro, es transferido luego a un autoclave 24 con hidrógeno en donde su temperatura es elevada a al menos 66°C, y preferiblemente a una temperatura del orden de 188°C con el fin de lograr el tiempo óptimo de permanencia para el proceso de reducción que se efectúa en el autoclave. El hidrógeno es introducido a una presión parcial de al menos 7 kg/cm² manométricos, y preferiblemente del orden de 35 kg/cm² manométricos, al tiempo que la solución es agitada durante al menos 15 minutos y de modo más preferible del orden de 30 minutos. Luego, la presión parcial del hidrógeno es reducida a cero y, después de un periodo de dos minutos, es aumentada de nuevo a 35 kg/cm² manométricos; a continuación de lo cual, suponiendo que la solución ha sido previamente sometida a nucleación, es sometida repetidamente a pulsación del modo indicado durante un total de alrededor de 1 hora, con el fin de precipitar el cobre desde la solución por el proceso bien conocido de crecimiento cristalino catalizado. Después de esto la mata de cobre situada en el fondo del autoclave 24 es bombeada dentro de un depósito de evaporación súbita 26, con el fin de enfriar y disminuir la presión existente sobre el material, y el precipitado es filtrado para formar una torta húmeda en un separador de líquido-sólido 28, y luego es secado y envasado en una atmósfera de nitrógeno.

410667



Si el mineral contiene plata, la plata es sometida a nucleación juntamente con el cobre en el autoclave 24, y el precipitado es evaporado súbitamente, filtrado y secado, y luego es transferido a un separador por la fuerza de gravedad 30 con el fin de separar las respectivas menas.

Alternativamente, el cobre y la plata pueden ser precipitados de modo preferente en el autoclave 24, siendo elevada la presión del autoclave a alrededor de 84 kg/cm^2 manométricos con el fin de separar la plata.

Asimismo es posible recuperar las menas mediante chapado electrolítico y otras técnicas convencionales.

Si el mineral de cobre contiene níquel, el cobre (y la plata) son precipitados hasta poco antes del agotamiento, y el fluido saliente del autoclave 24 es recirculado al depósito de lixiviación 6 hasta que la concentración de níquel es tal que una pequeña cantidad del cobre puede ser precipitada de modo completo, con el níquel sobre su superficie, para producir de este modo un níquel contaminado con cobre que puede ser retirado del sistema.

Similarmente, si el mineral contiene zinc, el fluido saliente del autoclave 24 es recirculado al depósito de lixiviación 6 hasta que alcanza una concentración a la cual es conveniente derivar el fluido saliente a una batería de chapado electrolítico para la recuperación del zinc.



Si el mineral contiene plomo, el plomo es precipitado en el depósito de lixiviación en forma de sulfato de plomo, y el sulfato es retirado subsiguientemente junto con el hidróxido de hierro.

5 Para regenerar el ácido, la fase gaseosa en el depósito de lixiviación 6 es evacuada a un condensador 32 en donde el vapor de agua existente en el mismo es eliminado; y luego la fase es puesta a presión con oxígeno a alrededor de $8,75 \text{ kg/cm}^2$ manométricos (véase etapa 34), con el
10 fin de oxidar los gases de nitrógeno para formar los óxidos superiores de nitrógeno, tales como pentóxido de nitrógeno; después de lo cual los óxidos son hechos borbotear a través de una torre de absorción 36 para ser entremezclados con agua con el fin de formar ácido nítrico de nueva
15 formación.

El ácido nítrico poco concentrado generado en el autoclave 24 puede también ser devuelto al depósito de lixiviación 6; o, alternativamente, puede ser neutralizado con hidróxido de amonio y retirado como otro subproducto
20 muy fácilmente vendible, nitrato de amonio, siendo repuesta la diferencia de nivel de ácido, de tiempo en tiempo, mediante la adición de una pequeña cantidad de ácido de nueva aportación al suministro de ácido. Véanse etapas 38-44.

25 Los siguientes ejemplos documentarán las diversas

4 10667

16 ENE 1973

expresiones y condiciones prescritas para el procedimiento. En cada caso, una muestra de 200 gramos del mineral fué tratada en un autoclave de acero inoxidable con una densidad de la pasta de 287 gramos/litro. Utilizando una extracción teórica de 100% del cobre, plata o níquel, se produjo un líquido de lixiviación de aproximadamente 60-100 gramos/litro para una recuperación óptima de los metales en un autoclave con hidrógeno o en una batería electroquímica.

10 Ejemplo I.

La primera muestra a tratar era un concentrado de sulfuro de cobre con la siguiente composición:

	Cobre	25,8%
	Hierro	25,0%
15	Azufre	38,7%
	Dióxido de silicio	5,0%

Esencialmente, éste es un concentrado de calcopirita que contiene principalmente los sulfuros de hierro y cobre.

20 El concentrado tenía la siguiente distribución de tamaños de partículas:

25

9.1.73

410667



	Malla (Norma Tyler)	% en peso
	-48	1,3
	-65	3,5
	-100	5,2
5	-150	8,2
	-200	7,0
	-270	6,1
	-325	8,7

10 Se hicieron variaciones de temperatura, sobre-
presión, proporción de concentraciones de ácido a mine-
ral, tiempo de lixiviación y grado de agitación con el
fin de determinar su efecto para llevar al cobre a diso-
lución.

15 Después de que cada muestra fué lixiviada, el
residuo fué lavado, filtrado, secado y analizado.

Para una muestra de 200 gramos, son necesarios
654 mililitros de ácido al 40% para lograr la relación es-
tequiométrica.

20 Los resultados están enumerados en las siguien-
tes tablas 1 a 5.

25

9.1.73

Tabla 1
(PARA METRO DE TEMPERATURA)

DEPOSITO DE LIXIVIACION					ANALISIS				EXTRACCION				
Temp (°C)	Tempo (MIN.)	Acido Gonc. (%)	Acido Vol. (ML)	Gas utili- zado (kg/cm ²)	Gas Sobre- presión (kg/cm ²)	Concen- tración en peso de Cu (G/G)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)	Inso- lubles (%)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)
101	60	40	654	0,2	7	200	2,34	7,1	32,5	52,4	98,95	94,3	83,2
105	60	40	654	0,2	7	200	5,46	9,8	30,4	46,6	95,2	91,06	82,3
110	60	40	654	0,2	7	200	2,97	7,85	13,8	69,8	98,27	95,28	94,64
115	60	40	654	0,2	7	200	0,3	7,5	20,9	66,4	99,8	95,26	91,46
120	60	40	654	0,2	7	200	0,2	8,2	--	--	99,88	94,66	--
125	60	40	654	0,2	7	200	0,2	6,2	26,3	64,4	99,88	95,96	88,9

Tabla 1A

Temp (°C)	Tempo (MIN.)	Acido Gonc. (%)	Acido Vol. (ML)	Gas utili- zado (kg/cm ²)	Gas Sobre- presión (kg/cm ²)	Concen- tración en peso de Cu (G/G)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)	Inso- lubles (%)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)
105	60	40	654	N ₂	7	200	6,4	14,6	31,5	44,7	95,1	86,3	81,0
110	60	40	654	N ₂	7	200	5,24	10,2	31,45	--	95,2	90,3	80,5
120	60	40	654	N ₂	7	200	5,5	13,7	27,2	47,7	95,2	88,0	84,5
125	60	40	654	N ₂	7	200	5,4	14,5	28,7	43,8	95,0	86,1	82,4
130	60	40	654	N ₂	7	200	5,2	14,7	29,2	46,6	95,5	87,6	83,1

* Velocidad de agitación normal con rotor propulsor grande.



9.1.73

1000

410667



Tabla 2

(PARAMETRO DE PRESION)

DEPOSITO DE LIXIVIACION					ANALISIS			EXTRACCION				
Sobre- presión (kg/cm ²)	Gas Utili- zado	Tiempo (Min.)	Temp. (°C)	Acido Conc. Vol. (ML)	Concen- tración en peso de Cu (GM)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)	Inso- lubles (%)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)
3,5	O ₂	60	105	40	200	2,1	8,0	32,9	54,5	98,4	93,75	83,7
4,9	→	→	→	→	→	4,03	8,4	34,3	52,2	96,6	93,25	82,4
8,4	→	→	→	→	→	2,6	8,73	26,8	56,9	98,0	93,4	87,3

Tabla 2A

3,5	N ₂	60	105	40	200	6,5	14,1	31,3	46,8	94,4	87,5	81,9
4,2	→	→	→	→	→	7,0	15,0	22,5	43,2	93,5	85,5	85,9
4,9	→	→	→	→	→	6,9	15,3	30,9	44,2	93,6	85,5	81,1
5,6	→	→	→	→	→	6,5	15,05	26,85	43,75	93,9	85,5	83,4
6,3	→	→	→	→	→	6,3	14,1	31,60	42,7	93,9	86,1	79,9
7,0	→	→	→	→	→	6,4	14,6	31,5	44,7	94,2	86,25	81,0
7,7	→	→	→	→	→	9,7	16,2	28,2	45,8	91,4	85,2	83,4
8,4	→	→	→	→	→	11,1	18,1	30,4	40,8	88,8	81,4	79,8
9,1	→	→	→	→	→	12,35	17,85	30,45	39,35	87,2	80,9	79,2

15

Tabla 3
(PARAMETRO DE TIEMPO)

DEPOSITO DE LIXIVIACION					ANALISIS				EXTRACCION			
Tiempo (Min.)	Temp. (°C)	Gas Utilizado (kg/cm ²)	Gas Sobre-presión (kg/cm ²)	Acido Conc. Vol. (ML)	Concen- tración en peso de Cu (GM)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)	Inso- lubles (%)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)
10	105	0	7	40	200	13,6	18,6	29,6	34,0	83,7	75,0	76,5
20		2		654		12,3	17,4	29,6	41,6	87,9	82,4	80,75
30						7,5	14,7	22,7	52,4	94,2	88,25	88,4
60						7,8	13,2	31,5	40,2	92,0	86,2	78,8
75						5,9	12,1	29,5	49,1	95,1	89,1	83,75
90						2,5	9,1	30,2	55,7	98,1	90,3	85,4

410667



Tabla 4

(PARÁMETRO DE CONCENTRACION DE ACIDO)

DEPOSITO DE LIXIVIACION					ANALISIS			EXTRACCION					
Acido Conc. (%)	Vol. (ML)	Concen- tración en peso de Cu (GM)	Tiempo (Min.)	Temp. (°C)	Utili- zado	Gas Sobre- presión (kg/cm ²)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)	Inso- lubles (%)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)
10	1050	80,5	60	120	0	2	14,0	17,6	28,3	36,8	84,5	79,8	79,25
20	653	100					12,8	17,0	26,9	39,1	86,55	83,75	81,4
30	370	200					3,2	9,4	25,7	58,4	97,6	93,2	88,2
40	654						0,2	8,2	---	---	99,8	95,4	---
50	522						0,2	7,6	18,2	70,2	99,8	99,5	93
40	350						5,0	22,5	40,2	21,7	90,6	56,4	49,8
40	1050						1,1	7,8	22,2	60,4	99,2	94,6	90,2
40*	654						0,4	7,0	22,9	67,4	99,6	95,6	90,9

* Agitación a alta velocidad con rotor propulsor normal.

410667

16 ENE 1975





41066

Tabla 5

(PARAMETRO DE AGITACION)

DEPOSITO DE LIXIVIACION							ANALISIS			EXTRACCION					
Agitación	Método de suspensión	Temp. (°C)	Tiempo (Min.)	Acido Conc. (%)	Vol. (%)	Gas Utilizado	Sobre-presión (kg/cm ²)	Concen-tración en peso de Cu (GM)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)	Inso-lubles (%)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)
Ninguna	Normal	120	60	40	654	O ₂	7	200	6,8	16,3	25,1	41,9	93,4	83,6	83,7
Inyección de O ₂									9,9	15,5	28,1	38,5	89,5	83,2	80,2
Normal									0,2	8,2	—	—	99,8	95,4	—
Alta velocidad									0,4	7,0	22,9	67,4	99,7	95,6	90,8
Normal	Inyección								0,18	6,83	28,2	63,8	99,9	95,5	88,1
Normal	Mezclado								2,7	10,5	14,2	75,2	98,5	94,2	94,9

 Con rotor de grandes paletas
 En el depósito.

16 ENE. 1973



410667



Ejemplo II

La siguiente muestra a tratar era un concentrado de cobre y plata con la siguiente composición:

	Cu	24,6%
5	Ag	3852,2 mg por kg
	Fe	27 %
	S	38 %
	Insolubles	7,4%

Sólo el tiempo de lixiviación requirió confirmación, a la vista de los parámetros establecidos mediante el Ejemplo I.

El volumen de ácido estaba de nuevo en equilibrio estequiométrico con el mineral, y la distribución de tamaños de partículas del mineral era comparable a la del Ejemplo I.

(Véase Tabla 6)

Ejemplo III

La última muestra era un concentrado de plata-níquel-cobre con la siguiente composición:

20	Cu	22,8%
	Ni	6,7%
	Ag	3403,8 mg por kg
	Fe	23,0%
	S	39,0%
25	Insolubles	6,8%

410667



De nuevo, sólo se requirió una confirmación del tiempo, y los resultados estuvieron basados en las proporciones estequiométricas y en una distribución comparable del tamaño de partículas.

5

(Véase Tabla 7)

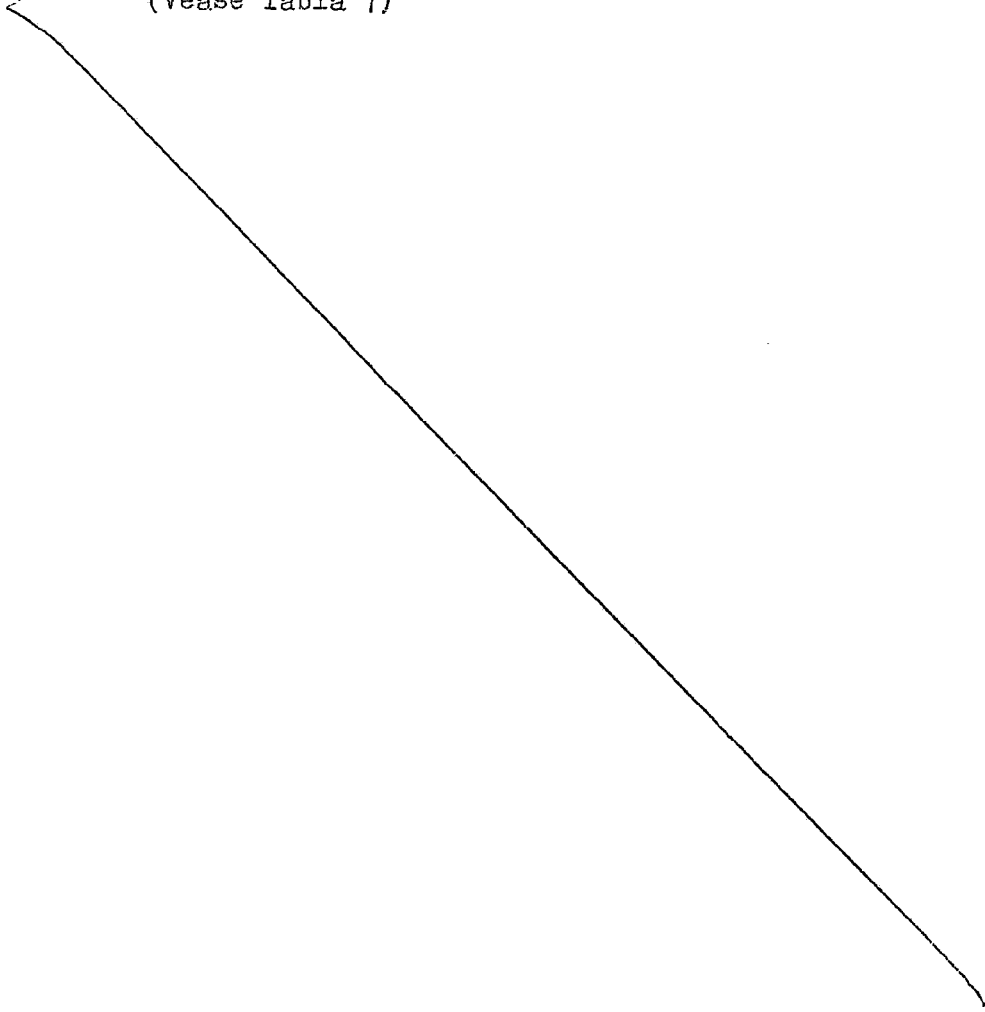


Tabla 6

CONCENTRADO DE COBRE Y PLATA

ANALISIS DEL CONCENTRADO

Cu 24,6%
 Ag 3852,2 mg/kg
 Fe 27%
 S 38%
 Insolubles 7,4%

066%

DEPOSITO DE LIXIVIACION										ANALISIS DEL RESIDUO					EXTRACCION				
Tiempo (Min.)	Temp. (°C)	Gas		Acido Conc. (%)	Vol. (ML)	Concen- tración Cu (GM)	Cu (%)	Ag (mg/kg)	Fe (%)	S (%)	Inso- lubles (%)	Cu (%)	Ag (%)	Fe (%)	S (%)				
		Utili- zado	Sobre- presión (kg/cm ²)																
15	120	0,2	7	40	700	200	4,23	1175,7	14,4	28,5	47,0	97,3	95,2	91,6	75,1				
30							1,67	412,9	12,1	30,0	49,1	98,98	98,39	93,1	88,1				
45							0,4	203,1	9,1	30,2	56,0	99,79	99,3	95,6	89,5				
60							0,2	11,44	7,5	28,5	60,0	99,90	99,96	96,55	90,6				
75							0,18	8,65	6,2	26,3	64,5	99,91	99,97	97,5	92,0				
90							0,2	7,53	5,1	24,0	67,4	99,91	99,98	97,8	93,1				
120							0,2	7,81	4,5	23,1	68,4	99,97	99,97	98,2	93,4				



410667

Tabla 7

CONCENTRADO DE PLATA-NI-NIEL-COBRE

ANALISIS DEL CONCENTRADO

Cu 22,8%
 Ni 6,7%
 Ag 3403,8 mg/kg
 Fe 23,0%
 S 39,0%
 Insolubles 6,8%

DEPOSITO DE LIXIVIACION										ANALISIS DEL RESIDUO					EXTRACCION						
Tiempo (Min.)	Temp (°C)	Utilizado	Gas Sobre- presión (kg/cm ²)	Acido Conc. Vol (ML)	Concen- tración en peso de Cu (GM)	(PARAMETRO DE TIEMPO)					Cu (%)	Ni (%)	Ag (%)	Fe (%)	S (%)	Cu (%)	Ni (%)	Ag (%)	Fe (%)	S (%)	
						Temp (°C)	Utilizado	Gas Sobre- presión (kg/cm ²)	Acido Conc. Vol (ML)	Concen- tración en peso de Cu (GM)											Cu (%)
15	120	O ₂	7	40	200	5,6	1,8	1342,0	14,0	27,3	42,4	96,0	95,8	93,25	90,25	88,8					
30						2,1	0,9	482,67	12,0	29,3	49,9	98,75	98,17	97,94	92,9	89,8					
45						0,48	0,4	245,5	9,4	25,8	58,1	99,75	99,30	99,10	95,2	92,25					
60						0,21	0,11	15,62	6,2	26,4	65,0	99,90	99,83	99,95	97,2	92,95					
75						0,19	0,10	11,16	5,0	24,4	67,4	99,92	99,85	99,96	97,7	93,6					
90						0,20	0,10	8,37	4,4	28,6	64,1	99,91	99,84	99,97	98,0	92,25					
120						0,22	0,10	8,37	4,0	27,0	65,6	99,90	99,84	99,97	98,2	92,75					



410667



16 JUN 1975

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el día 22 de Febrero de 1.972, con el Nº 228.069, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

REIVINDICACIONES

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15

1ª.- Un método de recuperar una o más menas metálicas de un mineral del metal o metales que contiene hierro y sulfuro, que comprende formar una solución de lixiviación ácida acuosa del mineral y al menos una cantidad estequiométrica de ácido nítrico con una concentración de alrededor de 30 a 50% en volumen, calentar la solución a una temperatura igual o superior al punto de fusión del azufre mientras la solución está contenida bajo una atmósfera relativamente inerte, controlar la temperatura de la solución para precipitar el azufre a partir de la solución, controlar el pH de

20

25

14.6.75

- 29 -

410667



la solución para precipitar las menas de hierro a partir de la fase soluble en ácido de la solución, separar relativamente los precipitados desde la fase soluble en ácido de la solución, y la fase soluble en ácido de la solución desde
5 la fase insoluble en ácido de la misma, y recuperar la mena o menas metálicas desde la fase soluble en ácido.

2ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que la solución de lixiviación se calienta hasta aproximadamente 115-125°C y luego se evapora súbitamente para precipitar el azufre, y en el que la fase soluble en ácido se
. 10 separa relativamente del azufre y de la fase insoluble en ácido y luego se neutraliza para precipitar el hierro en forma de una sal.

3ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que el mineral y el ácido son mezclados entre sí en suspensión acuosa, a una temperatura menor de alrededor de 100°C para formar la solución, y luego la solución es elevada de temperatura hasta una de alrededor de 115-125°C.
15

4ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que el recipiente es presionizado a una presión de alrededor de al menos 3,5 kg/cm² por encima de la presión atmosférica.
20

5ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que el recipiente es presionizado con un gas que oxida la
25 mena o menas metálicas.

14.6.75

410667

16 JUN 1973

6ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que el recipiente es presionizado con un gas que es inerte con respecto a la reacción de lixiviación.

5 7ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que el recipiente es presionizado con un gas seleccionado del grupo cero de la Tabla Periódica.

8ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que la solución de lixiviación es sometida a agitación al tiempo que se le aplica calor.

10 9ª.- Un método según la reivindicación 8ª, en el que la agitación es generada por medios mecánicos y el gas es introducido dentro del recipiente a través del cuerpo agitador.

15 10ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que la solución de lixiviación es sometida a agitación al tiempo que se aplica calor a la misma, y la solución es formada inyectando una suspensión acuosa del mineral dentro del ácido del recipiente mientras que el ácido se encuentra dentro de éste bajo agitación y presionización.

20 11ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que la solución de lixiviación es calentada durante al menos alrededor de 30 minutos antes de que sea cristalizado el azufre.

25 12ª.- Un método según la reivindicación 11ª, en el que la solución de lixiviación es calentada durante alrede-

14.6.75

- 31 -

410667



dor de 30 a 60 minutos antes de que sea cristalizado el azufre.

13ª.- Un método según la reivindicación 2ª, que comprende además retirar relativamente el hierro desde la fase soluble en ácido y libre de azufre, antes de que se recuperen desde la misma la mena o menas metálicas.

14ª.- Un método según la reivindicación 13ª, en el que el hierro es retirado relativamente precipitándolo en forma de hidróxido ferroso, y después de esto separando el hidróxido ferroso desde la fase soluble en ácido.

15ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que los gases de reacción dentro del recipiente son recogidos en el exterior del recipiente, son oxidados para formar los óxidos superiores del nitrógeno, y son entremezclados con agua para regenerar ácido nítrico.

16ª.- Un método según la reivindicación 15ª, en el que el ácido nítrico regenerado es devuelto al recipiente.

17ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que la mena o menas metálicas son recuperadas por cristalización de las mismas y separación relativa de los cristales desde la fase soluble en ácido.

18ª.- Un método según la reivindicación 17ª, en el que la fase soluble en ácido es neutralizada sustancialmente y hecha reaccionar con un gas reductor puesto a presión en un autoclave calentado y presionizado, con el fin de pre-

14.6.75

A handwritten signature or mark, possibly a stylized letter 'L' or 'S', written in dark ink.

410667

16 JUN 1975



precipitar la mena o menas metálicas, y el precipitado es enfriado, filtrado y secado, y sometido a separación por la fuerza de la gravedad de las menas existentes en él cuando hay más de una mena.

5 19ª.- Un método según la reivindicación 18ª, en el que el ácido nítrico regenerado en el autoclave es devuelto al recipiente.

10 20ª.- Un método según la reivindicación 18ª, en el que el ácido nítrico regenerado en el autoclave es neutralizado con hidróxido de amonio.

21ª.- Un método de recuperar una o más menas metálicas de un mineral del metal o metales que contiene hierro y sulfuro.

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

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

Madrid,

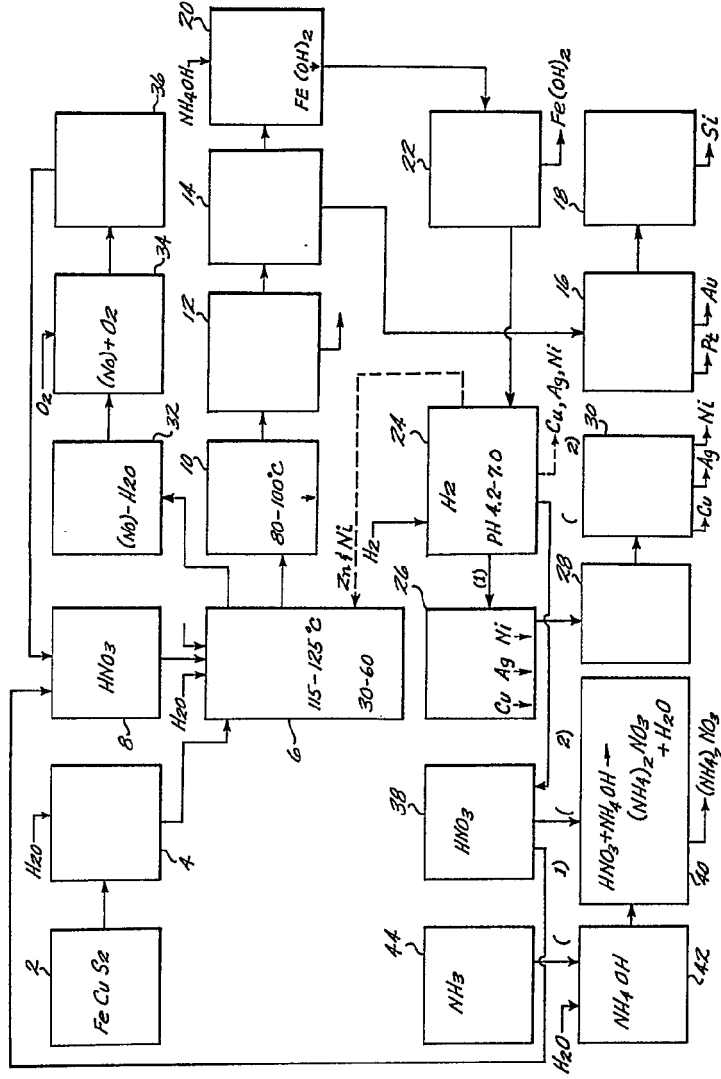
P.A.

16 JUN 1975

410667

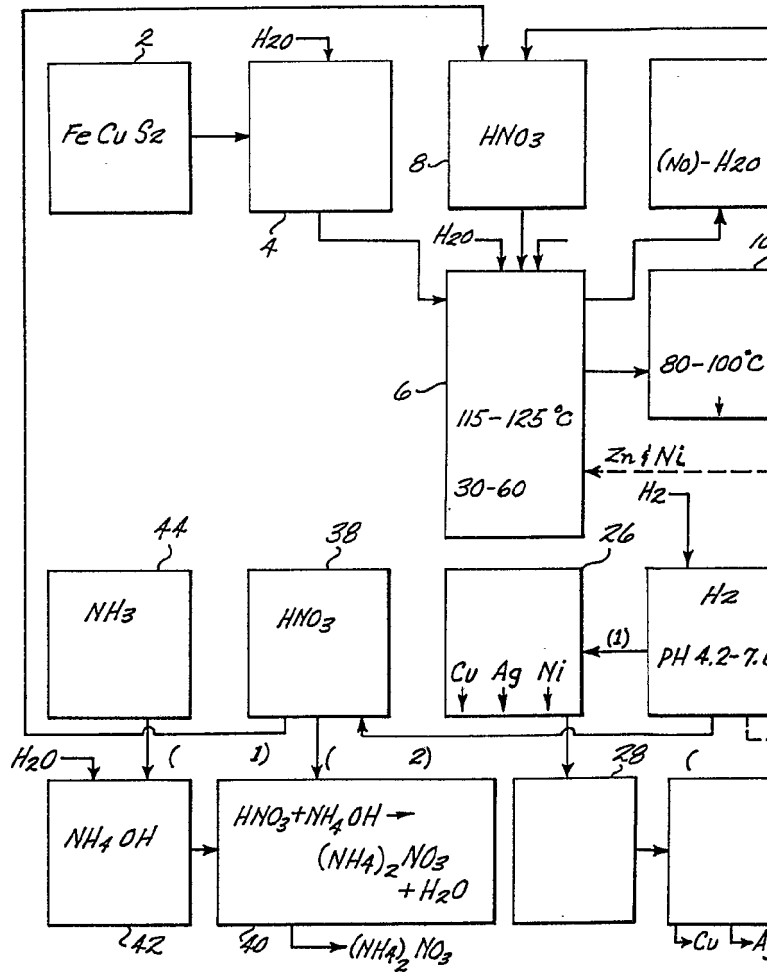
410667

16



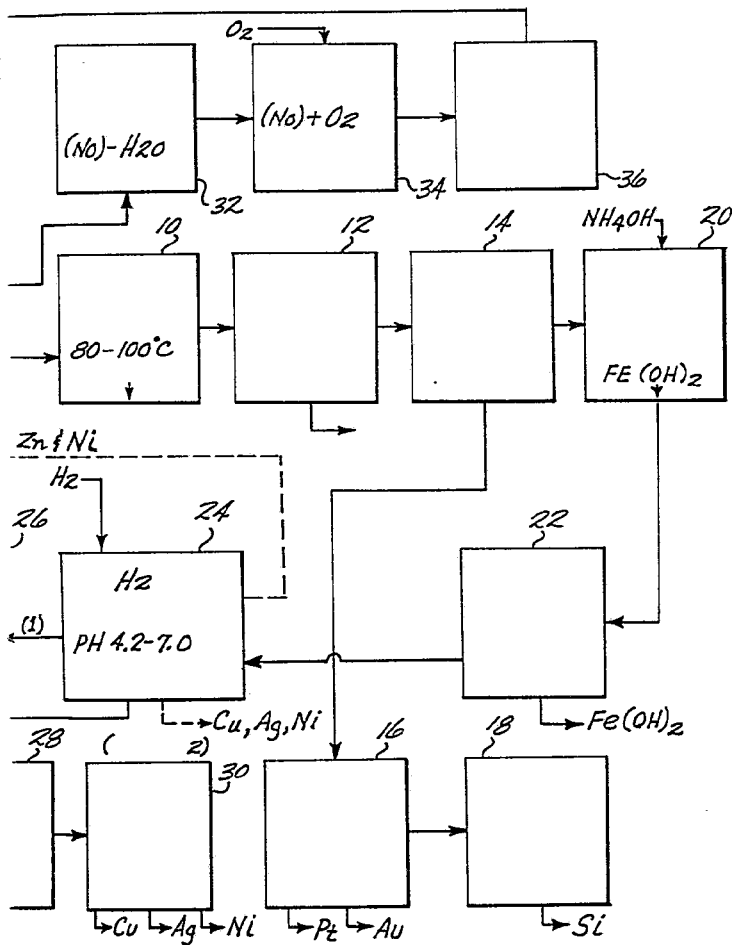
Alfredo del Elzaburo
Res. 7/8/64

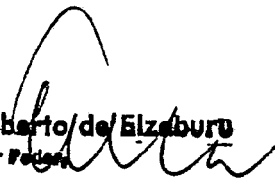
410667



410667

16 EN 1973




Alberto de Elzaburu
 Per Fec...