

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

ES	11	NUMERO	A1
	21	447.084	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		15-4-1976	

PATENTE DE INVENCION

P.- 62.692
15 PF 21

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO			
		569.228	18-4-75		EE.UU.

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C22B		

64	TITULO DE LA INVENCION
"UN METODO DE RECUPERACION DE UNO O MAS METALES DEL GRUPO QUE CONSTA DE COBRE, PLATA, NIQUEL, COBALTO Y ZINC A PARTIR DE UN MINERAL"	

71	SOLICITANTE (S)
INTERNATIONAL ORE TECHNOLOGY, INC.	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE	
Building 327, South Complex, Snohomish County Airport (Paine Field), Everett, Washington 98204, Estados Unidos de América	

72	INVENTOR (ES)
John G. Posel	

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ	

P.-62.692

1

DESCRIPCION GENERAL DE LA INVENCION

5

10

La invención se refiere a la recuperación hidrometalúrgica de metales de transición solubles en ácido nítrico, tales como cobre, plata, níquel, cobalto y zinc, a partir de un mineral de los mismos que contiene azufre y hierro. En particular, la invención se refiere a la recuperación de metales por un procedimiento de lixiviación de los mismos en una disolución lixivadora de ácido nítrico, a partir de la cual se recuperan después por cualquiera de las varias técnicas convencionales de recuperación de metales de líquidos de lixiviación.

15

20

25

30

Uno de los objetos de la invención es proporcionar un procedimiento de esta clase, en el que la operación de lixiviación requiere sólo media hora, y produce un líquido que contiene 99% o más de la riqueza de metales. Otro objeto es proporcionar un procedimiento de esta naturaleza, en el que la operación de lixiviación insolubiliza selectivamente uno de los contenidos adicionales de hierro y azufre con respecto a la disolución lixivadora, de modo que puede separarse en forma de un subproducto comercialmente aprovechable, y al mismo tiempo produce un líquido del que pueden separarse después fácilmente otros componentes útiles adicionales, en forma de otro subproducto comercialmente aprovechable. Otro objeto es proporcionar un procedimiento de esta clase en el que la operación de lixiviación produce un líquido que se presta a las técnicas conocidas de recuperación de metales por precipitación diferencial, incluyendo la extracción electrolítica y la precipitación con hidrógeno. Otro objeto más es proporcionar un procedimiento de esta clase en el que los metales a recuperar

1 pueden extraerse del líquido con disolventes sin el proble-
ma de la formación de precipitados duraderos en el líquido
y el ensuciamiento del proceso de extracción. Otro objeto
más es proporcionar un procedimiento de esta clase en el
5 que, a pesar de que el líquido es de alta concentración de
sulfato, puede separarse económicamente el hierro disuelto
del líquido sin adición de grandes cantidades de neutrali-
zante de ácido. Otro objeto más es proporcionar un procedi-
miento de esta naturaleza en el que el ácido puede recupe-
10 rarse o regenerarse en una relación de sustancialmente uno
a uno por medio de técnicas convencionales. Otro objeto más
es proporcionar un procedimiento de esta clase en el que
pueden recuperarse también los componentes aprovechables hi-
15 drometalúrgicamente insolubles, en forma relativamente pu-
ra. Otros objetos incluyen la creación de un procedimiento
de esta clase en el que la operación de lixiviación puede
efectuarse en presencia de un gas relativamente inerte, in-
cluyendo uno tan barato como el aire, y que incluye el pro-
20 pio vapor de la reacción. Otros objetos incluyen la crea-
ción de un procedimiento de esta clase en el que puede recu-
perarse toda la gama de contenidos metálicos aprovechables
del mineral sin pérdidas, y la pureza de los mismos es de apro-
ximadamente 99,95%, procedimiento que puede efectuarse en
un sistema esencialmente cerrado y está esencialmente exen-
25 to de contaminación, y que es muy exotérmico, de modo que
se necesita poca adición de calor, y que puede efectuarse
o bien continuamente o en una base discontinua. Otros obje-
tos más comprenden la creación de un procedimiento de esta
naturaleza, en el que el sistema mecánico del proceso es
30 susceptible de modularización y es adaptable al acoplamien-

1 to de varias unidades del sistema en una pequeña área o es-
pacio, y en el que todos los reaccionantes del proceso pue-
den conseguirse fácilmente y/o regenerarse, y en el que el
5 mineral no necesita concentrarse de antemano, y en el que
no hay necesidad de emplear procedimientos pirometalúrgicos
para recuperar el contenido de metales aprovechables del li-
quido de lixiviación, ni de materiales estructurales costo-
sos en los componentes del sistema, ni de parámetros funcio-
nales excesivamente altos, tales como temperaturas y presio-
10 nes.

Según la invención, éstos y otros objetos y
ventajas se logran por medio de un procedimiento en el que
se forma una disolución lixivadora acuosa a partir del mi-
neral y al menos una cantidad estequiométrica de ácido ní-
15 trico de una concentración de aproximadamente 30-50% en vo-
lumen. La disolución se calienta a una temperatura igual o
superior al punto de fusión del azufre mientras está conte-
nida en una atmósfera relativamente inerte, y la temperatu-
ra se controla para solubilizar sustancialmente el o los
20 contenidos de metales en la fase soluble en ácido de la di-
solución, insolubilizando sustancialmente al mismo tiempo
uno de los metales contenidos con respecto a ellos. El con-
tenido de metal adicional se separa relativamente de la fa-
se soluble en ácido, y el metal o metales contenidos se se-
25 paran de la misma. Preferiblemente, el metal adicional se
precipita de la fase soluble en ácido, y después se separa
relativamente el precipitado de la misma.

Normalmente, todas las sustancias insolubles
en ácido se separan de la fase soluble en ácido antes de se-
30 parar de la misma los metales aprovechables. El precipitado

1 puede separarse con las demás sustancias insolubles en el
ácido, o puede separarse en una operación diferente. Asimismo,
5 en el procedimiento usual, el otro contenido metálico
adicional se cristaliza en forma de una sal del mismo y se
separa relativamente de la fase soluble en ácido. La separa
ción puede efectuarse antes o después de separar el conteni
do o contenidos metálicos de la fase soluble en el ácido.

Por ejemplo en una de las realizaciones prefe
ridas en la presente invención, la temperatura de la disolu
10 ción se controla para precipitar el azufre en forma de azu
fre elemental, y después el azufre se separa relativamente
de la fase soluble en el ácido. Después, el pH de la fase
se ajusta para precipitar el hierro en forma de una sal del
mismo, y después la sal se separa relativamente de la fase.
15 Las operaciones de precipitación del azufre y el hierro se
efectúan normalmente entre la etapa de lixiviación y la eta
pa de separación de los metales.

En otra de las realizaciones preferidas de la
presente invención, la temperatura de la disolución se con
20 trola de modo que precipita el hierro en forma de una sal,
y después la sal se separa relativamente de la fase soluble
en el ácido. Después, el contenido de metal o metales se se
para de la fase soluble en el ácido, y después la fase se
evapora para cristalizar y separar relativamente el azufre
25 de la misma en forma de una sal sulfato. Normalmente, la
operación de precipitación del hierro se efectúa durante la
etapa de lixiviación, mientras que la operación de cristali
zación de la sal sulfato se efectúa después de separar el
contenido de metal o metales de la fase soluble en el ácido.

30 En la primera realización citada, la disolu-

1 ción lixiviadora se calienta a una temperatura de aproxima-
damente 115-125°C, y después se vaporiza súbitamente a la
temperatura de cristalización del azufre, es decir' aproxima-
damente 100°C. En la segunda realización citada, la disolu-
5 ción se calienta a una temperatura superior a aproximadamen-
te 125°C y preferiblemente 125-160°C. El hierro precipita
directamente de la disolución en este último intervalo, en
forma de un óxido hidratado. En cada una de las realizacio-
nes, la concentración de ácido es preferiblemente de alre-
10 dedor de 40%. Ambas realizaciones requieren alrededor de
30-60 minutos para una recuperación de 98+% de cobre y los
demás contenidos metálicos aprovechables en un sistema de
recirculación.

Las temperaturas prescritas requieren normalmen-
15 te una sobrepresión de al menos 3,5 kg/cm² manométricos.
Sin embargo, por economía, la presión raramente excede de
8,4 kg/cm² manométricos.

A causa de la capacidad total de lixiviación
del ácido, la reacción de lixiviación no requiere estar con-
20 tenida en una atmósfera que aporte un efecto oxidante suple-
mentario, y de hecho la atmósfera puede ser inerte con res-
pecto a la reacción de lixiviación. Por lo tanto, se usa la
expresión "relativamente inerte" para describir la atmósfe-
ra, ya que ésta puede ser un gas oxidante, tal como el oxí-
25 geno, o un gas que contiene oxígeno, tal como aire; pero no
se necesita un gas oxidante en el proceso, y en realidad,
como se ha indicado, puede usarse un gas inerte con respec-
to a la reacción de lixiviación, en lugar de un gas oxidan-
te, con resultados igualmente buenos. En resumen, la atmós-
30 fera sólo necesita ser compatible con la reacción, y, por

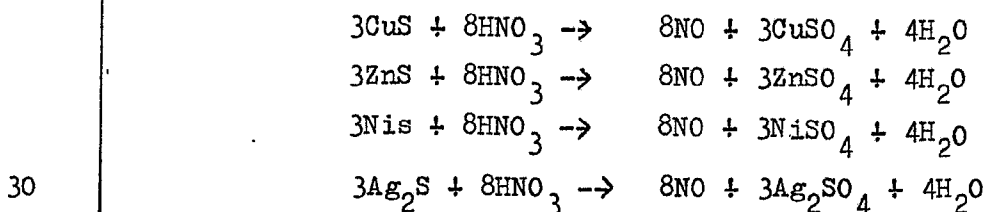
1 su bajo coste, corrientemente se emplea aire como gas de
 puesta a presión. Son otros ejemplos de gases adecuados el
 nitrógeno, argón y helio.

5 Además, el vapor de la propia reacción puede
 servir como medio de puesta a presión.

Para alcanzar los mejores resultados, la diso-
 lución lixivadora se somete a agitación mientras se le apli-
 ca calor. Preferiblemente, el efecto de agitación se genera
 mecánicamente, y el gas se introduce preferiblemente en el
 10 recipiente de lixiviación a través del cuerpo del agitador.

Puede lograrse otra ventaja más formando una
 suspensión acuosa del mineral, y añadiendo después la sus-
 pensión al ácido, preferiblemente inyectando la suspensión
 en el ácido en el recipiente de lixiviación, estando el áci-
 15 do en agitación, y con puesta a presión del recipiente.

Preferiblemente, la disolución de lixiviación
 se forma y se calienta en tandas repetidas, cada una de
 las cuales se forma a una temperatura de menos de 100°C an-
 tes de calentarlo a una temperatura igual o superior al pun-
 20 to de fusión del azufre para los fines indicados, siendo,
 sin embargo, la transición térmica tan rápida como sea posi-
 ble, para reducir al mínimo la formación de azufre "gomoso"
 en la transición. Más adelante se dan fórmulas de reacción
 típicas, incluyendo las dos últimas el precipitado de hi-
 25 dróxido de hierro producido en el intervalo superior de tem-
 peratura de la segunda realización:



1 peratura es crítica sólo porque no ha de permitirse que el
azufre fundido tome de nuevo el estado gomoso, en el que po-
dría absorber sustancias insolubles en el ácido, tales co-
5 mo silicatos, lo que a su vez adulteraría el subproducto de
azufre. Naturalmente, también es deseable perder la menor
cantidad posible de energía calorífica en la operación de
vaporización súbita, y por lo tanto, la temperatura en el
depósito de vaporización súbita se mantiene normalmente en
aproximadamente 80-100°C.

10 Como al cabo de un tiempo de aproximadamente
60 minutos la cantidad adicional del contenido de metal que
se extrae por el ácido es tan insignificante como para no
garantizar el funcionamiento durante más tiempo, el tiempo
de lixiviación óptimo es de unos 30-60 minutos.

15 Cuando el líquido de lixiviación es de alto
contenido de nitrato, es decir con 5 gramos por litro o más,
es preferible transferir el contenido metálico del ácido
nitríco en forma de nitratos a una disolución ácida de sul-
fato por extracción con disolventes, para hacer a la disolu-
20 ción más susceptible a las técnicas de precipitación dife-
rencial. Se ha encontrado a este respecto que cuando los lí-
quidos ácidos de nitratos de esta concentración se neutrali-
zan previamente, no causan la descomposición de los agentes
de extracción usados comúnmente en los procedimientos con-
25 vencionales de extracción con disolventes.

Además, se ha encontrado que cuando la tempe-
ratura de la disolución lixivadora se controla para esta-
blecer un contenido de hierro de no más de 15 gramos por
litro en el líquido de lixiviación, y se añade un neutrali-
30 zante del ácido al líquido para establecer un pH de aproxi-

1 madamente 1-2 y producir sales del ácido que son solubles
en el líquido, éste puede ponerse en contacto con un líqui-
do extractor orgánico acuoso insoluble específico para el
cobre, manteniendo al mismo tiempo el anterior pH en el lí-
5 quido, y el agente de extracción extrae el cobre en el líqui-
do de extracción sin el problema de que se formen en el lí-
quido hidróxidos metálicos insolubles y/u otras sales neu-
tralizantes del ácido y metálicas insolubles. El líquido ex-
tractor orgánico y el líquido se separan después relativa-
10 mente uno del otro y el cobre se recupera del líquido.

Preferiblemente, el neutralizante de ácido se
selecciona del grupo que consta de hidróxidos, carbonatos,
bicarbonatos y fosfatos de amonio y de metales alcalinos.
En la invención los neutralizantes preferidos son los hi-
15 droxidos de amonio, sodio y potasio.

El agente de extracción del líquido disolven-
te orgánico se selecciona preferiblemente del grupo que consta
de las hidroxioximas sustituidas en alfa y las 8-hidroxi-
quinoleínas sustituidas con hidrocarbilo.

20 La segunda realización antes citada proporció-
na un medio directo, en una sola operación, de controlar la
temperatura de la disolución lixivadora para reducir el
contenido de hierro aprovechable a 15 gramos por litro o
menos; y, por lo tanto, en la invención se prefiere emplear
25 el intervalo más alto de temperatura de esta realización du-
rante la operación de lixiviación. Sin embargo, la primera
realización citada proporciona también un medio de reducir
el contenido de hierro, aunque en dos operaciones como se
ha indicado.

30 En la primera realización citada, normalmente

1 el hierro se separa relativamente de la fase soluble en áci
do exenta de azufre precipitándolo en forma de hidróxido, y
separando después el hidróxido de la fase soluble en ácido,
también por técnicas convencionales tales como centrifuga-
5 ción, filtración, o similares. Tanto el hidróxido como los
materiales silícicos de la fase insoluble, son subproductos
muy apreciados comercialmente, tomando el último de ellos
la forma de un residuo neutro de consistencia arenosa que
es muy adecuado para la construcción de carreteras. La fase
10 insoluble puede producir también oro y platino.

En ambas realizaciones, cuando el contenido
de hierro es excesivo, el líquido puede someterse a trata-
miento en autoclave a más de aproximadamente 149°C para pre-
cipitar el hierro disuelto en forma de su óxido. Este efec-
15 to es posible aunque el líquido tenga una alta concentra-
ción de sulfato, como por ejemplo, en la segunda realiza-
ción.

En la etapa de recuperación final, el conteni
do o contenidos metálicos pueden cristalizarse, precipitar-
20 se y separarse unos de otros en un separador por gravedad;
y/o precipitarse preferencialmente como se ha dicho. La ope-
ración de precipitación puede efectuarse haciendo reaccio-
nar la fase soluble en ácido exenta de azufre y hierro y
previamente neutralizada (es decir un pH de aproximadamente
25 4,2-7), con un agente reductor a presión, en un autoclave
calentado y puesto a presión, para precipitar de la misma
el contenido o contenidos metálicos; o, alternativamente,
pueden usarse la separación electrolítica y otras técnicas
convencionales para el procedimiento de recuperación. Como
30 se ha indicado antes, sin embargo, la separación electrolí-

1 tica va precedida preferiblemente por una extracción con
disolventes, para transferir los contenidos metálicos a una
disolución de sulfato ácida antes de recuperarlos de la mis
ma.

5 Si el líquido de lixiviación contiene una can
tidad no despreciable de plata, ésta puede recuperarse por
precipitación con hidrógeno o separación electrolítica, y
cualquiera de estas operaciones puede realizarse antes de
que el líquido se someta a extracción con disolventes para
10 separar el cobre, por el superior potencial de oxidación de
la plata.

Para regenerar el ácido, la fase gaseosa del
recipiente de lixiviación se recoge fuera del recipiente y
los gases nitrogenados se oxidan a los óxidos superiores de
15 nitrógeno, y se entremezclan con agua en una torre de absor
ción. El ácido regenerado se devuelve después al recipiente
para volver a emplearlo. El ácido nítrico diluido generado
en el autoclave puede devolverse también al recipiente, o
puede neutralizarse con hidróxido de amonio y separarse en
20 forma de otro subproducto altamente vendible, nitrato de
amonio, compensándose de vez en cuando la diferencia de ni
vel de ácido por adición de una pequeña cantidad de nuevo
ácido al recipiente de lixiviación.

Las fases insoluble en ácido y la soluble en
25 ácido pueden separarse centrifugando o filtrando la disolu
ción desprovista de azufre y/o hierro para separar la fase
insoluble de la soluble.

El mineral puede estar en forma bruta o puede
enriquecerse hasta una concentración típica del orden de
30 aproximadamente 25-30% en peso o más.

1 El líquido agotado contiene sales solubles
del agente neutralizante. Estas se recuperan, por ejemplo,
evaporando el agua del líquido para cristalizar las sales.
Preferiblemente se usa amoníaco como agente neutralizante,
5 de modo que las sales son principalmente nitratos y/o sulfatos
de amonio.

El agua es, por lo tanto, el único componente
del líquido de lixiviación que se devuelve al medio ambiente,
suponiendo que no se usó ningún carbonato como agente
10 neutralizante, en cuyo caso también se enviaría dióxido de
carbono al medio ambiente.

DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

Estas características se entenderán mejor al
hacer referencia a los dibujos anexos, en los que

15 La FIGURA 1 es un diagrama de flujo de la primera
realización,

y la FIGURA 2 es un diagrama de flujo de la
segunda realización.

20 A continuación se explica el significado de
las referencias numéricas de los dibujos

Figura 1

- 2 : Almacenamiento de mineral de FeCuS_2
4 : Suspensión agitada
6 : Depósito de lixiviación agitado. 115-125°C. 3,5-8,4
25 kg/cm^2 manom. 30-60 min.
10 : Depósito de vaporización súbita. 80-100°C. Azufre
12 : Separación sólido-líquido de azufre
14 : Separación sólido-líquido de sustancias insolubles
en el ácido
30 16 : Separador por gravedad

- 1 18 : Almacenamiento de silicatos
 20 : Depósito de retención agitado. $\text{Fe}(\text{OH})_2$
 22 : Separación sólido-líquido de $\text{Fe}(\text{OH})_2$
 24 : Autoclave de H_2 . pH 4,2-7,0. Calor-presión
- 5 26 : Depósito de vaporización súbita. Cu Ag Ni
 28 : Separación sólido-líquido de contenido de metales
 30 : Separador por gravedad
 32 : Condensador (NO)- H_2O
 34 : (NO) + O_2 . 8,75 kg/cm²
- 10 36 : Torre de absorción
 38 : Almacenamiento de HNO_3
 42 : Almacenamiento de NH_4OH
 44 : Generador y depósito de almacenamiento de NH_3
- 15 Debajo y entre los cuadros 8 y 32 debe leerse: Aire comprimido
 " " " " " 12 y 14 " " : Azufre
 " " " " " 10 " " : Enriquecimiento en Zn y Ni
- Entre los cuadros 24 y 26 debe leerse: Opción (1)
 20 Entre los cuadros 44 y 38, abajo: (Opción 1)
 Debajo del cuadro 38: (Opción 2)
 " " " 24: (Opción 2)
- Figura 2
- 2 : Almacenamiento mineral
- 25 4 : Suspensión agitada
 6 : Autoclave de lixiviación agitado
 8 : Almacenamiento de HNO_3
 10 : Depósito de vaporización súbita
 32 : Condensador
 30 34 : Reactor de oxidación NO + O_2

- 1 36 : Torre de absorción
 46 : Filtro
 48 : Separación y recuperación de sustancias insolubles
 en ácido
- 5 52 : Separación y recuperación de Au, Pt
 54 : Depósito de retención agitado
 56 : Autoclave de hierro agitado
 58 : Filtro
 62 : Extractor orgánico
- 10 64 : Depósito de neutralización y precipitación de hierro
 66 : Filtro
 70 : Recipiente de evaporación y cristalización
 72 : Autoclave de H₂ para plata
 74 : Filtro
- 15 78 : Separación electrolítica de Ag
 80 : Separación orgánica
 84 : Autoclave de H₂
 86 : Depósito de separación electrolítica
 88 : Filtro
- 20 90 : Extractor de Zn
 92 : Separación electrolítica de Zn
 94 : Instalación de HNO₃
 96 : Generador de NH₃
 98 : Producción y almacenamiento de NH₄OH
- 25 Entre los cuadros 6 y 32, arriba, debe leerse: gas comprimido
- Debajo del cuadro 36 : Opción 1 del hierro
 Encima del cuadro 56 : Control de pH con NH₄OH
 Debajo del cuadro 56 : Opción 2 del hierro
- 30 Encima de los cuadros 72 y 78 : Para menas con contenido de Ag

1	A la izquierda del cuadro 78:	Opción 1 de Ni-Co
		Opción 2 de Ni-Co
	A la derecha del cuadro 52 :	Sílice
	Encima del cuadro 86	: Control de pH con NH_4OH
5	Encima del cuadro 84	: Opción 3 de Ni-Co
	" " " 62	: Control de pH con NH_4OH
	" " " 64	: Opción 2 del hierro
	Debajo del cuadro 98	: NH_4OH para el proceso
	Debajo del cuadro 88	: (Reciclo de H_2SO_4)
10	" " " 70	: NH_4NO_3 y/o $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

DESCRIPCION DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

Haciendo referencia al diagrama de flujo de la Figura 1, se observa que una parte del mineral o el concentrado se introduce, desde un punto de almacenamiento 2, en un depósito de mezcla 4, en el que se le añade agua, y la mezcla se agita para formar una suspensión del mineral. Mientras tanto, una cantidad estequiométrica del ácido se transfiere a un autoclave 6 desde un depósito de retención 8, y se prepara una disolución acuosa del ácido bajo una sobrepresión de aire comprimido a aproximadamente 7 kg/cm² manométricos, introduciéndose el aire en el autoclave o depósito 6 de lixiviación a través de un sistema de orificios en una paleta de un agitador alojado en su interior. A continuación, la suspensión se añade a la disolución acuosa de ácido agitada y puesta a presión con un pequeño calentamiento, hasta alcanzar una temperatura de mezcla de alrededor de 50-60°C, no siendo particularmente importante la densidad de pasta de la disolución lixivadora resultante, siempre que la disolución sea manejable y fácilmente transferible por bombeo a través de una conducción. Tan

1 pronto como el ácido y la suspensión se han mezclado bien,
la temperatura de la disolución se eleva a aproximadamente
115-125°C y la presión a 7 kg/cm² manométricos, respectiva-
5 bre la superficie de la disolución mientras ésta experimen-
ta una lixiviación durante unos 30-60 minutos, extrayéndose
los contenidos de metal en una proporción de aproximadamen-
te el 99,95 por ciento en este tiempo.

10 Cuando la extracción es completa, la disolución se
bombee a un depósito 10 de vaporización súbita de aproxima-
damente 80-100°C y cero kg/cm² manométricos, donde el azufre
fundido se aglomera en forma de perlas esféricas de approxi-
madamente 2-4 milímetros de diámetro, precipitado que en la
15 disolución forma una mata de azufre elemental en el fondo del
depósito. Después, la disolución se bombea a través de un ta-
miz 12 de malla de 290 a 547 micras de abertura, que separa
las partículas de 1/2 milímetro de diámetro o mayores, y la
mata de azufre elemental que queda sobre el tamiz se separa
después y se descarga del sistema como producto vendible de
20 97% de pureza.

La disolución, ahora exenta de azufre, se envía
después a un separador líquido-sólido 14, por ejemplo una cen-
trífuga de malla inferior a 33 micras, en el que la disolu-
ción se hila a través de las paredes para separar los sili-
25 catos insolubles en el ácido, y otras sustancias insolubles
tales como platino y oro. Las sustancias insolubles se trans-
fieren después a un separador por gravedad 16, en el que
el platino y el oro se separan de los silicatos, y
estos últimos se almacenan en 18 para su descarga del sis-
30 tema como producto comercializable, particularmente para
construcción de carreteras.

1 Alternativamente, las sustancias insolubles
pueden separarse por filtración o sedimentación.

5 El medio líquido del separador se transfiere
ahora a un depósito de almacenamiento 20 agitado, en el que
su pH se ajusta por adición de un exceso de hidróxido de
amonio, para precipitar el hierro ya exento de azufre en
forma de un hidróxido, siendo la cantidad de hidróxido de
amonio suficiente para estabilizar el hidróxido de hierro,
así como para neutralizar la disolución a un pH de aproxi-
10 madamente 4,2-7. La disolución se hace pasar de nuevo a
través de un separador 22 de líquido-sólido, tal como una
centrífuga más fina de una micra, y el hidróxido de hierro
se recoge y se descarga del sistema como otro producto alta-
mente vendible.

15 El medio ya exento de azufre y de hierro, se
transfiere después a un autoclave de hidrogenación 24, don-
de su temperatura se eleva a al menos 65°C, y preferible-
mente a una temperatura del orden de 187°C, para lograr el
tiempo óptimo de permanencia para el proceso de reducció-
20 que se efectúa en el autoclave. El hidrógeno se introduce
a una presión parcial de al menos 7 kg/cm² manométricas, y
preferiblemente del orden de 35 kg/cm² manométricos, mien-
tras la disolución se agita durante al menos 15 minutos, y
más preferiblemente del orden de 30 minutos. Después, la
25 presión parcial del hidrógeno se reduce a cero, y, al cabo
de un período de dos minutos, se eleva de nuevo a 35 kg/cm²
manométricos; después, suponiendo que la disolución se ha
nucleado previamente, se somete repetidamente a esta pulsa-
ción durante un total de aproximadamente 1 hora, para preci-
30 pitar el cobre de la disolución por el conocido proceso de

1 crecimiento cristalino catalizado. Después de ésto, la mata
de cobre en el fondo del autoclave 24 se bombea a un depósi
to 26 de vaporización súbita, para enfriar y disminuir la
presión sobre el material, y el precipitado se filtra, for-
5 mando una torta húmeda, en un separador de líquido-sólido
28, y después se seca y se apelmaza en una atmósfera de ni-
trógeno.

Si el mineral contiene plata, ésta se nuclea
juntamente con el cobre en el autoclave 24, y el precipita-
do se somete a vaporización súbita, se filtra y se seca, y
10 después se transfiere a un separador de gravedad 30, para
separar los metales respectivos.

Alternativamente, el cobre y la plata pueden
precipitarse preferencialmente en el autoclave 24, eleván-
dose la presión en el autoclave a proximadamente 84 kg/cm^2
15 manométricos con el fin de separar la plata.

También es posible recuperar los metales con-
tenidos por deposición electrolítica y otras técnicas con-
vencionales.

20 Si un mineral de cobre contiene níquel, el
cobre (y la plata) se precipitan sin llegar al agotamiento,
y el efluente del autoclave 24 se recircula al depósito 6
de lixiviación, hasta que la concentración de níquel es tal
que puede precipitarse completamente una pequeña cantidad
de cobre, con el níquel sobre su superficie, produciendo
25 así un níquel contaminado con cobre que puede separarse del
sistema.

Igualmente, si el mineral contiene zinc, el
efluente del autoclave 24 se recircula al depósito 6 de li-
xiviación hasta que se alcanza una concentración a la que
30

1 es conveniente desviar el efluente a una batería de deposi-
ción electrolítica para recuperar el zinc.

5 Si el mineral contiene plomo, éste se preci-
pita en el depósito de lixiviación en forma de sulfato de
plomo, y el sulfato se separa después con el hidróxido de
hierro.

10 Para regenerar el ácido, la fase gaseosa del
depósito de lixiviación 6 se sangra a un condensador 32,
donde se separa el vapor de agua de la misma, y la fase se
pone después a presión con oxígeno a unos 9 kg/cm² manomé-
tricos (véase etapa 34) para oxidar los gases de nitrógeno
a óxidos superiores de nitrógeno, tales como pentóxido de
nitrógeno; después, los óxidos se hacen burbujear a través
15 de una torre de absorción 36 para entremezclarlos con agua
para la formación de nuevo ácido nítrico.

20 El ácido nítrico diluido generado en el auto-
clave 24 puede devolverse también al depósito 6 de lixivia-
ción; o, alternativamente, puede neutralizarse con hidróxi-
do de amonio y separarse como otro subproducto muy aprecia-
do comercialmente, nitrato de amonio, reponiéndose de vez
en cuando la diferencia de nivel de ácido por adición de
una pequeña cantidad de nuevo ácido al depósito de suminis-
tro de ácido. Véanse las etapas 38-44.

25 Haciendo ahora referencia a la Figura 2, se
observa que, como en la Figura 1, una parte del mineral o
el concentrado se introduce, desde el punto de almacenamien-
to 2, a un depósito de mezcla 4, en el que se añade agua y
la mezcla se agita para formar una suspensión del mineral.
Entretanto, se añaden agua y una cantidad estequiométrica
30 de ácido nítrico al autoclave 6, tomándose el ácido del

1 depósito de retención 8. En el autoclave, la disolución
acuosa de ácido se agita como en la Figura 1, y se lleva
a una temperatura de trabajo de aproximadamente 125-160°C,
y preferiblemente 138-149°C. También se establece una sobre
5 presión gaseosa de alrededor de 5,6 a 7 kg/cm² manométricos,
usando aire comprimido o algún otro gas relativamente
inerte como se ha explicado antes. Finalmente, cuando la
disolución está a la temperatura de trabajo, la suspensión
de mineral se inyecta en la disolución por medio de una
10 bomba dosificadora, y se establece en la disolución una
concentración de ácido de aproximadamente 30-50% en volumen.
men.

Si el mineral contiene sulfuros, éstos se convierten en azufre elemental y/o sulfatos, dependiendo la
15 cantidad del uno con respecto a los otros de la concentración global de ácido, la temperatura, el tiempo de inyección de suspensión, y el tiempo total de lixiviación. En general, cuanto más largo es el tiempo de lixiviación y más alta la temperatura y la concentración global de ácido,
20 mayor es la formación de sulfato. Asimismo, cuanto más largo es el tiempo de lixiviación y más alta la temperatura y la concentración global de ácido, menor es la concentración de hierro en el líquido de lixiviación a medida que el líquido sale del autoclave, y mayor es la recuperación
25 de óxidos de nitrógeno y por lo tanto la recuperación de ácido nítrico. Típicamente, al cabo de alrededor de una hora de tiempo de lixiviación en el intervalo antedicho de temperaturas, los sulfuros de níquel, cobre, plata, zinc y cobalto están sustancialmente solubilizados en la disolución
30 lixivadora en forma de nitratos y sulfatos de estos

1 metales, y el hierro está sustancialmente precipitado en
forma de óxido hidratado. El precipitado se reúne en el fon
do del autoclave con los demás materiales insolubles, y, co
mo en la Figura 1, éstos son principalmente materiales re-
5 fractarios tales como sílice, y metales nobles tales como
oro y platino.

Como se ha indicado, no siempre se convierte
el azufre por completo en la forma de sulfato. Por lo tanto
cuando la extracción se considera económicamente completa,
10 la disolución se bombea a un depósito de vaporización súbi-
ta 10, en el que la presión de la disolución se disminuye
hasta aproximadamente cero kg/cm^2 y su temperatura se redu-
ce a aproximadamente el punto de ebullición de la disolu-
ción, es decir aproximadamente 93 a 104°C. En el depósito
15 de vaporización súbita, cualquier cantidad de azufre fundi-
do que estaba presente en la disolución solidifica y se
reúne con los demás precipitados en el fondo del depósito.
Los precipitados acumulados se separan después del líquido
en un filtro 46 y se envían a una etapa de separación y re-
20 cuperación 48, donde el contenido de hierro se convierte en
óxido de hierro y el óxido se separa de los demás precipi-
tados. Cualquier cantidad de mineral que no haya reaccionado
se devuelve al autoclave 6 por la tubería 50. La fracción
de silicatos se envía a otra etapa de recuperación 52, don-
25 de el oro y el platino, si están presentes, se separan y
recuperan de la fracción por medios convencionales. Si hay
cantidad apreciable de azufre en los precipitados, se puede
separar como en la Figura 1.

Mientras tanto, el líquido filtrado se trans-
30 fiere desde el filtro 46 a un depósito de retención 54 agi-

1 tado, donde se añade al líquido un agente neutralizante del
ácido, tal como hidróxido de amonio. El grado en que se neu-
traliza el ácido depende de la cantidad de hierro sin preci-
5 pitar que queda en el líquido, de la naturaleza y el conte-
nido de los demás metales en el líquido, incluyendo la natu-
raleza y el contenido de níquel, cobalto, plata, zinc y co-
bre en sus diversas formas, y finalmente, del método a em-
plear para separar el hierro que no ha precipitado. Si el
líquido contiene sólo hierro y cobre sin precipitar como ma-
10 teriales económicamente recuperables, puede usarse una de
dos opciones para la recuperación del contenido de hierro.
Véanse las Opciones 1 y 2 del Hierro de la Figura 2. Sin em-
bargo, si el líquido contiene una cantidad apreciables de
hierro sin precipitar, así como uno o más de los metales ní-
15 quel, cobalto, zinc, cobre y plata, es más económico recu-
perar el contenido de hierro por medio de los que se indi-
ca como Opción 1 del Hierro en la Figura 2. Sin no hay pre-
sente nada de hierro no precipitado en el líquido, o la con-
centración es relativamente pequeña, como por ejemplo cuan-
do el mineral está esencialmente exento de hierro, no es ne-
20 cesario usar ninguna de las dos opciones del hierro.

Haciendo ahora referencia a la Opción 1 del
Hierro, se observa que la disolución del depósito de reten-
ción 54 se transfiere a un autoclave agitado 56, donde la
25 disolución se calienta a una temperatura de alrededor de
149 a 260°C, y se mantiene a una presión igual a la presión
de vapor de la disolución a esa temperatura. Asimismo, se
añade a la disolución más agente neutralizante de ácido, si
la cantidad que se añadió en el depósito 54 era insuficien-
30 te. Finalmente, el hierro precipita de la disolución en for-

1 ma de una mezcla óxido/hidróxido férrico, que está sustan-
cialmente exenta de contenido metálico no ferroso y en una
forma que es fácilmente separable por filtración de la diso-
lución. La disolución se transfiere después a un filtro 58
5 con el precipitado de hierro, y el precipitado se recupera
como otro producto vendible, mientras que el líquido exento
de hierro se envía a la siguiente etapa de recuperación del
proceso, usando una tubería de alimentación 60.

10 Alternativamente, en la Opción 2 del Hierro,
la disolución que contiene hierro contenida en el depósito
54 se envía directamente a la tubería de alimentación 60,
que introduce la disolución a su vez en un extractor con di-
solvente 62. En el extractor se usa un agente de extracción
específico para el cobre, y una vez sometida la disolución
15 a un proceso de extracción del cobre, como se explicará, se
transfiere después a un depósito de neutralización y preci-
pitación de hierro 64, donde se agita la disolución y se le
añade una cantidad estequiométrica de hidróxido de amonio o
algún otro agente neutralizante del ácido. Sin embargo, en
20 este caso se precipita hidróxido férrico, estando el pH en
el intervalo de 4-7. El hidróxido férrico se filtra y se
recupera en 66, y la disolución acuosa de sales agotada en
hierro se transfiere por la tubería de alimentación 68, a
un recipiente de evaporación y cristalización 70, donde se
25 recuperan también las sales que hay en la disolución.

Hay también una opción intermedia para el ca-
so en que la disolución de la tubería de alimentación 60
contenga una proporción no despreciable de plata. En este
caso, la disolución se transfiere a una etapa 72, 74 y 78
30 de recuperación de plata, en la que la disolución se some-

1 te a una separación electrolítica o a tratamiento en auto-
clave con hidrógeno. En este último caso, la disolución se
calienta a 121-176°C en un autoclave agitado 72 y se expone
a hidrógeno gaseoso, manteniéndose al mismo tiempo a una
5 presión total de entre 35 kg/cm² manométricos y 49 kg/cm²
manométricos. En estas condiciones, la plata precipita, y
se separa de este modo de una disolución que contiene otras
sustancias aprovechables, tales como níquel, cobalto, zinc
y cobre. El contenido del autoclave 72 se hace pasar después
10 a través de un filtro 74 para recuperar la plata. La disolu-
ción agotada en plata se devuelve a la tubería de alimenta-
ción 60, por donde puede entrar en el extractor con disolven-
tes 62, o, si la disolución no contiene cobre, puede ir di-
rectamente a una etapa de recuperación de níquel-cobalto 76
15 etc., donde se separan estos últimos metales si están pre-
sentes en la disolución.

Alternativamente, la disolución que contiene
plata puede someterse a una separación electrolítica en 78,
y enviarse después al extractor con disolventes 62; o, si
20 la disolución no contiene cobre en absoluto, puede enviar-
se a la etapa de recuperación de níquel-cobalto, como se
hace en el caso de la opción de tratamiento en autoclave.

Suponiendo ahora que el líquido de la tubería
60 contiene cobre en cantidades deseables, el líquido se
25 somete a extracción por medio de un agente orgánico de ex-
tracción específico del cobre, tal como una disolución en
queroseno de LIX-64N, un agente de extracción fabricado por
la General Mills Corporation de Minneapolis, Minnesota. El
procedimiento de extracción se efectúa en una cámara 62 de
30 extracción de etapas múltiples en contracorriente, en la

1 que la fase acuosa se mezcla bien con la fase orgánica, y
después se deja que se separen las fases. Ambas fases se
transfieren después en contracorriente a otras etapas, y se
repite la operación. Mientras tanto, se añade a la fase
5 acuosa un agente neutralizante de ácido, tal como hidróxido
de amonio, para controlar su pH en el intervalo de aproxima-
damente 1-2. Esto ayuda a transferir el cobre, y suponiendo
que hay una mezcla adecuada de las fases, tres etapas de
contacto, y una relación de caudal acuoso a orgánico adecua-
10 da, se separa cobre de la fase acuosa en proporciones mayo-
res del 99%.

Si no hay presente ningún contenido de metal
deseable en la fase acuosa agotada en cobre, se envía direc-
tamente al recipiente 70 de evaporación y cristalización.
15 Sin embargo, si hay presentes níquel y/o cobalto, se envía
a la etapa 76 de recuperación de níquel/cobalto. Entretanto
la fase orgánica que lleva cobre se somete a una separación
del cobre en el depósito de separación 80, usando una diso-
lución separadora de ácido sulfúrico diluido. El funciona-
20 miento de este depósito es en gran parte igual que el de la
cámara de extracción 62, ya que las fases respectivas flu-
yen en contracorriente entre sí y se mezclan y se separan
en cada etapa. Al final de la operación, la fase orgánica
del depósito agotada en cobre se recircula a la cámara 62,
25 y la disolución ácida de sulfato separadora de cobre se lle-
va, a través de la tubería de alimentación 82, o bien al
autoclave de tratamiento con hidrógeno 84, o a un depósito
de separación electrolítica, 86.

30 En el autoclave 84, la disolución separadora
se agita y se calienta a una temperatura elevada, es decir

1 de 176 a 232°C. Además, la disolución se expone a la acción
de hidrógeno gaseoso y se mantiene a una presión total de
unos 35 kg/cm² a 49 kg/cm². En estas condiciones, el cobre
precipita en forma de polvo finamente dividido que está sus-
5 tancialmente exento de impurezas. El polvo se separa en un
filtro 88. El ácido sulfúrico diluído que se genera en la
reacción se recircula a la etapa de separación orgánica del
depósito 80.

10 En el depósito 86 de separación electrolítica,
el cobre se recupera por métodos convencionales de separa-
ción electrolítica, y el ácido sulfúrico diluído que se ge-
nera en el depósito se recircula al separador orgánico 80.

15 Si hay níquel y cobalto presentes en el líqui-
do, pueden extraerse del mismo por medio de un agente de
extracción orgánico, tal como LIX-64N en queroseno, de mo-
do similar al procedimiento de extracción de cobre. Véase
la opción 2 de Níquel-cobalto. Sin embargo, para que tenga
lugar la extracción, el pH del líquido tiene que mantenerse
en alrededor de 6 o más, y ésto se logra añadiendo una
20 cantidad suficiente de agente neutralizante de ácido, tal
como hidróxido de amonio. Una vez más se usa ácido sulfú-
rico diluído para separar los metales de la fase orgánica,
y los metales se separan a su vez de la disolución de sul-
fatos por separación electrolítica en el depósito 86. En-
25 tretanto, el ácido sulfúrico generado se recicla a la eta-
pa de separación orgánica. Alternativamente, los metales
pueden recuperarse por hidrogenación, como se ha indicado.

30 Si hay presentes níquel y cobalto, la fase acuosa
agotada en cobre puede someterse también a la opción de
transferirla directamente o bien a la acción del autoclave

1 de hidrogenación 84, o del depósito 86 de separación elec-
trolítica. Véase la Opción 3 de níquel-cobalto.

5 Además, cuando el líquido de lixiviación no
contiene una cantidad de cobre económicamente atractiva,
pero contiene níquel y/o cobalto, puede transferirse di-
rectamente al depósito de hidrogenación 84, o al depósito
de separación electrolítica 86. Véase la Opción 1 de Ní-
quel-cobalto. Es decir, puede dejarse en derivación la
etapa de extracción orgánica.

10 En el procedimiento de hidrogenación, la di-
solución que contiene níquel y/o cobalto se agita y se ca-
lienta a una temperatura elevada, del orden de unos 149 a
260°C. También se mantiene una sobrepresión de hidrógeno,
hasta una presión total de aproximadamente 35 kg/cm² a
15 unos 63 kg/cm². Puede usarse también un germen metálico u
otro catalizador adecuado. También en este caso el metal
o los metales se recuperan en forma de polvo, y si se re-
cuperan ambos, pueden separarse por cualquiera de entre
varios métodos convencionales, incluyendo la precipita-
ción del cobalto en forma de carbonato en una disolución
20 de carbonato de amonio, en la que el níquel es soluble.

Si hay presente una cantidad apreciable de
zinc en el mineral, la disolución acuosa de sales agotada
en hierro que sale del filtro 66 se somete a una extrac-
ción por cambio de iones (u otro procedimiento de extrac-
ción) en el extractor 90. La fase orgánica se somete a se-
paración y la disolución separadora se lleva después a un
25 depósito 92 de separación electrolítica. Mientras tanto,
la fase acuosa agotada en zinc del extractor 90 se envía
al recipiente 70 de evaporación y cristalización.
30

1 Independientemente de qué camino siga el pro-
ceso, el líquido agotado del recipiente 70 se trata con
una proporción estequiométrica de un agente neutralizante
de ácido. El líquido se evapora después para cristalizar
5 las sales nitrato y/o sulfato que hay presentes. Si se usó
amoníaco como agente neutralizante de ácido en todo el pro-
ceso, las sales son principalmente nitratos o sulfatos de
amonio. Estas son perfectamente vendibles en la industria
agrícola como fertilizantes.

10 Para regenerar el ácido nítrico que se usa en
el autoclave 6, la fase gaseosa se sangra del autoclave y
se transfiere a un condensador 32, donde se separa el va-
por de agua que hay en la fase. Los gases se oxidan después
15 con oxígeno o aire en un reactor de oxidación 34, y los
óxidos superiores de nitrógeno resultantes se hacen pasar
en contracorriente con agua en una torre de absorción 36,
para generar el ácido.

La fase gaseosa que hay en el autoclave 6 tie-
ne un contenido particularmente alto de óxidos nitrosos.

20 El ácido regenerado se suplementa por medio
de una instalación 94 productora de ácido, a la que alimen-
ta a su vez un generador de amoníaco 96, que también alimen-
ta a una instalación 98 de hidróxido de amonio.

25 Los ejemplos siguientes ilustran el procedi-
miento. En cada uno de los tres primeros ejemplos, una mues-
tra de 200 gramos del mineral se trató en un autoclave de
acero inoxidable a una densidad de pasta de 287 gramos/li-
tro. Usando una extracción teórica de 100% del cobre, pla-
ta o níquel, se produjo un líquido de lixiviación de alre-
30 dedor de 60-100 gramos/litro para la recuperación óptima

1 de los metales.

EJEMPLO 1

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

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

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

El concentrado tiene la siguiente distribución de tamaño de partículas:

	<u>Malla (micras)</u>	<u>% en peso</u>
	-297	1,3
15	-210	3,5
	-149	5,2
	-105	8,2
	- 74	7,0
	- 53	6,1
20	- 44	8,7

Se hicieron variaciones en la temperatura, la sobrepresión, la relación de concentración de ácido a mineral, el tiempo de lixiviación, y el grado de agitación, para determinar su efecto en la puesta en disolución del cobre.

25 Una vez lixiviada cada muestra, el residuo se lavó, se filtró, se secó y se analizó.

Para una muestra de 200 gramos se necesitan 654 mililitros de ácido al 40% para alcanzar la proporción estequiométrica.

30 Los resultados se indican en las tablas 1 a 5 siguientes.

TABLA 1
(PARAMETRO DE TEMPERATURA)

DEPOSITO DE LIXIVIACION					ANALISIS			EXTRACCION			
Temp. (°C)	Tiempo (Min)	Acido Conc. (%)	Vol. (ML)	Gas usado	Conc de Cu (g)	Cu (%)	Fe (%)	S. Sust. insolubles (%)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)
101	60	40	654	O ₂	200	2,34	7,1	32,5	98,95	94,3	83,2
105	↓	↓	↓	↓	↓	5,46	9,8	30,4	95,2	91,06	82,3
110	↓	↓	↓	↓	↓	2,97	7,85	13,8	98,27	95,28	94,64
115	↓	↓	↓	↓	↓	,3	7,5	20,9	99,8	95,26	91,46
120	↓	↓	↓	↓	↓	,2	8,2	--	99,88	94,66	--
125	↓	↓	↓	↓	↓	,2	6,2	26,3	99,88	95,96	88,9

TABLA 1A

105	60	40	654	N ₂	200	6,4	14,6	31,5	95,1	86,3	81,0
110	↓	↓	↓	↓	↓	5,24	10,2	31,45	95,2	90,3	80,5
120*	↓	↓	↓	↓	↓	5,5	13,7	27,2	95,2	88,0	84,5
125*	↓	↓	↓	↓	↓	5,4	14,5	28,7	95,0	86,1	82,4
130*	↓	↓	↓	↓	↓	5,2	14,7	29,2	95,5	87,6	83,1

* Velocidades típicas de agitac. con propulsor grande

TABLA 1
(PARAMETRO DE TEMPERATURA)

<u>DEPOSITO DE LIXIVIACION</u>								
Temp. (°C)	Tiempo (Min)	Acido		Gas		Conc de Cu (g)	Cu (%)	Fe (%)
		Conc (%)	Vol (ML)	usado	sobrepresión (kg/cm ²)			
101	60	40	654	O ₂	7	200	2,34	7,1
105	↓	↓	↓	↓	↓	↓	5,46	9,8
110	↓	↓	↓	↓	↓	↓	2,97	7,8
115	↓	↓	↓	↓	↓	↓	,3	7,1
120	↓	↓	↓	↓	↓	↓	,2	8,1
125	↓	↓	↓	↓	↓	↓	,2	6,1

<u>TABLA 1A</u>								
105	60	40	654	N ₂	7	200	6,4	14,0
110	↓	↓	↓	↓	↓	↓	5,24	10,1
120*	↓	↓	↓	↓	↓	↓	5,5	13,1
125*	↓	↓	↓	↓	↓	↓	5,4	14,1
130*	↓	↓	↓	↓	↓	↓	5,2	14,1
* Velocidades típicas de agitac. con propulsor grande								

5

3

TEMPERATURA)

<u>ANALISIS</u>				EXTRACCION		
Cu	Fe	S.	Sust. insolubles	Cu	Fe	S
(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
2,34	7,1	32,5	52,4	98,95	94,3	83,2
5,46	9,8	30,4	46,6	95,2	91,06	82,3
2,97	7,85	13,8	69,8	98,27	95,28	94,64
,3	7,5	20,9	66,4	99,8	95,26	91,46
,2	8,2	--	--	99,88	94,66	--
,2	6,2	26,3	64,4	99,88	95,96	88,9
6,4	14,6	31,5	44,7	95,1	86,3	81,0
5,24	10,2	31,45	--	95,2	90,3	80,5
5,5	13,7	27,2	47,7	95,2	88,0	84,5
5,4	14,5	28,7	43,8	95,0	86,1	82,4
5,2	14,7	29,2	46,6	95,5	87,6	83,1

TABLA 2
PARAMETRO DE PRESIC.

DEPOSITO DE LIXIVIACION						ANALISIS				EXTRACCION		
Sobrepres. de gas (kg/cm ²)	Gas usado	Tiempo (min)	Temp. (°C)	Acido Conc. (%) Vol (ML)	Conc. de Cu en peso (g)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)	Sust. insolubles (%)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)
3,5	0,2	60	105	40	654	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					
Sobrepres. de gas (kg/cm ²)	Gas usado	Tiempo (min)	Temp. (°C)	Acido Conc. (%) Vol (ML)	Conc. de Cu en peso (g)
3,5	N ₂	60	105	40	654
4,2					
4,9					
5,6					
6,3					
7,0					
7,7					
8,4					
9,1					

TABLA 2
PARAMETRO DE PRESIO

<u>DEPOSITO DE LIXIVIACION</u>							Cu	Fe
Sobrepres. de gas (kg/cm ²)	Gas usado	Tiempo (min)	Temp. (°C)	Acido Conc (%)	Vol (ML)	Conc.de Cu en peso (g)	(%)	(%)
3,5	O ₂	60	105	40	654	200	2,1	8,0
4,9	↓	↓	↓	↓	↓	↓	4,03	8,4
8,4	↓	↓	↓	↓	↓	↓	2,6	8,73

TABLA 2A

3,5	N ₂	60	105	40	654	200	6,5	14,1
4,2	↓	↓	↓	↓	↓	↓	7,0	15,0
4,9	↓	↓	↓	↓	↓	↓	6,9	15,3
5,6	↓	↓	↓	↓	↓	↓	6,5	15,05
6,3	↓	↓	↓	↓	↓	↓	6,3	14,1
7,0	↓	↓	↓	↓	↓	↓	6,4	14,6
7,7	↓	↓	↓	↓	↓	↓	9,7	16,2
8,4	↓	↓	↓	↓	↓	↓	11,1	18,1
9,1	↓	↓	↓	↓	↓	↓	12,35	17,85

<u>ANALISIS</u>				<u>EXTRACCION</u>		
Cu	Fe	S	Sust. insolubles	Cu	Fe	S
(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
2,1	8,0	32,9	54,5	98,4	93,75	83,7
4,03	8,4	34,3	52,2	96,6	93,25	82,4
2,6	8,73	26,8	56,9	98,0	93,4	87,3
6,5	14,1	31,3	46,8	94,4	87,5	81,9
7,0	15,0	22,5	43,2	93,5	85,5	85,9
6,9	15,3	30,9	44,2	93,6	85,5	81,1
6,5	15,05	26,85	43,75	93,9	85,5	83,4
6,3	14,1	31,60	42,7	93,9	86,1	79,9
6,4	14,6	31,5	44,7	94,2	86,25	81,0
9,7	16,2	28,2	45,8	91,4	85,2	83,4
11,1	18,1	30,4	40,8	88,8	81,4	79,8
12,35	17,85	30,45	39,35	87,2	80,9	79,2

TABLA 3
(PARAMETRO DE TIEMPO)

DEPOSITO DE LIXIVIACION					ANALISIS				EXTRACCION		
Tiempo (Min)	Temp. (°C)	Gas Usado (kg/cm ²)	Acido Conc. Vol (%)	Conc. de Cu en peso (g)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)	Sust. insolubles (%)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)
10	105	0,2	40	200	13,6	18,6	29,6	34,0	83,7	75,0	76,5
20					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

No	<u>ANALISIS</u>				<u>EXTRACCION</u>		
	Cu	Fe	S	Sust. insolubles	Cu	Fe	S
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
	13,6	18,6	29,6	34,0	83,7	75,0	76,5
	12,3	17,4	29,6	41,6	87,9	82,4	80,75
	7,5	14,7	22,7	52,4	94,2	88,25	88,4
	7,8	13,2	31,5	40,2	92,0	86,2	78,8
	5,9	12,1	29,5	49,1	95,1	89,1	83,75
	2,5	9,1	30,2	55,7	98,1	90,3	85,4

TABLA 4
(PARAMETRO DE CONCENTRACION DE ACID)

DEPOSITO DE LIXIVIACION						ANALISIS				EXTRACCION		
Conc (%)	Acido Vol (ML)	Conc. de Cu en peso (g)	Tiempo (Min)	Temp (°C)	Gas usado! Sobrepres. (kg/cm ²)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)	Sust. insolubles (%)	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	870	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 propulsor normalizado.

POOR QUALITY

TABLA 4
(PARAMETRO DE CONCENTRACION DE ACID)

DEPOSITO DE LIXIVIACION

Conc (%)	Acido		Conc. de Cu en peso (g)	Tiempo (Min)	Temp (°C)	Gas		Cu (%)	Fe (%)
	Vol (ML)					usado	Sobrepr. (kg/cm ²)		
10	1050		80,5	60	120	0 ₂	7	14,0	17,6
20	653		100	↓	↓	↓	↓	12,8	17,0
30	870		200	↓	↓	↓	↓	13,2	9,4
40	654		↓	↓	↓	↓	↓	0,2	8,2
50	522		↓	↓	↓	↓	↓	0,2	7,6
40	350		↓	↓	↓	↓	↓	15,0	22,5
40	1050		↓	↓	↓	↓	↓	1,1	7,8
40*	654		↓	↓	↓	↓	↓	0,4	7,0

* agitación a alta velocidad con propulsor normalizado.

ANALISIS				EXTRACCION		
Cu	Fe	S	Sust. insolubles	Cu	Fe	S
(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
14,0	17,6	28,3	36,8	84,5	79,8	79,25
12,8	17,0	26,9	39,1	86,55	83,75	81,4
13,2	9,4	25,7	58,4	97,6	93,2	88,2
0,2	8,2	---	---	99,8	95,4	---
0,2	7,6	18,2	70,2	99,8	99,5	93
15,0	22,5	40,2	21,7	90,6	56,4	49,8
1,1	7,8	22,2	60,4	99,2	94,6	90,2
0,4	7,0	22,9	67,4	99,6	95,6	90,9

1

EJEMPLO II

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

5

Cu	24,6%
Ag	4312 gr. por Ton
Fe	27,0%
S	38,0%
Insolubles	7,4%

10

Sólo requirió confirmación el tiempo de lixiviación, dados los parámetros establecidos en el Ejemplo I.

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

15

(Véase Tabla 6).

EJEMPLO III

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

20

Cu	22,8%
Ni	6,7%
Ag	3812 gr. por Ton
Fe	23,0%
S	39,0%
Insolubles	6,8%

25

También en este caso sólo se necesitó una confirmación de tiempo, y los resultados se basaron en la proporción estequiométrica y una distribución comparable de tamaños de partículas.

30

(Véase Tabla 7).

TABLA 5
(PARAMETRO DE AGITACION)

DEPOSITO DE LIXIVIACION						ANALISIS				EXTRACCION					
Agitación	Método de la suspensión	Temp (°C)	Tiempo (min)	Conc. (%)	Acido Vol (ML)	Gas usado	Sobrepresión (kg/cm ²)	Conc. de Cu en peso (g)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)	Sust. in-solubles (%)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)
Ninguna	Estandar	120	60	40	654	10,2	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
Estandar									0,2	8,2	---	---	99,8	95,4	---
Alta velocidad									0,4	7,0	22,9	67,4	99,7	95,6	90,8
Normalizada	Inyec.								0,18	6,83	28,2	63,8	99,9	95,5	88,1
Normalizada	Mezcla								2,7	10,5	14,2	75,2	98,5	94,2	94,9

▷ con propulsor grande de paletas

◁ En el depósito

TABLA 5
(PARAMETRO DE AGITACION)

DEPOSITO DE LIXIVIACION							
Agitación	Método de la suspensión	Temp (°C)	Tiempo (min)	Acido		Gas	
				Conc (%)	Vol (ML)	usado	Sobres (kg)
Ninguna	Estandar	120	60	40	654	O ₂	
Inyección de O ₂		↓	↓	↓	↓	↓	↓
Estandar							
Alta velocidad							
Normalizada	Inyec.	↓	↓	↓	↓	↓	↓
Normalizada ▷	Mezcla ▷						

▷ con propulsor grande de paletas

▷ En el depósito

ANALISIS

EXTRACCION

Gas usado	Sobrepresión (kg/cm ²)	Conc. de Cu en peso (g)	ANALISIS				EXTRACCION		
			Cu (%)	Fe (%)	S (%)	Sust. insolubles (%)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)
O ₂	7	200	6,8	16,3	25,1	41,9	93,4	83,6	83,7
			9,9	15,5	28,1	38,5	89,5	83,2	80,2
			0,2	8,2	----	----	99,8	95,4	----
			0,4	7,0	22,9	67,4	99,7	95,6	90,8
			0,18	6,83	28,2	63,8	99,9	95,5	88,1
			2,7	10,5	14,2	75,2	98,5	94,2	94,9

TABLA 6
CONCENTRADO DE COBRE Y PLATA
ANÁLISIS DEL CONCENTRADO

Cu 24,6%
Ag 4312 g. por tm
Fe 27,0%
S 38,0%
Insolubles 7,4%

PARAMETRO DE TIEMPO

DEPOSITO DE LIXIVIACION

Tiempo (Min)	Temp. (°C)	Gas usado (kg/cm ²)	Acido Conc. Vol (%) (ML)	Conc. de Cu en peso (g)
15	120	0,2	40	200
30	↓	↓	↓	↓
45	↓	↓	↓	↓
60	↓	↓	↓	↓
75	↓	↓	↓	↓
90	↓	↓	↓	↓
120	↓	↓	↓	↓

EXTRACCION

ANÁLISIS DEL RESIDUO

Cu (%)	Ag (g/Tm)	Fe (%)	S (%)	Sust. insolubles (%)	Cu (%)	Ag (%)	Fe (%)	S (%)
4,23	1317	14,4	28,5	47,0	97,3	95,2	91,6	75,1
1,67	462	12,1	30,0	49,1	98,98	98,39	93,1	88,1
0,4	227	9,1	30,2	56,0	99,79	99,3	95,6	89,5
0,2	12,8	7,5	28,5	60,0	99,90	99,96	96,55	90,6
0,18	9,68	6,2	26,3	64,5	99,91	99,97	97,5	92,0
0,2	8,43	5,1	24,0	67,4	99,91	99,98	97,8	93,1
0,2	8,75	4,5	23,1	68,4	99,97	99,97	98,2	93,4

TABLA 6
CONCENTRADO DE COBRE Y PLATA

ANALISIS DEL CONCENTRADO

Cu 24,6%
 Ag 4312 g. por Tm
 Fe 27,0%
 S 38,0%
 Insolubles 7,4%

PARAMETRO DE TIEMPO

DEPOSITO DE LIXIVIACION

AN

Tiempo (Min)	Temp. (°C)	Gas usado	Sobrepres. (kg/cm ²)	Acido Conc. (%)	Vol (ML)	Conc. de Cu en peso (g)	Cu (%)	Ag (g/Tm)
15	120	O ₂	7	40	700	260	4,23	1317
30	↓	↓	↓	↓	↓	↓	1,67	462
45	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0,4	227
60	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0,2	12,8
75	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0,18	9,68
90	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0,2	8,43
120	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0,2	8,75

ANALISIS DEL RESIDUO					EXTRACCION			
Cu	Ag	Fe	S	Sust.insolubles	Cu	Ag	Fe	S
(%)	(g/Tm)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
4,23	1317	14,4	28,5	47,0	97,3	95,2	91,6	75,1
1,67	462	12,1	30,0	49,1	98,98	98,39	93,1	88,1
0,4	227	9,1	30,2	56,0	99,79	99,3	95,6	89,5
0,2	12,8	7,5	28,5	60,0	99,90	99,96	96,55	90,6
0,18	9,68	6,2	26,3	64,5	99,91	99,97	97,5	92,0
0,2	8,43	5,1	24,0	67,4	99,91	99,98	97,8	93,1
0,2	8,75	4,5	23,1	68,4	99,97	99,97	98,2	93,4

TABLA 7

CONCENTRADO DE PLATA-NIQUEL-COBRE

ANÁLISIS DEL CONCENTRADO

Cu	22,8%
Ni	6,7%
Ag	3812,5 g/m ³
Fe	23,0%
S	39,0%
Insolubles	6,8%

PARAMETRO DE TIEMPO

DEPOSITO DE LIXIVIACION

Tiempo (Min)	Temp. (°C)	Gas usado (kg/cm ²)	Acido Conc. Vol (%)	Conc. de Cu en peso (g)
15	120	0,2	40	200
30	↓	↓	↓	↓
45	↓	↓	↓	↓
60	↓	↓	↓	↓
75	↓	↓	↓	↓
90	↓	↓	↓	↓
120	↓	↓	↓	↓

ANÁLISIS DEL RESIDUO

Cu (%)	Ni (%)	Ag g/m ³	Fe (%)	S (%)	Sust. Insolub. (%)	Cu (%)	Ni (%)	Ag (%)	Fe (%)	S (%)
5,6	1,8	1503	14,0	27,3	42,4	96,0	95,8	93,25	90,25	88,8
2,1	0,9	541	12,0	29,3	49,9	98,75	98,17	97,94	92,9	89,8
0,48	0,4	275	9,4	25,8	58,1	99,75	99,30	99,10	95,2	92,25
0,21	0,11	17,5	6,2	26,4	65,0	99,90	99,83	99,95	97,2	92,95
0,19	0,10	12,5	5,0	24,4	67,4	99,92	99,85	99,96	97,7	93,6
0,20	0,10	9,4	4,4	28,6	64,1	99,91	99,84	99,97	98,0	92,25
0,22	0,10	9,4	4,0	27,0	65,6	99,90	99,84	99,97	98,2	92,75

EXTRACCION

TABLA 7
CONCENTRADO DE PLATA-NIQUEL-COBRE
ANALISIS DEL CONCENTRADO

Cu	22,8%
Ni	6,7%
Ag	3812 g/m ³
Fe	23,0%
S	39,0%
Insolubles	6,8%

PARAMETRO DE TIEMPO								
DEPOSITO DE LIXIVIACION								
Tiempo (Min)	Temp. (°C)	Gas		Acido		Conc. de Cu en peso: (g)	Cu (%)	Ni (%)
		usado	Sobrepres. (kg/cm ²)	Conc (%)	Vol (ML)			
15	120	O ₂	7	40	700	200	5,6	1,8
30	↓	↓	↓	↓	↓	↓	2,1	0,9
45	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0,48	0,4
60	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0,21	0,11
75	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0,19	0,10
90	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0,20	0,10
120	↓	↓	↓	↓	↓	↓	0,22	0,10

ANALISIS DEL RESIDUO

EXTRACCION

Cu	Ni	Ag	Fe	S	Sust. Insolub.	Cu	Ni	Ag	Fe	S
(%)	(%)	g/Tm	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
5,6	1,8	1503	14,0	27,3	42,4	96,0	95,8	93,25	90,25	88,8
2,1	0,9	541	12,0	29,3	49,9	98,75	98,17	97,94	92,9	89,8
0,48	0,4	275	9,4	25,8	58,1	99,75	99,30	99,10	95,2	92,25
0,21	0,11	17,5	6,2	26,4	65,0	99,90	99,83	99,95	97,2	92,95
0,19	0,10	12,5	5,0	24,4	67,4	99,92	99,85	99,96	97,7	93,6
0,20	0,10	9,4	4,4	28,6	64,1	99,91	99,84	99,97	98,0	92,25
0,22	0,10	9,4	4,0	27,0	65,6	99,90	99,84	99,97	98,2	92,75

1

EJEMPLO IV

5

Un líquido de lixiviación ácido bruto, filtrado, que contenía sulfato, procedente del Ejemplo I a un pH de aproximadamente 0,3, se hirvió y se evaporó hasta sequedad; después, los sólidos que quedaron se disolvieron de nuevo en agua. Se observó que los sólidos de hierro no entraban en disolución, sino que en su mayoría quedaban en su mayor parte en forma de óxido insoluble.

10

15

Por separado, 300 mililitros del líquido de lixiviación del Ejemplo I a un pH 0,3 se evaporaron hasta 150 mililitros, y se añadió hidróxido de amonio para llevar el pH de la disolución hasta 1,7. Después, la disolución se calentó en una bomba de presión de acero inoxidable hasta una temperatura constante de 150°C, mientras la bomba se purgaba de gases con oxígeno durante 20 minutos. Cuando se abrió la bomba, se observó que había precipitado óxido férrico.

20

Se hicieron otros ensayos en la bomba a temperaturas superiores. Se formó el óxido en todos los casos, y las temperaturas de 200°C y superiores formaron realmente un mejor producto de óxido férrico. Sin embargo, a 150°C se formó en todos los casos un precipitado cristalino del óxido, bien formado y fácilmente filtrable.

25

30

También se hicieron otros ensayos, que implicaron sembrar la disolución de lixiviación con varios compuestos químicos que se creía que podían catalizar la precipitación al calentar la disolución en un recipiente abierto. No obstante, ninguno de los compuestos químicos produjo un precipitado bien formado de hierro. Asimismo, el aumento de pH de 0,1 a 5,0 no aumentó la aptitud del precipi

1 tado para la filtración en un recipiente abierto.

EJEMPLO V

Un líquido de lixiviación de ácido nítrico, filtrado y estequiométricamente equilibrado, que contenía
5 50 gramos de cobre por litro y 35 gramos de hierro por litro en forma de sulfato/nitrato mixto, se calentó en un autoclave de acero inoxidable a 260°C. La temperatura indi
cada se mantuvo sólo durante unos 5 minutos y la disolu
ción se dejó enfriar rápidamente. El pH se mantuvo en 1,0.
10 La recuperación del hierro, en forma de óxido férrico negro, fué del 99% del total en disolución. El sólido era granular y fácilmente filtrable, y no contenía nada de cobre detectable.

EJEMPLO VI

15 Se observó que a temperaturas superiores a unos 125°C había un aumento brusco en la sulfatación del azufre en el líquido de lixiviación no filtrado resultante del Ejemplo I. Además, se observó que los ajustes de pH en los líquidos de lixiviación filtrados sometidos a la ac-
20 ción del autoclave en el Ejemplo IV, no afectaban aprecia- blemente al rendimiento del precipitado de óxido de hierro. Por lo tanto, se realizaron ensayos en los que la disolu-
ción de lixiviación del Ejemplo I se sometió a temperatu-
ras superiores a unos 125°C durante la operación de lixi-
25 viación, y se observó que durante la lixiviación precipita ba directamente de la disolución un óxido hidratado de hie-
rro filtrable. En la región inmediatamente superior a unos
160°C, parece que el precipitado es menos propicio a la
filtración.

30 Se consigue un efecto similar de precipita-

1 ción del óxido con muestras de cobre-plata y plata-níquel-
cobre tales como las usadas en los Ejemplos II y III. Igual
mente, el efecto puede conseguirse también con muestras que
contienen cobalto.

5

EJEMPLO VII

Un concentrado que contenía 15% de cobre, 10%
de zinc y 17% de hierro, se lixivió con ácido nítrico a una
concentración de 40%. La temperatura de la disolución se
mantuvo en 138°C y la presión del autoclave se mantuvo en
10 5,6 kg/cm² manométricos durante 45 minutos. La disolución
se agitó por medio de un agitador situado por encima y a
1000 rpm.

La suspensión lixiviada se filtró para sepa-
rar la fracción sólida del filtrado. La fracción sólida con-
tenía principalmente hidróxidos de hierro precipitados.
15 El líquido de lixiviación filtrado contenía 56,2 gramos de
cobre por litro, 8,7 gramos de hierro por litro, y 30,1 gra-
mos de zinc por litro.

EJEMPLO VIII

20 El zinc tiene una química similar en disolu-
ción en ácido nítrico, y puede esperarse que reaccione co-
mo el cobre, la plata, el níquel y el cobalto bajo los pa-
rámetros antedichos, cuando un mineral de sulfuro de zinc
se somete a los procedimientos de los Ejemplos I-VII.

25

En los Ejemplos siguientes, unos líquidos de
lixiviación del tipo desarrollado en los Ejemplos I-VIII
anteriores, se someten a una extracción con disolventes pa-
ra la etapa de recuperación de metales, usando o bien la
"LIX-64N" antes citada, una hidroxioxima sustituida en al-
fa fabricada por General Mills Corporation de Minneapolis,
30

1 Minnesota, ó "Kelex 100", una 8-hidroxiquinoleína sustituí-
da con hidrocarbilo, fabricada por la Ashland Oil and Refi-
ning Company de Houston, Tejas.

EJEMPLO IX

5 Un líquido de lixiviación que contenía 53 gra-
mos de cobre por litro y 5,9 gramos de hierro por litro se
puso en contacto con una disolución orgánica de 30% en volu-
men de "LIX-64N" de General Mills y 70% en volumen de quero-
10 seno, en un aparato mezclador-sedimentador en contracorrien-
te en tres etapas. El pH del líquido se ajustó a aproximada-
mente 1,5 antes de introducirlo en la primera etapa de ex-
tracción, y tras cada etapa del mezclador-sedimentador ha-
bía un depósito de ajuste de pH, del que se extraían para
la etapa correspondiente la corriente de alimentación acuo-
15 sa y la de recirculación acuosa. En todos los depósitos el
pH se mantuvo continuamente en aproximadamente 1,5 añadien-
do hidróxido de amonio. Además, los depósitos eran de tal
tamaño que los precipitados de hidróxido que se formaban
se redisolvían, y se dispusieron telas metálicas y/o fil-
20 trantes para que los precipitados no pudieran pasar a la
etapa siguiente hasta que se hubieran disuelto de nuevo.

Se usó una relación de alimentación de mate-
rial orgánico a líquido de lixiviación de 12,7 a 1. Con
una recirculación acuosa en cada etapa, esta relación se
25 redujo a 1,12 a 1 para asegurar que las fases se mezclaban
a una buena velocidad y que había una buena velocidad de
transferencia de masas. Durante la operación de contacto
se introdujeron en la primera etapa 5,9 mililitros de lí-
quido de lixiviación acuoso por minuto, y en la tercera
30 etapa se introdujeron 75,1 mililitros de la fase orgánica

1 por minuto. La fase acuosa salía del sedimentador y entraba
en el depósito de ajuste de pH, y de la disolución existen-
te en este último se recircularon de nuevo al depósito de
mezcla 61 mililitros por minuto, y unos 6 mililitros por mi-
5 nuto se llevaron a la segunda etapa de extracción. Este es-
quema básico se siguió también para el resto de las etapas
de extracción. Se encontró que el 85,3% del cobre del líquido
se extrajo en la primera etapa, el 11,5% en la segunda
etapa, y el 2,6% en la tercera etapa. El producto refinado
10 que salía del depósito de ajuste de pH de la tercera etapa
contenía 0,34 gramos por litro de cobre, que representaban
una extracción de aproximadamente 99,4% del cobre. Ninguno
de los demás metales del líquido precipitó durante la tota-
lidad de la operación.

15

EJEMPLO X

De modo similar, un líquido de lixiviación
filtrado que contenía 65 gramos por litro de cobre se puso
en contacto en contracorriente, en un aparato mezclador-se-
dimentador continuo en tres etapas, y el pH del líquido se
20 mantuvo en 1,5 entre etapas por adición de hidróxido de amo-
nio. Asimismo, se mantuvo una relación de caudal orgánico
a acuoso de 1,12 a 1 en todo el proceso, usando una corrien-
te de recirculación acuosa. También la fase orgánica conte-
nía 30% de "LIX-64N" en queroseno. Se extrajo el 99,6% del
25 cobre del líquido, sin que precipitase ningún otro metal.

EJEMPLO XI

Una fase orgánica madre se transfirió conti-
nuamente desde una sección de extracción tal como la ante-
rior, a un aparato separador mezclador-sedimentador en dos
30 etapas (en contracorriente) y se mantuvo en el aparato una

1 relación de flujo orgánico a acuoso de 1,87 a 1. La separa-
ción se efectuó con una disolución de ácido sulfúrico que
contenía 180 gramos de ácido sulfúrico por litro. El elec-
trolito inicial contenía 20 gramos por litro de cobre y la
5 concentración final del electrolito era de 30 gramos de co-
bre por litro, lo que representaba una transferencia de co-
bre al electrolito de 10 gramos por litro. Se separó el
93,4% del cobre de la fase orgánica madre y el resto se re-
circuló a través de la sección de extracción.

10

EJEMPLO XII

Se usó un aparato de separación electrolítica en conjunción con un sistema líquido continuo de cambio de iones, del tipo empleado en los Ejemplos IX-XI. El apa-
rato trabajaba con una densidad de corriente de 2,5 ampe-
rios por decímetro cuadrado, y con agitación de aire y re-
15 circulación del electrolito. Los cátodos producidos se ana-
lizaron dando $99,8 \pm 0,2\%$ de cobre puro, y sin hierro ni
plomo detectables presentes. La eficiencia de la corriente
eléctrica fué mayor de 87,7%.

20

EJEMPLO XIII

El pH de un líquido de lixiviación de calco-
pirita se ajustó a 1,8 con hidróxido de amonio, y el líqui-
do se puso en contacto dos veces con una disolución orgáni-
ca que contenía 10% de "Kelex 100" de Ashland, 10% de deca-
25 nol, y 80% de queroseno. El líquido contenía 59,1 gramos
de cobre por litro y 7,1 gramos de hierro por litro. Entre
los contactos, el pH se ajustaba de nuevo a 1,8. Se usó
una relación de fase orgánica a acuosa de 8,4 a 1. No que-
dó cobre detectable en la fase acuosa, y la extracción se
30 completó hasta esencialmente el 100%. Para separar el co-

1 bre de la fase orgánica se usó ácido sulfúrico a 180 gra-
mos por litro. Se hicieron dos contactos a la relación
de fase orgánica a acuosa de 8,4 a 1. El 77% del cobre
se transfirió a la fase sulfúrica acuosa.

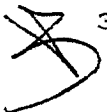
5

REIVINDICACIONES

10

15 Los puntos de invención propia y nueva, que
se presentan para que sean objeto de esta solicitud de
Patente de Invención, en España, son los que se recogen
en las reivindicaciones siguientes:

20 1ª.- Un método de recuperación de uno o más
metales del grupo que consta de cobre, plata, níquel,
cobalto y zinc a partir de un mineral del metal o los
metales que contiene azufre y hierro, que comprende entre-
mezclar el mineral y al menos una cantidad estequiométrica
de ácido nítrico de una concentración de aproximadamente
25 30 a 50% en volumen, para formar una disolución lixivadora
ácido acuosa de los mismos, calentar la disolución a una
temperatura igual o superior al punto de fusión del azufre,
al mismo tiempo que la disolución está contenida bajo pre-
sión en una atmósfera relativamente inerte, controlar la
temperatura de la disolución para precipitar sustancialmen-
30 te el contenido de hierro a partir de la disolución, sepa-

 30

1 rar relativamente el precipitado de hierro de la fase soluble en ácido de la disolución, y recuperar el contenido de metal o metales de la fase soluble en ácido.

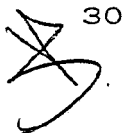
2^a.- Un método según la reivindicación 1^a,
5 en el que después de haber precipitado el contenido de hierro, la disolución se somete a vaporización súbita para precipitar de la misma cualquier cantidad de azufre insolubilizado, y el azufre precipitado se separa con el precipitado de hierro.

10 3^a.- Un método según la reivindicación 1^a, en el que las sustancias insolubles en el ácido se separan de la fase soluble en ácido antes de separar de la misma los contenidos de metales, y el precipitado de hierro se separa al mismo tiempo que las demás sustancias insolubles en
15 el ácido.

4^a.- Un método según la reivindicación 3^a, en el que una vez precipitado el contenido de hierro, la disolución se vaporiza súbitamente para precipitar de la misma cualquier cantidad de azufre insolubilizado, y el azufre precipitado se separa al mismo tiempo que las demás
20 sustancias insolubles en el ácido.

5^a.- Un método según la reivindicación 1^a, en el que el azufre se cristaliza en forma de una sal del mismo y se separa relativamente de la fase soluble en el ácido después de separar de la misma el contenido o contenidos de metales.
25

6^a.- Un método según la reivindicación 1^a, en el que la temperatura de la disolución de lixiviación se controla para que precipite el hierro en forma de una sal del mismo y después la sal se separa relativamente de la
30



1 fase soluble en el ácido.

7^a.- Un método según la reivindicación 6^a, en el que la fase soluble en ácido relativamente exenta de hierro se evapora para cristalizar y separar relativamente
5 el azufre de la misma en forma de una sal sulfato,

8^a.- Un método según la reivindicación 7^a, en el que la operación de precipitación del hierro se efectúa durante la etapa de lixiviación y la operación de cristalización de la sal sulfato se efectúa después de separar
10 el contenido de metal o metales de la fase soluble en el ácido.

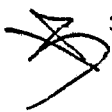
9^a.- Un método según la reivindicación 1^a, en el que el contenido de metal o metales se extrae con disolventes de la fase soluble en el ácido y después se recupera
15 del agente líquido de extracción.

10^a.- Un método según la reivindicación 1^a, en el que la disolución de lixiviación se calienta a una temperatura superior a aproximadamente 125°C durante la etapa de lixiviación, para precipitar el hierro en forma de una
20 sal del mismo.

11^a.- Un método según la reivindicación 1^a, en el que la disolución de lixiviación se somete a agitación durante la etapa de lixiviación.

12^a.- Un método según la reivindicación 1^a, en el que se forma una suspensión acuosa del mineral y después se añade al ácido mientras éste está bajo agitación y presión en el recipiente de lixiviación.
25

13^a.- Un método según la reivindicación 1^a, en el que los gases de reacción generados en el recipiente se recogen fuera del recipiente, se oxidan a los óxidos
30

 30

1 superiores de nitrógeno, y se entremezclan con agua para
regenerar ácido nítrico.

5 14^a.- Un método según la reivindicación 13^a,
en el que el ácido nítrico regenerado se devuelve al reci-
piente.

10 15^a.- Un método según la reivindicación 1^a,
en el que la fase soluble en el ácido se somete a la ac-
ción del autoclave a una temperatura de más de aproxima-
damente 149°C para precipitar el hierro disuelto en forma de
su óxido, y el óxido se separa relativamente de la fase so-
luble en el ácido antes de recuperar de la misma el conte-
nido de metal o metales.

15 16^a.- Un método según la reivindicación 15^a,
en el que la fase soluble en el ácido se somete a la ac-
ción del autoclave después de separar relativamente de la
misma las sustancias insolubles en el ácido.

20 17^a.- Un método de recuperación de uno o más
metales del grupo que consta de cobre, plata, níquel, cobal-
to y zinc a partir de un mineral.

25 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.

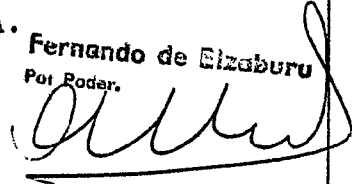
30

30

1 Esta Memoria consta de cuarenta y nueve hojas
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28. VII. 1977

5 P.A. **Fernando de Elizaburu**
Por Poder.



10

15

20

25


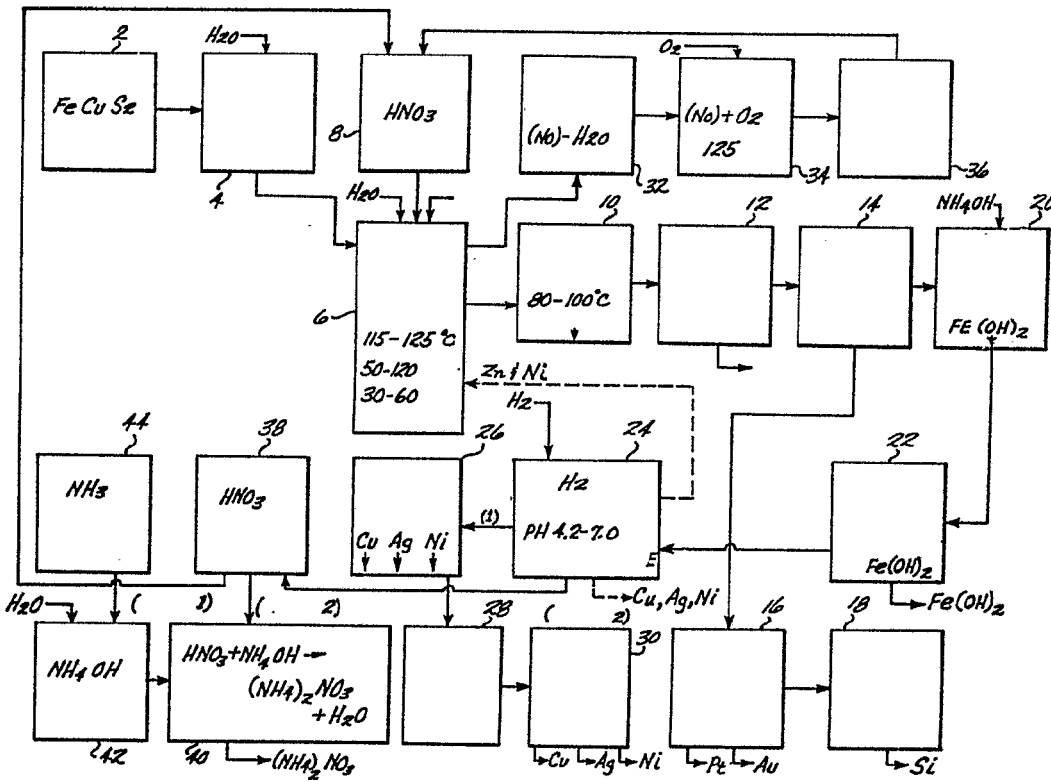
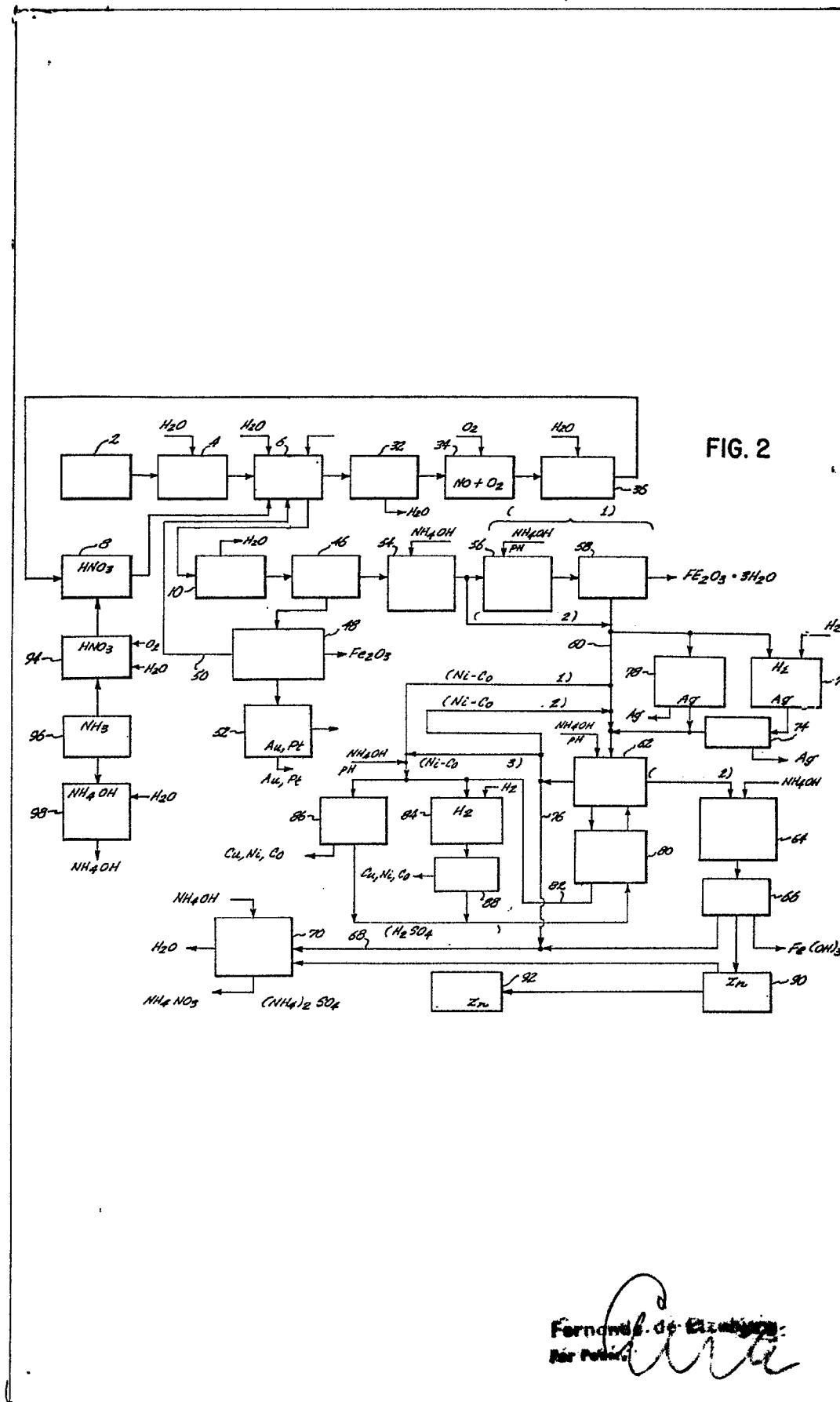
30 

FIG. 1



Fernando...
S...
[Handwritten signature]



Fernando de Elizalde
for Ferris